

## BAB III

### METODOLOGI

#### 3.1. Metodologi Penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium kimia anorganik dan kimia analitik Jurusan Kimia F MIPA UNDIP dengan menggunakan sel elektrolisis. Hasil pengamatan selama penelitian diperoleh dengan beberapa parameter sebagai berikut:

1. Parameter tetap: tekanan (1 Atm), konsentrasi sampel (20 mg/L dalam 50 mL sampel), jenis dan ukuran elektroda dan jarak antar elektroda (1 cm), Voltase 3 Volt, lama elektrolisis 10 menit.
2. Parameter berubah: pH larutan (2, 4, 6, 8, 10), konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (300, 600, 900 mg/L)
3. Parameter dinilai: konsentrasi.
4. Sedangkan tahapan kerja yang dilakukan :
  - a. Pembuatan larutan standar indigo
  - b. Penentuan harga  $\lambda_{\text{maksimal}}$  dan kurva standar kalibrasi
  - c. Elektrokolorisasi pewarna indigo dengan variasi pH
  - d. Elektrokolorisasi pewarna indigo dengan variasi konsentrasi H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

#### 3.2. METODE ANALISIS

Dalam penelitian ini analisis dilakukan secara kualitatif maupun kuantitatif pada larutan sampel yang dielektrolisis. Analisis kualitatif meliputi pengamatan warna larutan sampel sebelum elektrolisis dan sesudah elektrolisis serta warna

endapan. Sedangkan analisis kuantitatif dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer untuk mengukur absorbansi larutan sampel sesudah elektrolisis.

### **3.3. ALAT DAN BAHAN**

#### **3.3.1. ALAT**

Alat yang dipergunakan dalam penelitian ini adalah:

- seperangkat alat kaca, seperti labu takar 25 mL, 250 mL, dan 1 L, gelas ukur 10 mL, corong, pengaduk, erlenmeyer 250 mL, gelas baker 100 mL, dan 250 mL.
- Kertas saring, timbangan elektrik, pH meter, thermometer, adaptor, multitester dan spektrofotometer 390.
- Sel elektrolisa dengan susunan sesuai lampiran desain alat

#### **3.3.1. BAHAN**

Bahan yang dipergunakan adalah natrium hidroksida berbentuk pelet (NaOH p.a. merk), Natrium sulfat ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$  p.a. merk), Asam sulfat pekat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a. merk), serbuk pewarna indigo, hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % p.a. merk) dan akuades.

### **3.4. DESAIN ALAT**

Kawat besi dibuat spiral dengan diameter 0.5 cm kemudian batang karbon diletakkan sejajar dengan kawat besi dengan jarak 1 cm. Rangkaian ini kemudian dipasang pada gelas baker 100 mL. Kemudian hubungkan dengan sumber arus DC. Setiap selesai penelitian elektroda besi dikeringkan kemudian ditimbang. Untuk lebih jelas rangkaian alat dapat dilihat pada lampiran.

### 3. 5. CARA KERJA

#### 3. 5.1. Pembuatan larutan standar indigo dan larutan induk $H_2O_2$ 10.000 mg/L

##### a. Pembuatan larutan standar indigo 100 mg/L

Larutan standar indigo 100 mg/L dibuat dengan melarutkan 1 gram bubuk indigo ke dalam larutan NaOH 0,1 N 20 mL, kemudian disaring dan dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas.

##### b. Pembuatan seri larutan indigo

Larutan seri indigo 5, 10, sampai dengan 40 mg/L sebanyak 100 mL dengan interval 5 mL dibuat melalui pengenceran larutan standar 100 mg/L, sesuai hukum pengenceran.

##### c. Pembuatan larutan induk $H_2O_2$ 10.000 mg/L

Larutan induk  $H_2O_2$  10.000 mg/L dibuat dengan mengencerkan 15,16 mL  $H_2O_2$  30% (berat jenis= 1,11 g/mL) menjadi 0,5 L.

#### 3. 5. 2. Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Pertama kali spektrofotometer dihidupkan, kemudian panjang gelombang diatur 400 nm, setelah itu larutan blanko dimasukkan dan transmitansi diatur 100% dan absorbansi nol. Kemudian blanko diambil diganti larutan indigo 40 mg/L. Perlakuan diulang dengan mengatur variasi panjang gelombang menjadi 410, 430, sampai dengan 700 nm. Setelah memperoleh data dibuat grafik dengan absorbansi sebagai sumbu Y dan panjang gelombang sebagai sumbu X.

### 3. 5. 3. Pembuatan Kurva Standar Kalibrasi

Panjang gelombang diatur pada 578 nm, setelah itu blanko dimasukkan dan atur transmitansi 100%, absorbansi 0, kemudian diganti dengan larutan indigo 40 mg/L, absorbansi ditentukan dan setelah itu diulang untuk konsentrasi 5 sampai dengan 35 mg/L. Dibuat kurva dengan konsentrasi sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y.

### 3. 5. 4. Elektrokolorisasi Pewarna Indigo

#### Elektrokolorisasi pewarna indigo dengan variasi pH

Kawat besi yang dibentuk spiral dan kertas saring disiapkan, kemudian besi spiral tersebut dimasukkan sel elektrolisis sebagai anoda. Selanjutnya larutan pewarna indigo 25 mg/L 40 ml dalam gelas beker ditambah 0,71 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  dan ditambah  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,05 N sampai pH menjadi 2, setelah itu larutan dipindahkan ke labu takar 50 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas, selanjutnya dipindah ke dalam sel elektrolisis berkatoda karbon. Sel dihubungkan potensial listrik luar dengan voltase 3 volt selama 10 menit. Setelah selesai elektrolisis hasil elektrolisis disaring dan ditentukan absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV – Vis. Perlakuan diulang untuk variasi pH 4, 6, 8, dan 10 dengan menambahkan asam sulfat 0,05 M dan atau natrium hidroksida 0,05 M.

## **Elektrodekolorisasi Pewarna Indigo dengan Variasi Konsentrasi $H_2O_2$**

Kawat besi yang dibentuk spiral dan kertas saring disiapkan, kemudian besi spiral tersebut dimasukkan sel elektrolisis sebagai anoda. Larutan pewarna indigo 25 mg/L sebanyak 40 mL dalam gelas beker 50 mL ditambah 0,71 g  $Na_2SO_4$  dan  $H_2O_2$  hasil perhitungan sehingga diperoleh konsentrasi 300 mg/L, kemudian ditambah  $H_2SO_4$  0,1 N sampai pH 2, setelah itu larutan dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas, selanjutnya dipindah ke dalam sel elektrolisis berkatoda karbon. Sel dihubungkan potensial listrik luar dengan voltase 3 volt selama 10 menit. Setelah selesai elektrolisis hasil elektrolisis disaring dan ditentukan absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV – Vis. Perlakuan diulang untuk variasi konsentrasi  $H_2O_2$  masing-masing 600 dan 900 mg/L.

