

BAB III

METODE PENELITIAN

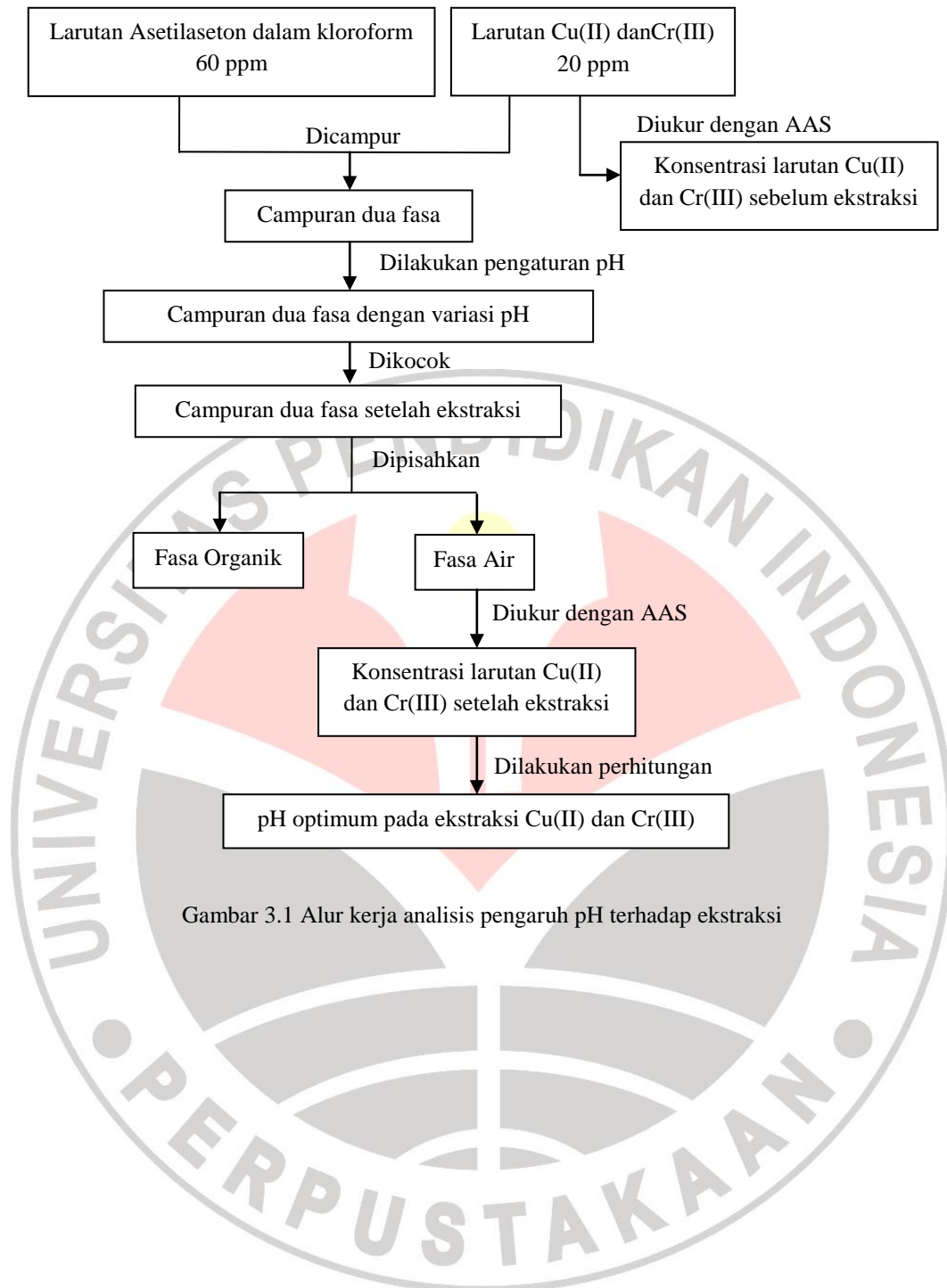
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan dari bulan Februari - Juli tahun 2012 di Laboratorium Riset Kimia dan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia. Beberapa analisis hasil penelitian dilakukan di Laboratorium Mineral dan Lingkungan PUSLITBANG *tekMIRA*.

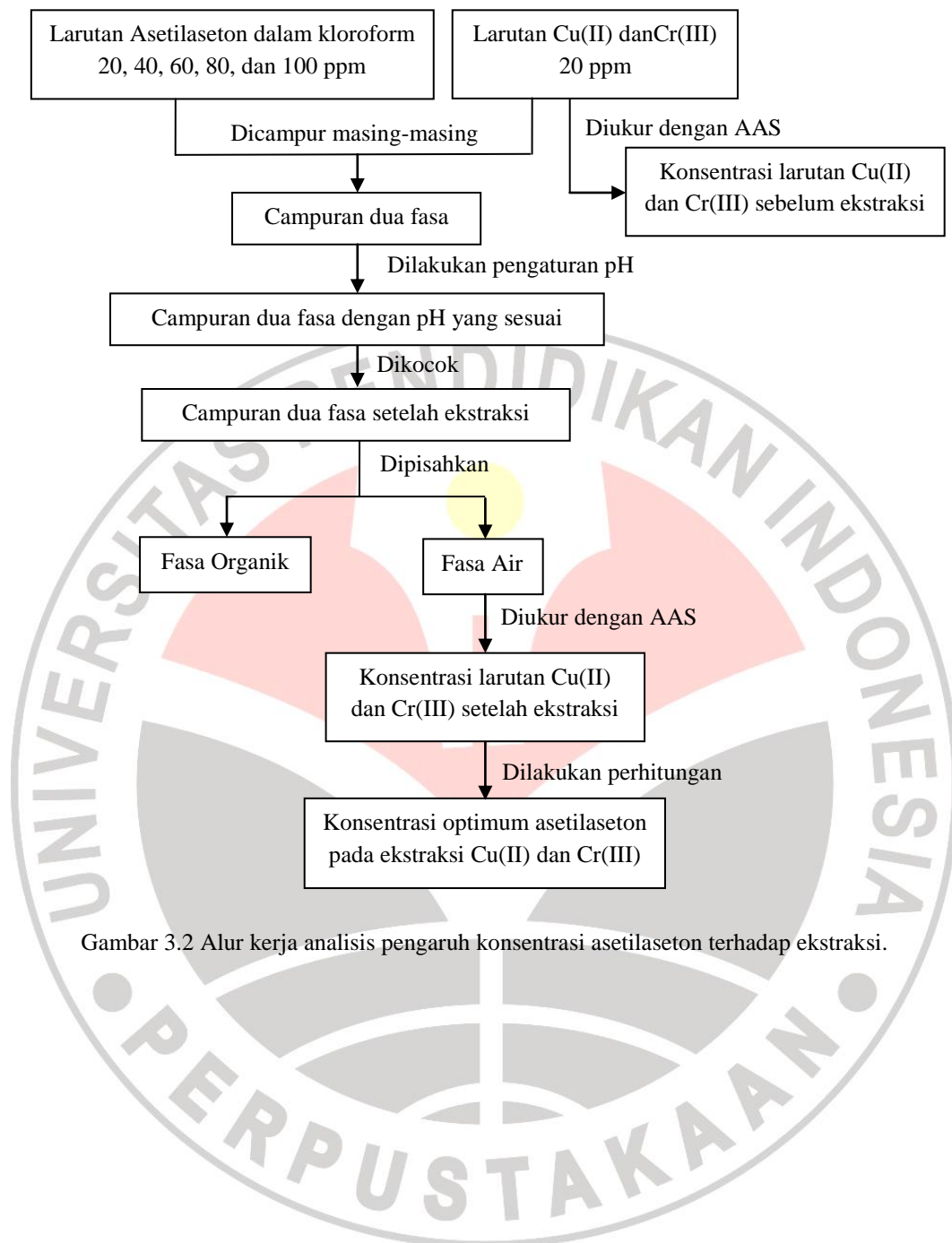
3.2 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ini merupakan studi tentang ekstraksi cair-cair yang menggunakan asetilaseton sebagai pereaksi pengkhelat yang dilarutkan dalam kloroform sebagai fasa organik. Adapun contoh logam yang digunakan adalah logam Cu(II) dan logam Cr(III).

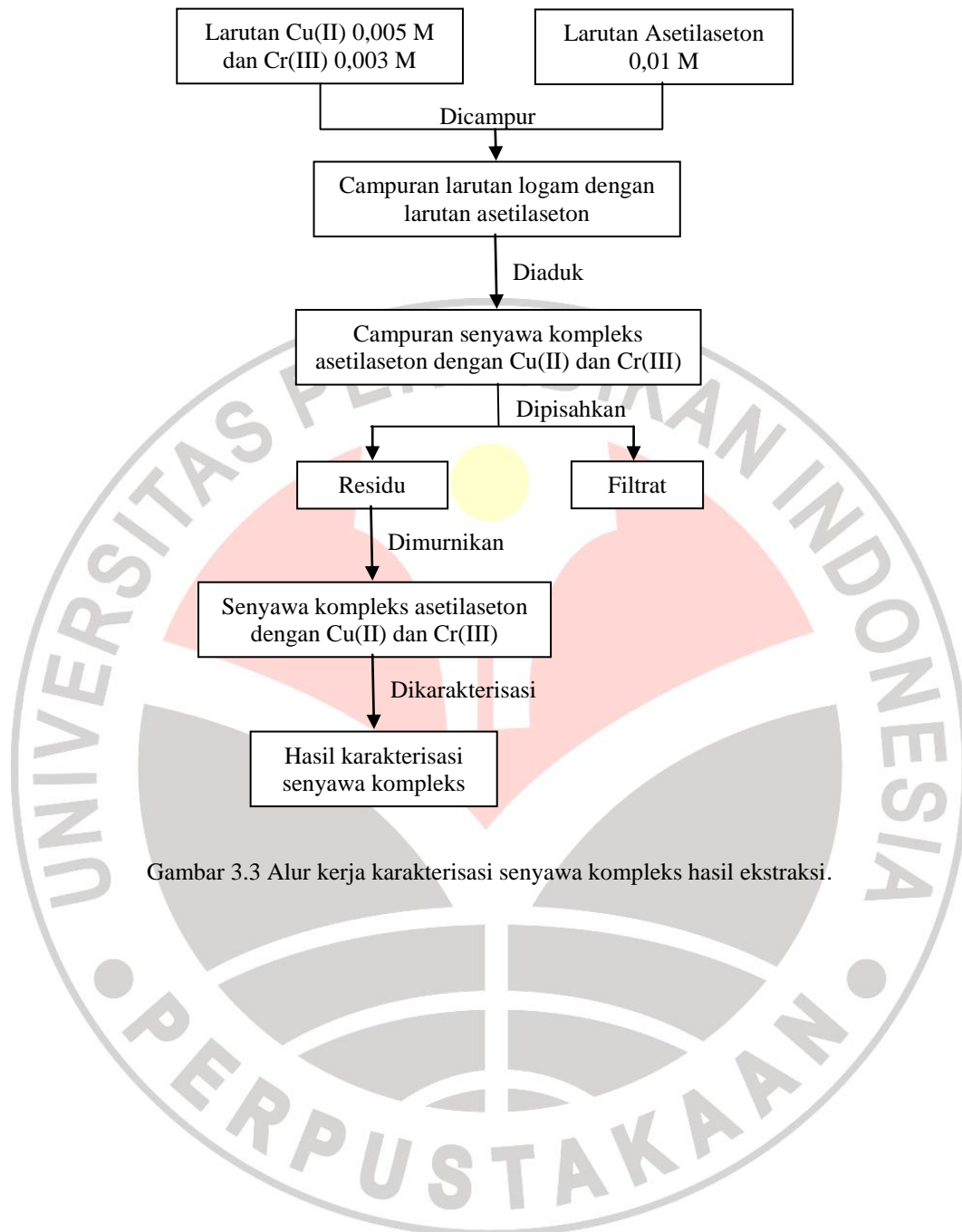
Penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan, yaitu mempelajari pengaruh pH terhadap ekstraksi, pengaruh konsentrasi asetilaseton sebagai pereaksi pengkhelat terhadap ekstraksi, dan karakterisasi senyawa kompleks hasil ekstraksi dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, AAS, FTIR, dan TG-DTA. Keseluruhan proses tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.1, Gambar 3.2, dan Gambar 3.3.



Gambar 3.1 Alur kerja analisis pengaruh pH terhadap ekstraksi



Gambar 3.2 Alur kerja analisis pengaruh konsentrasi asetilaseton terhadap ekstraksi.



Gambar 3.3 Alur kerja karakterisasi senyawa kompleks hasil ekstraksi.

3.3 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah gelas kimia, pipet volume, corong pisah, kaca preparat, pipa kapiler, labu ukur, buret, pipet tetes, botol vial, corong Buchner, mikroskop, *Atomic Absorbstion Spectrofotometer* (AAS) Varian 220 FS, *Thermal Gravimetric – Differential Thermal analysis* (TG-DTA) Shimadzu 60 A, dan Spektrofotometer UV-Vis mini Shimadzu.

Bahan-bahan yang digunakan adalah akuades, natrium asetat, amonium hidroksida, asetilaseton, kloroform, metanol, kromium(III)klorida heksahidrat, tembaga(II)klorida dihidrat, besi(III)klorida heksahidrat, dan asam klorida.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Pembuatan Larutan Induk Logam Cu dan logam Cr 1000 ppm

Pembuatan Larutan Induk logam Cu 1000 ppm dilakukan dengan cara melarutkan tembaga(II)klorida dihidrat dengan akuades sampai 100,0 mL hingga setara 1000 ppm tembaga(II). Pembuatan larutan induk logam Cr 1000 ppm juga mengikuti cara pembuatan larutan induk logam Cu 1000 ppm.

3.4.2 Pembuatan Larutan Induk Asetilaseton 1000 ppm

Pembuatan larutan asetilaseton 1000 ppm dilakukan dengan cara melarutkan asetilaseton dalam kloroform sebanyak 500 mL hingga setara 1000 ppm.

3.4.3 Pengaruh pH Terhadap Ekstraksi

Pengaruh pH pada ekstraksi logam Cu(II) dilakukan dengan cara memasukkan larutan logam Cu(II) 20 ppm 10 mL dan larutan penyangga pH tertentu sebanyak 5,0 mL ke dalam corong pisah 100 mL. Setiap corong pisah berisi pH yang bervariasi, mulai dari pH 7 sampai dengan pH 12. Kemudian ditambahkan larutan asetilaseton 60 ppm 10 mL dan kloroform sebanyak 5,0 mL.

Setelah semua pereaksi telah dimasukkan ke dalam corong pisah, dilakukan pengocokan untuk semua corong pisah dengan alat pengocok EYELA MMS-3000 selama 1 jam dengan kecepatan 157 rpm pada suhu ruang. Gambar 3.4 menunjukkan set alat pengocok.



Gambar 3.4 Set alat pengocok yang digunakan untuk ekstraksi

Setelah pengocokan, fasa air dan fasa organik dipisahkan. Fasa air diukur konsentrasi logamnya dengan menggunakan AAS.

Untuk logam Cr(III), pengaruh pH terhadap ekstraksi dapat diketahui dengan cara yang sama seperti mengetahui pengaruh pH logam Cu(II), namun dengan rentang variasi pH 4 sampai dengan pH 9.

3.4.4 Pengaruh Asetilaseton Terhadap Ekstraksi

Pengaruh konsentrasi asetilaseton pada ekstraksi logam Cu(II) dilakukan dengan memasukkan larutan logam Cu(II) sebanyak 10,0 mL dan larutan penyangga pH 12 sebanyak 5,0 mL ke dalam corong pisah 100 mL. Kemudian ditambahkan larutan asetilaseton dengan variasi konsentrasi 20, 40, 60, 80, dan 100 ppm sebanyak 10,0 mL dan kloroform 5,0 mL.

Setelah semua pereaksi dimasukkan ke dalam corong pisah, dilakukan pengocokan untuk semua corong pisah dengan alat pengocok EYELA MMS-3000 selama 1 jam dengan kecepatan putaran 157 rpm pada suhu ruang. Setelah pengocokan, fasa air dan fasa organik dipisahkan. Fasa air diukur konsentrasi logamnya dengan menggunakan AAS.

Untuk mengetahui pengaruh asetilaseton terhadap ekstraksi logam Cr(III) dilakukan dengan cara yang sama dengan cara untuk mengetahui pengaruh konsentrasi asetilaseton untuk logam Cu(II), namun untuk ekstraksi logam Cr(III) pH yang digunakan adalah pH 8.

3.4.5 Karakterisasi Senyawa Kompleks [Cu(acac)₂] dan [Cr(acac)₃]

Karakterisasi untuk senyawa kompleks [Cu(acac)₂] dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, AAS, FTIR dan TG-DTA terhadap senyawa kompleks yang telah dimurnikan dengan cara rekristalisasi. Penentuan kemurnian kristal dilakukan dengan uji titik leleh.

Karakterisasi menggunakan spektrofotometer UV-Vis, dilakukan dengan melarutkan terlebih dahulu kristal senyawa kompleks $[\text{Cu}(\text{acac})_2]$ dalam 100 mL kloroform. Larutan tersebut kemudian dilakukan pemindaian pada daerah 400 - 800 nm. Karakterisasi senyawa kompleks $[\text{Cu}(\text{acac})_2]$ menggunakan FTIR dilakukan dengan menggunakan metode pelet KBr dari bilangan gelombang $4000 - 500 \text{ cm}^{-1}$, dan untuk karakterisasi kestabilan senyawa kompleks terhadap suhu, dilakukan dengan metode Termogravimetri Analisis.

Karakterisasi terhadap logam Cr(III) dilakukan dengan cara yang sama seperti pengujian logam Cu(III).