

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Undip dan Laboratorium Air BPIK Semarang. Dalam penelitian ini akan dilakukan ekstraksi vanilin dengan teknik membran cair emulsi melalui tahap sebagai berikut:

- a. Pembuatan membran cair emulsi
- b. Penentuan kondisi optimum ekstraksi vanilin
- c. Deemulsifikasi
- d. Analisis persen ekstraksi

Pada penelitian ini, fasa eksternalnya berupa larutan vanilin, yang diperoleh melalui preparasi sampel, yaitu dengan cara melarutkan vanilin murni dalam pelarut air. Fasa membrannya berupa pelarut organik (minyak tanah) dan span 80 sebagai surfaktannya. Sedangkan fasa internal yang digunakan adalah NaOH. Variabel yang dinilai adalah konsentrasi vanilin dalam fasa eksternal sesudah proses ekstraksi. Adapun variabel bebas yang digunakan adalah lama ekstraksi (waktu kontak antara fasa eksternal dengan emulsi), perbandingan volume fasa eksternal dengan volume emulsi, dan pH fasa eksternal. Secara kuantitas, konsentrasi vanilin sisa dalam fasa eksternal setelah proses pemisahan diukur dengan spektrofotometer Uv-Vis.

### 3.1 Peralatan dan Bahan

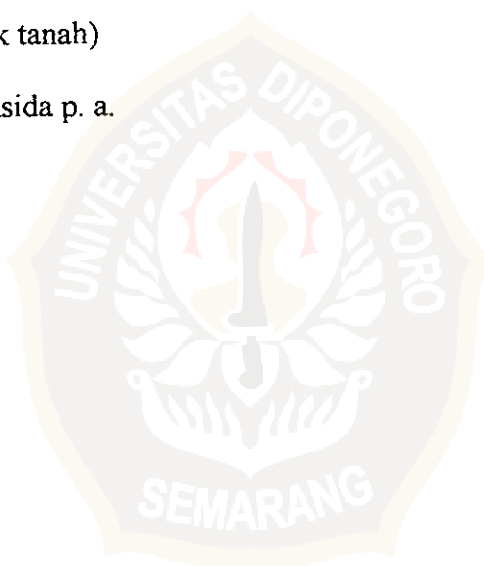
#### 3.1.1 Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- a. Seperangkat sel pemisahan ELM (gelas beker dan pengaduk magnet)
- b. Spektrofotometer Uv-Vis (Shimadzu UV-1601)
- c. Neraca analitik METTLER AT 200
- d. pH meter HACH EC 20
- e. Peralatan gelas yang lazim digunakan di laboratorium kimia seperti labu ukur, corong pisah, pipet tetes, dan pipet volume.

### 3.1.2 Bahan

- a. Vanilin murni
- b. Span 80
- c. Kerosin (minyak tanah)
- d. Natrium Hidroksida p. a.
- e.  $\text{HNO}_3$  p. a.
- f.  $\text{HCl}$  p. a.
- g. Butanol
- h. Kloroform p. a.



## 3.2 Cara Kerja

### 3.2.1 Pembuatan Larutan Percobaan

1. Larutan vanilin 100 ppm dibuat dengan melarutkan 0,1 gram vanilin dalam akuades hingga 1 L.
2. Larutan  $\text{NaOH}$  0,3 M dibuat dengan melarutkan 3 gram kristal  $\text{NaOH}$  dalam akuades hingga 250 mL.
3. Larutan  $\text{HNO}_3$  1 M dibuat dengan melarutkan 6,924 mL  $\text{HNO}_3$  pekat ke dalam pelarut air hingga volumenya 100 mL.

4. Larutan HCl 1 M dibuat dengan melarutkan 8,290 mL HCl pekat ke dalam pelarut air hingga volumenya 100 mL.

### 3.2.2 Pembuatan Membran Cair Emulsi

Tahap pembuatan membran cair emulsi dimulai dengan pencampuran fasa organik (minyak tanah) dan fasa internal NaOH 0,3 M dalam satu gelas kimia, kemudian diaduk dengan pengaduk magnet dalam sel pemisahan ELM dengan kecepatan tertentu selama 5 menit sambil ditambahkan surfaktan span 80 sampai mencapai 10 % volume emulsi. Hasil pengadukan berupa emulsi air dalam minyak (w/o).

### 3.2.3 Ekstraksi Senyawa Vanilin

Emulsi yang terbentuk didispersikan ke fasa eksternal melalui pengadukan dengan kecepatan tertentu. Campuran kemudian dipindah ke dalam corong pisah dan didiamkan selama 5 jam supaya terpisah. Setelah didiamkan, fasa eksternal kemudian dipisahkan dari emulsi dan diencerkan 10 kali. Konsentrasi vanilin dalam fasa eksternal tersebut ditentukan dengan spektrofotometer Uv-Vis.

### 3.2.4 Penentuan Kondisi Optimum Ekstraksi Vanilin

**Menentukan lama pengadukan fasa eksternal dengan emulsi.** Lamanya waktu pengadukan ditentukan dengan variasi 3, 5, 10, 15 dan 20 menit. Hasil yang paling optimum pada ekstraksi ini digunakan pada ekstraksi selanjutnya.

**Menentukan perbandingan volume fasa eksternal dengan volume emulsi.** Perbandingan volume fasa eksternal ( $V_{eks}$ ) dengan volume emulsi ( $V_{em}$ ) ditentukan dengan memvariasikan perbandingan  $V_{eks}$  dengan  $V_{em}$ . Perbandingan  $V_{eks} : V_{em}$  yang

dilakukan yaitu 4 : 2; 6 : 2; 8 : 2; 10 : 2; 12 : 2; dan 20 : 2. Kondisi percobaan yang lain didasarkan pada kondisi optimum hasil ekstraksi sebelumnya. Hasil yang paling optimum pada ekstraksi ini diterapkan pada ekstraksi selanjutnya.

**Menentukan pH fasa eksternal.** pH fasa eksternal untuk ekstraksi yang optimum ditentukan dengan memvariasikan pH fasa eksternal sebagai berikut: 1, 2, 3, 4, 5 dan 6. Pengaturan pH larutan dilakukan dengan menambahkan HNO<sub>3</sub> pekat setetes demi setetes hingga larutan mencapai pH yang diinginkan. Pengukuran pH dilakukan dengan pH meter. Kondisi percobaan yang lain didasarkan pada kondisi optimum hasil ekstraksi sebelumnya.

### 3.2.5 Deemulsifikasi

Deemulsifikasi dilakukan untuk memperoleh fasa internal dengan cara pendiaman, pemanasan, pengadukan dan penambahan n-butanol. Fasa internal yang diperoleh diasamkan dengan HCl sampai pH 2 sehingga didapatkan vanilinya. Vanilin tersebut dipisahkan dengan cara ekstraksi menggunakan pelarut kloroform.

### 3.2.6 Pengukuran Konsentrasi Vanilin

Sebelum menentukan konsentrasi vanilin dalam fasa umpan setelah ekstraksi, maka harus dibuat kurva kalibrasi. Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan vanilin dengan rentang konsentrasi 0-8 ppm. Pengukuran tersebut dilakukan dengan Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu pada panjang gelombang 204 nm. Kurva tersebut menunjukkan hubungan absorbansi dengan konsentrasi sehingga konsentrasi vanilin dalam larutan uji dapat ditentukan.