

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Preparasi lapis tipis perak dilakukan melalui metode elektrolisis. Perak ionik yang berasal dari larutan kompleks perak diamina diubah menjadi perak metalik yang mengendap pada katode karbon. Elektrolisis dilakukan melalui variasi bahan anode untuk mengetahui pengaruhnya terhadap perak yang dihasilkan.

#### 3.1. Penetapan Variabel

Variabel–variabel yang diuji untuk mendapatkan informasi mengenai endapan perak adalah kondisi selama elektrolisis. Variabel tetap adalah potensial listrik eksternal, jarak antara elektrode, luas permukaan elektrode, dan temperatur. Variabel yang divariasi adalah kuat arus listrik dan bahan anode yang digunakan.

#### 3.2. Metode Analisis

Endapan hasil elektrolisis dianalisis secara kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif meliputi pengamatan terhadap warna dan struktur permukaan endapan melalui foto mikroskop, serta perbandingan nilai difraktogram endapan yang dihasilkan dengan difraktogram standar untuk menentukan jenis senyawa yang terbentuk. Analisis kuantitatif meliputi penimbangan berat endapan hasil elektrolisis ( $W_{obs}$ ) dan berat teoritis ( $W_{calc}$ ), serta efisiensi elektrolisis.

### 3.3. Alat dan Bahan

#### 3.3.1. Alat-alat

Alat-alat gelas yang digunakan meliputi gelas beker pyrex 50 mL dan 250 mL, gelas ukur pyrex 20 mL, labu takar pyrex 250 mL dan 1 L, pipet ukur 20 mL, dan pipet tetes. Selain itu juga diperlukan peralatan-peralatan lainnya seperti neraca analitik digital Mattler AT-200, multimeter digital DT 830B, adaptor RC-650, kamera digital Fuji FinePix A330, XRD-6000 Shimadzu X-Ray Diffractometer, dan potensiometer (desain sendiri).

#### 3.3.2. Bahan-bahan

Bahan-bahan yang diperlukan meliputi kristal  $\text{AgNO}_3$ , HCl teknis, larutan ammonia 25% (GR), dan akuades.

### 3.4. Cara Kerja

#### 3.4.1. Preparasi larutan

1. Larutan  $\text{AgNO}_3$  0,05 M

Sebanyak 3,4535 gram kristal  $\text{AgNO}_3$  dilarutkan dalam 1 L akuades. Larutan dikocok-kocok sampai homogen.

2. Larutan kompleks perak diamina

Sebanyak 150 mL larutan perak nitrat 0,05 M ditambah dengan larutan HCl tetes demi tetes sampai endapan tidak larut kembali. Setelah endapan menempel seluruhnya di dasar gelas beker, larutan didekantasi dan dicuci berulang-ulang. Endapan yang diperoleh ditambah dengan 20 mL larutan ammonia 25% (GR) sampai semua

endapan larut. Larutan dipindahkan dalam labu takar 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

### 3.4.2. Penyiapan sel elektrolitik

Sel elektrolisis dikonstruksikan dari gelas piala 50 mL yang dilengkapi dengan sepasang elektrode. Katode terbuat dari batang karbon yang berasal dari baterai bekas. Sebelum digunakan, batang karbon terlebih dahulu dipipihkan hingga ketebalan  $\pm 1$  mm, dicuci dengan deterjen dan dijemur di bawah terik matahari langsung. Setelah kering, karbon ditimbang menghasilkan berat katode sebelum elektrolisis ( $W_{c1}$ ). Anode yang digunakan pada elektrolisis divariasikan yaitu Cu, Pb dan C. Kedua elektrode dihubungkan dengan adaptor yang terlebih dahulu dihubungkan dengan potensiometer. Potensial terpasang dijaga konstan pada 1,5 volt sedangkan kuat arus diatur sesuai keperluan. Sel elektrolisis dirangkai sesuai gambar pada Lampiran A.

### 3.4.3. Elektrolisis

Sebanyak 20 mL larutan perak diamina ditempatkan dalam gelas beker 50 mL. Larutan dielektrolisis selama 2 jam di bawah potensial terpasang 1,5 volt pada kuat arus 0,2 mA. Elektrolisis selanjutnya dilakukan melalui cara yang sama pada kuat arus 0,4mA; 0,6mA; 0,8mA; 1,0mA dengan menggunakan pasangan elektrode yang divariasikan C-C, C-Pb, C-Cu.

#### 3.4.4. Analisis hasil

Berat katode setelah elektrolisis,  $W_{c2}$  ditimbang menggunakan neraca analitik. Pengurangan  $W_{c2}$  oleh  $W_{c1}$  menghasilkan  $W_{obs}$ . Endapan hasil elektrolisis difoto menggunakan foto mikroskop dan dikarakterisasi berdasarkan analisis XRD.

