

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Metode Eksperimen

Beberapa parameter dapat mempengaruhi pembuatan Fe-Al hidrotalsit dan aplikasinya sebagai adsorben, maka penelitian ini dikondisikan sebagai berikut:

1. Parameter yang dikonstantakan adalah konsentrasi garam  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , konsentrasi dan volume NaOH, konsentrasi awal dan volume asam oksalat, waktu pemanasan, berat adsorben, dan waktu adsorpsi.
2. Parameter yang divariasikan adalah temperatur pemanasan pembuatan Fe-Al hidrotalsit.
3. Parameter yang dinilai adalah konsentrasi asam oksalat setelah diadsorpsi oleh Fe-Al hidrotalsit.

#### 3.2 Metode Analisis

Analisis kualitatif pembuatan Fe-Al hidrotalsit menggunakan spektrometri FTIR dan difraksi sinar-X. Sedangkan analisis kuantitatif menggunakan titrasi permanganometri untuk mengetahui penurunan konsentrasi asam oksalat.

#### 3.3 Alat dan Bahan

##### 3.3.1 Alat

1. Peralatan gelas laboratorium yang umum
2. Kertas pH
3. *Glass wool*

4. Timbangan analitis
5. Oven
6. Kompor listrik
7. Buret
8. Shimadzu FTIR-8201 PC
9. X-Ray Diffractometer Shimadzu 6000

### **3.3.2 Bahan**

1.  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  p.a
2.  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  p.a
3. NaOH p.a
4. Aquades
5.  $\text{KMnO}_4$  p.a
6.  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  p.a
7.  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  p.a
8.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat

### **3.4 Cara Kerja**

#### **3.4.1 Preparasi Larutan Induk**

##### **3.4.1.1 Pembuatan 100 mL $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 1 M**

Sebanyak 5,63 gram  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 15 mL aquades.

##### **3.4.1.2 Pembuatan 100 mL $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 3 M**

Sebanyak 18,18 gram  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 15 mL aquades.

### 3.4.1.3 Pembuatan 1 L NaOH 1 M

Sebanyak 40 gram NaOH sedikit demi sedikit dilarutkan dalam aquades pada labu takar 1 L sampai tanda batas.

### 3.4.1.4 Pembuatan 100 mL H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 0,15 M

Sebanyak 1,89 gram H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam aquades pada labu takar 100 mL hingga sampai batas.

### 3.4.1.5 Pembuatan 250 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,9 M

Sebanyak 12 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat (18,775 M) diencerkan dengan aquades pada labu takar 250 mL sampai tanda batas.

### 3.4.1.6 Pembuatan 250 mL Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 1,882·10<sup>-2</sup> N

Garam Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O dipanaskan dalam oven selama 24 jam pada suhu 120 °C. Setelah itu didinginkan di dalam desikator. Kemudian sebanyak 0,4 gram Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O dilarutkan sedikit demi sedikit dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,90 M pada labu takar 250 mL sampai tanda batas.

### 3.4.1.7 Pembuatan 500 mL KMnO<sub>4</sub> 0,02 N

Sebanyak 1,6 gram KMnO<sub>4</sub> dilarutkan dalam aquades dalam labu takar 500 mL hingga tanda batas. Kemudian larutan KMnO<sub>4</sub> dipanaskan hingga mendidih. Setelah itu dibiarkan selama 24 jam. Untuk menghilangkan MnO<sub>2</sub> yang terbentuk, larutan KMnO<sub>4</sub> disaring dengan menggunakan *glass wool*, kemudian disimpan di dalam botol tertutup, dan ditempatkan di tempat yang gelap.

### 3.4.1.8 Standarisasi Larutan KMnO<sub>4</sub> oleh Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

Sebanyak 5 mL Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 1,882·10<sup>-2</sup> N dititrasi dengan KMnO<sub>4</sub> hingga warna larutan menjadi merah muda, kemudian dibiarkan hingga larutan menjadi

tidak berwarna. Setelah itu larutan dipanaskan pada suhu 60 °C dan kembali dititrasi hingga larutan berwarna merah muda pucat pertama kali. Titrasi diulang sebanyak 3 kali.

#### **3.4.2 Pembuatan Fe-Al Hidrotalsit**

Sebanyak 15 mL  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  1 M dan 15 mL  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  3 M dicampurkan. Kemudian larutan campuran ditambahkan dengan NaOH 1 M. Penambahan dilakukan per 2 mL NaOH hingga diperoleh endapan hidroksida dengan pH larutan campuran sekitar 5. Kemudian endapan dipanaskan bersama larutan induknya pada suhu 120 °C selama 24 jam. Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades, disaring, dan kembali dipanaskan dengan variasi suhu 60, 80, 100, 120, dan 140 °C selama 12 jam.

Senyawa Fe-Al hidrotalsit yang dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan FTIR dan XRD.

#### **3.4.3 Adsorpsi Asam Oksalat**

Senyawa Fe-Al hidrotalsit yang dihasilkan digunakan sebagai adsorben asam oksalat. Sebanyak 1,5 gram Fe-Al hidrotalsit dengan pemanasan pada masing-masing suhu direndam dalam 15 mL asam oksalat 0,15 M selama 24 jam. Kemudian dipisahkan dengan penyaringan. Fe-Al hidrotalsit yang telah mengadsorpsi asam oksalat dianalisis dengan FTIR, sedangkan konsentrasi asam oksalat setelah diadsorpsi diukur dengan menggunakan titrasi permanganometri. Fe-Al hidrotalsit yang telah mengadsorpsi asam oksalat dianalisis spektranya menggunakan FTIR.