

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia, Laboratorium Riset Kimia Lingkungan, dan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian ini dimulai dari bulan Maret sampai dengan bulan Desember 2010.

#### **3.2 Sistematika Penelitian**

Penelitian ini terdiri dari lima tahap yang meliputi :

##### **1. Tahap Preparasi Sampel**

Pada tahap ini, simplisia dikumpulkan sebanyak 16 Kg kemudian simplisia basah dibersihkan dan dikeringkan di udara terbuka dan dihaluskan. Simplisia yang telah halus kemudian siap untuk digunakan sebagai bahan isolasi.

##### **2. Tahap Isolasi Senyawa Bioflokulan DYT**

Isolasi Senyawa Bioflokulan DYT dilakukan dengan cara merefluks simplisia DYT menggunakan pelarut metanol. Langkah ini dilanjutkan dengan penghilangan klorofil dan senyawa non polar lainnya.

##### **3. Tahap Pemurnian Senyawa Bioflokulan DYT**

Senyawa bioflokulan DYT dimurnikan dengan cara kristalisasi di dalam pelarut air kemudian direkristalisasi menggunakan pelarut metanol.

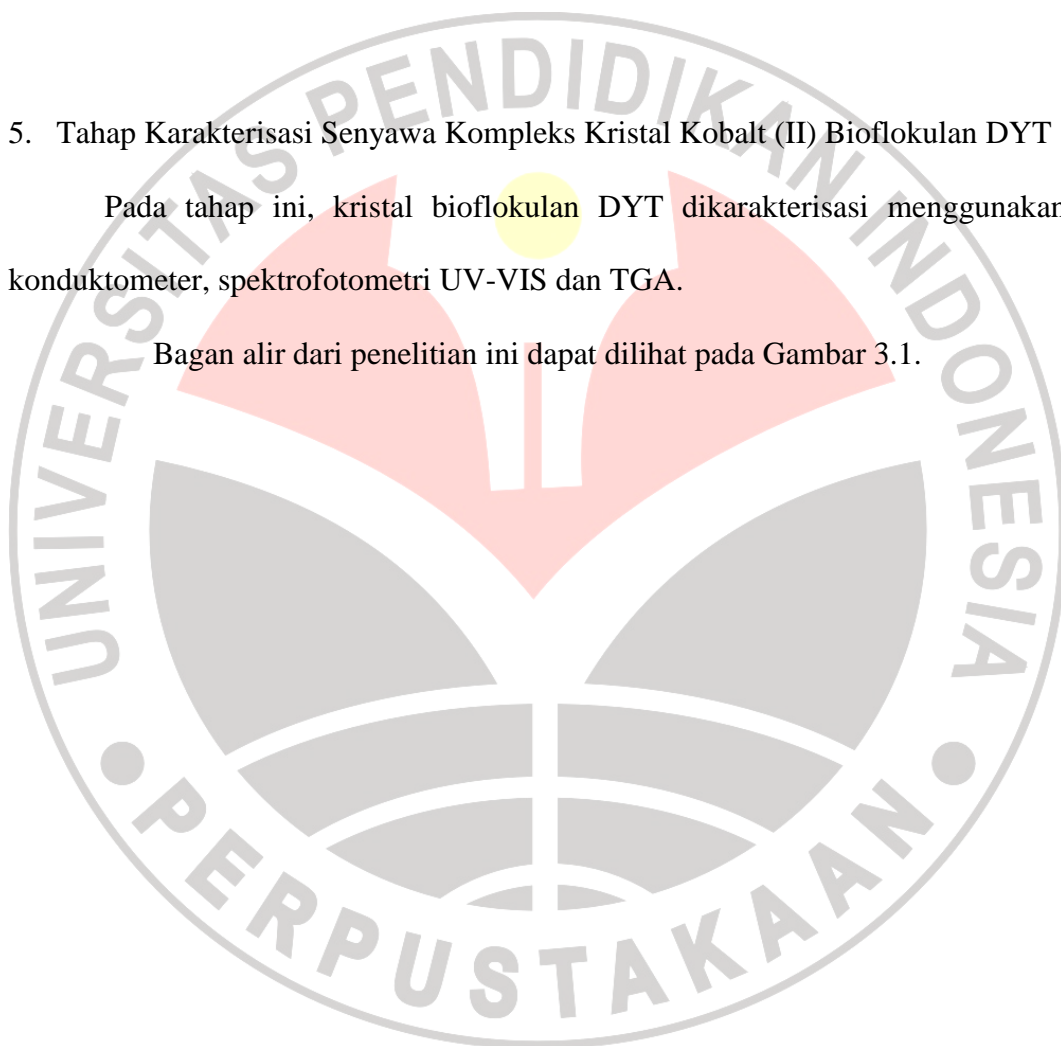
#### 4. Sintesis dan karakteristik senyawa kompleks Co(II)-Bioflokulan DYT

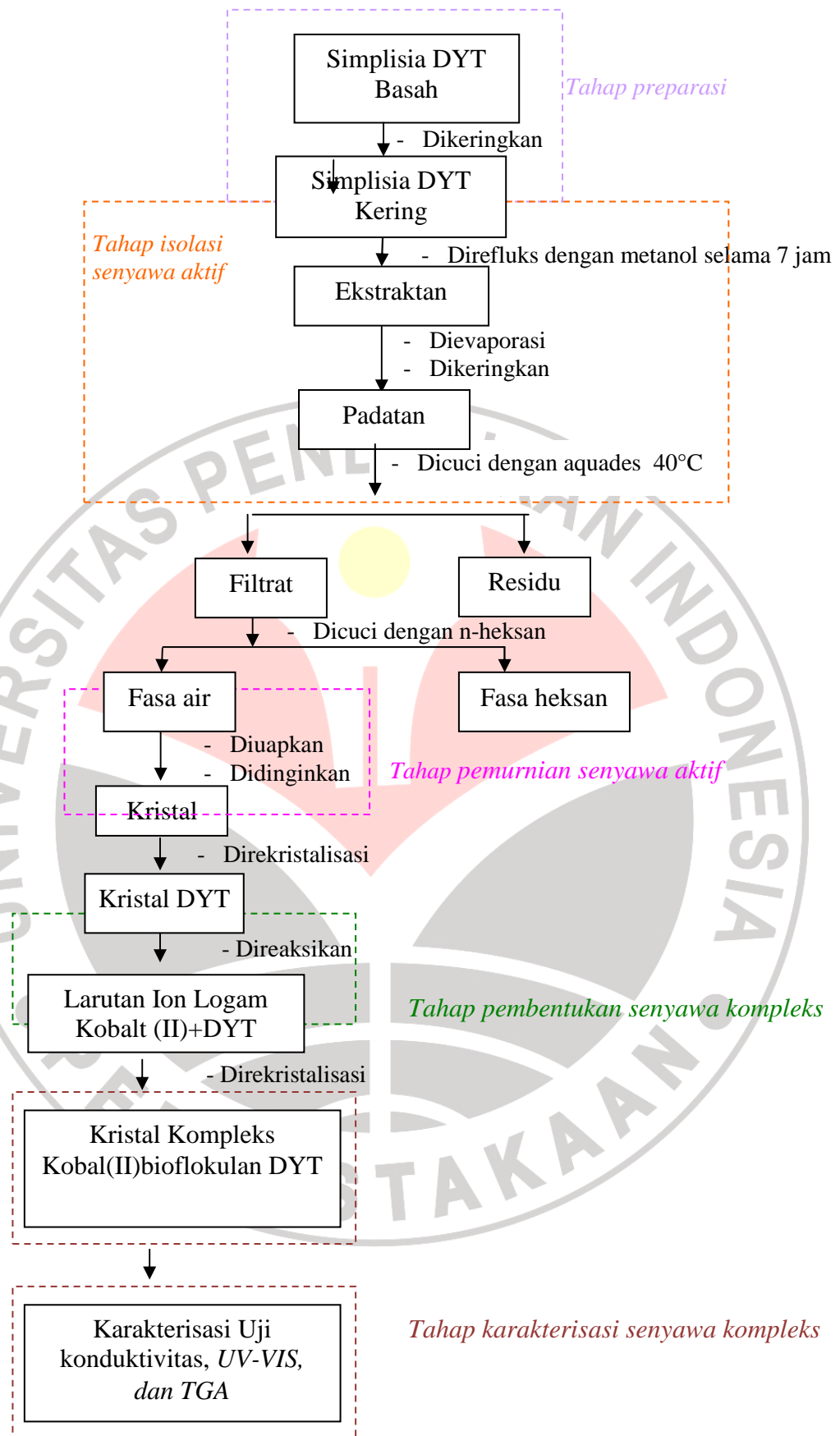
Tahap sintesis Senyawa Kompleks Co(II) dengan ligan Bioflokulan DYT Pada tahap ini, kristal bioflokulan DYT dicampurkan dengan larutan ion logam Co(II). Senyawa kompleks yang dihasilkan dari ion logam Co(II) dengan logam bioflokulan DYT kemudian dikristalisasi.

#### 5. Tahap Karakterisasi Senyawa Kompleks Kristal Kobalt (II) Bioflokulan DYT

Pada tahap ini, kristal bioflokulan DYT dikarakterisasi menggunakan konduktometer, spektrofotometri UV-VIS dan TGA.

Bagan alir dari penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 3.1.





**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Satu buah blender merek Philips tipe HR 2815/a, 1 set alat refluks, 1 set *Rotary evaporator* merek Butchi Heating Bath B-490, 1 set neraca digital, 1 buah corong Buchner, 1 buah labu erlenmeyer berpenghisap 500 mL, 4 buah gelas kimia masing-masing 50 mL, 100 mL dan 250 mL, 2 buah gelas kimia masing-masing 600 mL, 1000 mL dan 2000 mL, 1 buah termometer alkohol 100°C, 1 buah gelas ukur masing-masing 50 mL, 250 mL dan 1 L, 1 buah corong pisah 250 mL, 10 buah kaca arloji, Aluminium foil, Kain Keras.

#### 3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel bioflokulan DYT, metanol teknis, n-heksan teknis, metanol, aquades larutan standar KCl 0,001 M, Kobal (II) Nitrat hexahidrat.

### 3.4 Prosedur Kerja

#### 3.4.1 Pembuatan Larutan Induk

1. Larutan Induk DYT 2000 ppm

Larutan induk DYT 2000 ppm dibuat dengan melarutkan 2 gram kristal bioflokulan DYT dalam labu ukur 1000 ml, menggunakan pelarut aquades.

2. Larutan  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  2000 ppm

Pembuatan Larutan  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  2000 ppm dibuat dengan melarutkan 2,91 gram kristal  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dalam labu ukur 1000 ml, menggunakan pelarut aquades.

### 3. Larutan kompleks Kobal (II) Bioflokulan DYT 2000 ppm

Larutan induk Kobal (II) bioflokulan DYT 2000 ppm dibuat dengan ,melarutkan 2 gram kristal Kobal (II) bioflokulan DYT dalam labu ukur 1000 ml, menggunakan pelarut metanol.

#### 3.4.2 Tahap Preparasi Sampel

Simplisia dikumpulkan lalu ditimbang massa basahya dan dibersihkan dari kotoran-kotoran yang menempel. Setelah itu, simplisia dikeringkan di udara terbuka selama beberapa hari. Selama pengeringan, simplisia dihindarkan dari sinar matahari secara langsung serta dijaga agar tidak membusuk. Simplisia yang telah kering kemudian dihaluskan menggunakan blender. Setelah itu, simplisia ditimbang massa keringnya.

#### 3.4.3 Tahap Isolasi Senyawa Aktif Bioflokulan DYT

Simplisia kering dimasukkan ke dalam labu dasar bulat sampai dua pertiga volume labu. Kemudian ditambahkan pelarut metanol. Setelah itu, campuran direfluks selama tujuh jam lalu disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dihilangkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* sampai diperoleh ekstrak pekat. Ekstrak tersebut kemudian dibiarkan sampai mengering. Padatan yang diperoleh lalu dicuci dengan aquades 40°C. Setelah pencucian, campuran disaring di bawah vakum. Filtrat yang diperoleh kemudian dicuci dengan n-heksan dengan perbandingan volume 1 : 1. Pencucian tersebut dilakukan sampai fasa n-heksan tak berwarna. Fasa air yang diperoleh lalu dikristalisasi.

### **3.4.4 Tahap Pemurnian Senyawa Bioflokulan DYT**

Proses pemurnian dilakukan dengan cara kristalisasi. Ekstrak fasa air yang diperoleh, diuapkan pada suhu kamar kemudian didinginkan sampai terbentuk kristal. Kristal yang masih bercampur dengan pengotor, dicuci berulang kali dengan metanol dingin sampai diperoleh filtrat yang hampir tidak berwarna. Kristal yang telah bersih kemudian ditimbang massa totalnya.

Sebagian kristal direkristalisasi untuk mendapatkan kualitas kristal yang lebih baik. Beberapa gram kristal ditambah metanol dalam keadaan panas sampai semua kristal larut. Kemudian, larutan dibiarkan sampai metanolnya menguap. Kristal yang terbentuk, dikumpulkan lalu ditimbang.

### **3.4.5 Tahap Karakterisasi Kristal Bioflokulan DYT**

#### **3.4.5.1 Tahap Uji Konduktivitas**

Sampel yang diuji konduktivitasnya terdiri dari: kristal bioflokulan DYT hasil dari proses pemurnian, Larutan ion logam  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  serta campuran dari larutan ion logam  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  dengan kristal bioflokulan DYT. Sebelum dilakukan pengukuran, terlebih dahulu dilakukan standarisasi alat konduktivitas dengan menggunakan larutan standar KCl 0,001 M.

Larutan induk bioflokulan DYT 2000 ppm yang telah disiapkan, dipipet dengan variasi volume masing-masing sebanyak 25 mL, 50 mL, 75 mL, 100 mL, 125 mL, 150 mL, 175 mL, dan 200 mL. Kemudian masing-masing variasi volume tersebut diencerkan dengan menggunakan aquades hingga volume akhirnya mencapai 200 mL. Pengukuran konduktivitas untuk larutan induk  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  2000

ppm dilakukan dengan cara dipipet dengan variasi volume masing-masing sebanyak 25 mL, 50 mL, 75 mL, 100 mL, 125 mL, 150 mL, 175 mL, dan 200 mL. Kemudian masing-masing variasi volume tersebut diencerkan dengan menggunakan aquades hingga volume akhirnya mencapai 200 mL. Untuk pengukuran konduktivitas campuran bioflokulan DYT dengan larutan ion logam  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$  dapat dilihat pada tabel 3.1:

**Tabel 3.1** Variasi Volume pembentukan Campuran bioflokulan DYT dengan Larutan ion Logam  $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$

<b>Volume larutan ion logam <math>\text{Co}(\text{NO}_3)_2</math></b>	<b>Volume larutan kristal bioflokulan DYT</b>	<b>Volume total Campuran</b>
0 mL	200 mL	200 mL
25 mL	175 mL	200 mL
50 mL	150 mL	200 mL
75 mL	125 mL	200 mL
100 mL	100 mL	200 mL
125 mL	75 mL	200 mL
150 mL	50 mL	200 mL
175 mL	25 mL	200 mL
200 mL	0 mL	200 mL



### **3.4.5.2 Tahap Uji Panjang Gelombang Maksimum Serapan Larutan Bioflokulan DYT Dan Senyawa Kompleks Kobalt (II) Bioflokulan DYT**

Analisis ini dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV/VIS Shimadzu 1240. Larutan bioflokulan DYT dibuat dengan melarutkan sekitar 0,02 gram kristal bioflokulan DYT dan 0,0018 gram senyawa kompleks kobalt (II) bioflokulan DYT dengan metanol sampai volume 10 mL .

### **3.4.5.3 Tahap Uji Pengaruh Suhu Terhadap Kestabilan Kristal Bioflokulan DYT dan Kristal kompleks Kobal (II) Bioflokulan DYT**

Analisis ini dilakukan dengan metode termal gravimetri (*Thermogravimetri Analysis, TGA*). Kristal bioflokulan DYT dan kristal kompleks kobal (II) bioflokulan DYT ditimbang masing-masing sebanyak 24,393 mg dan 25,098 mg kemudian ditempatkan didalam sampel holder dan dimasukkan kedalam alat TGA dengan udara sebagai gas alir. Rentang suhu yang digunakan mulai dari 0<sup>0</sup>C sampai 900<sup>0</sup>C dengan laju kenaikan suhu sebesar 10<sup>0</sup>C/menit. Kemudian diamati pengaruh suhu terhadap perubahan massa.