

BAB III

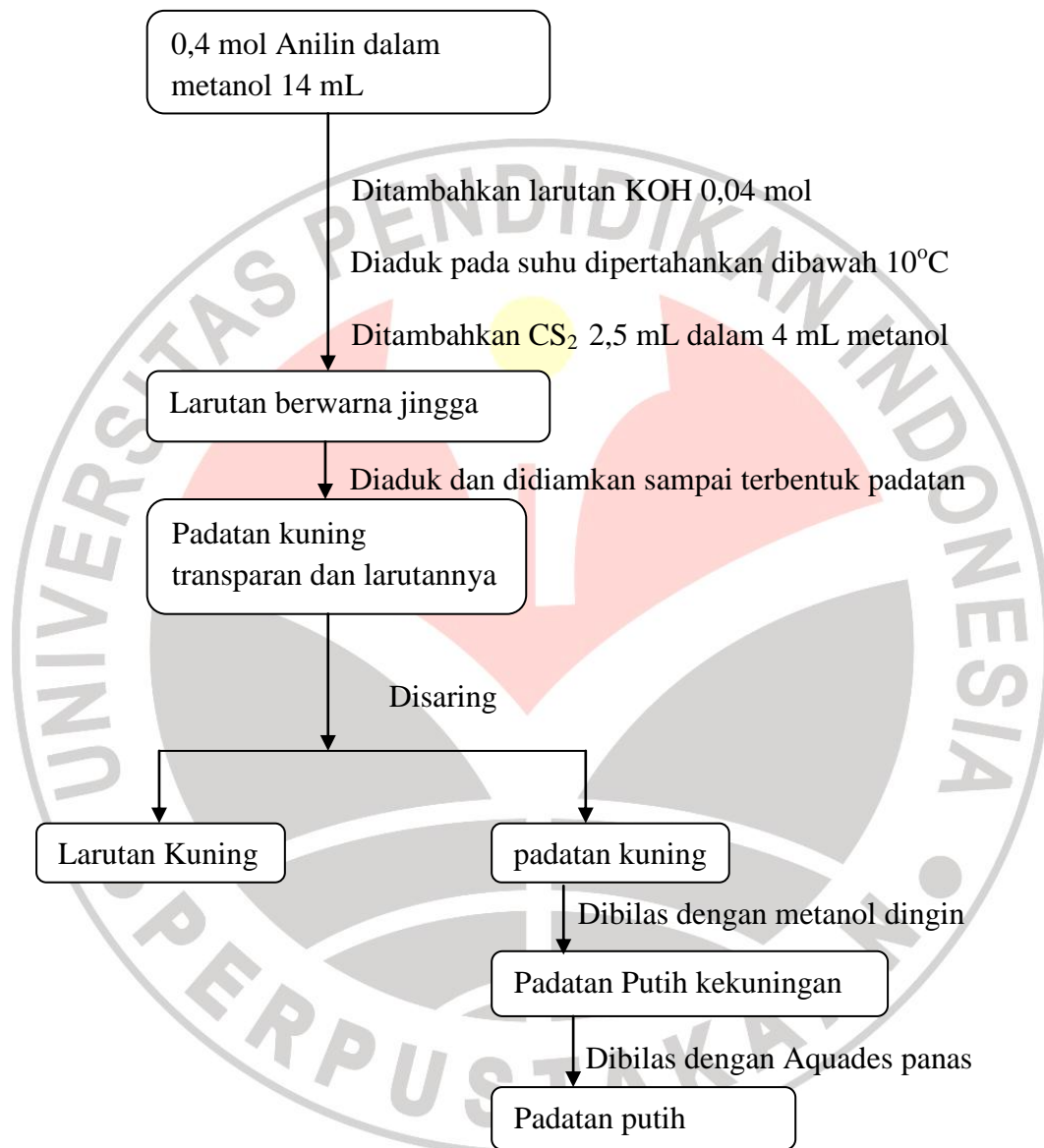
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

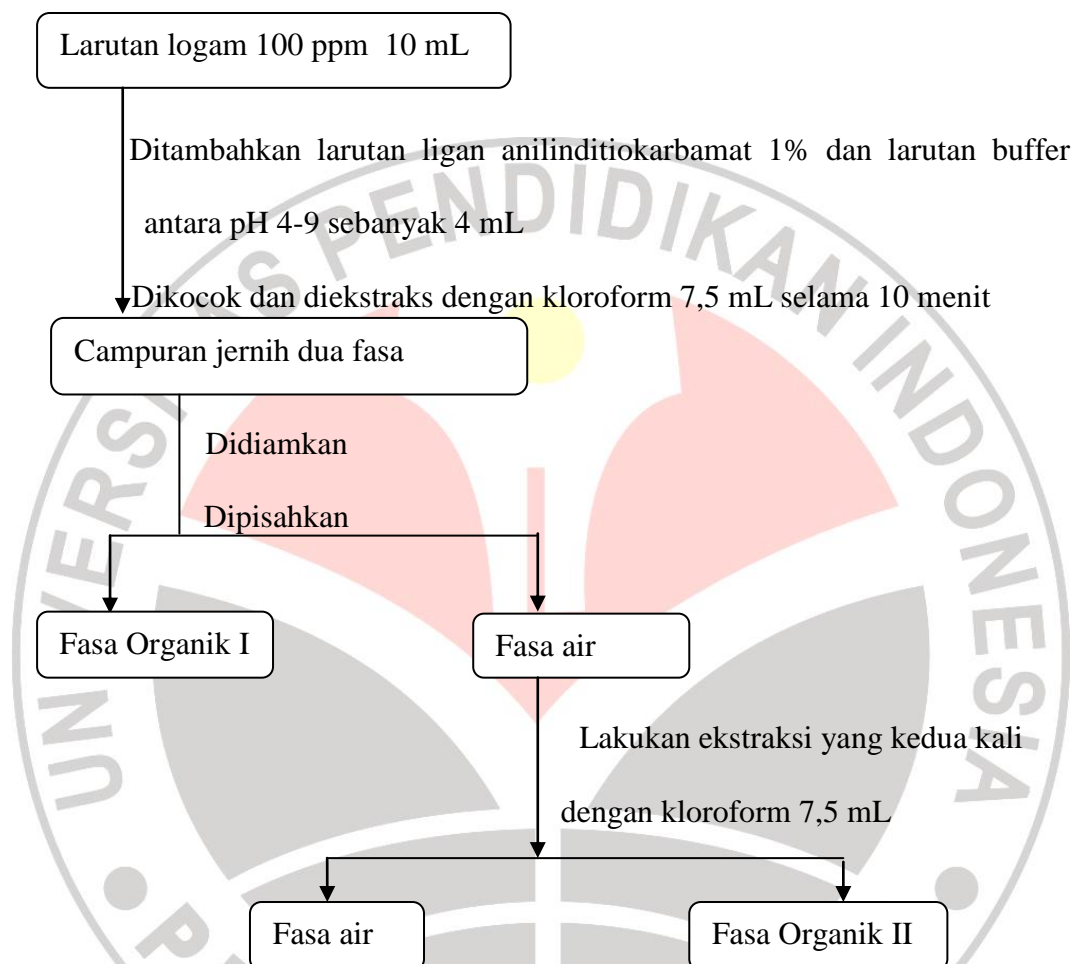
Penelitian dilaksanakan dari bulan Juni tahun 2012 – Januari 2013 di Laboratorium Riset Kimia dan Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia. Beberapa analisis hasil penelitian dilakukan di Laboratorium ITB dan UNPAD.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk preparasi ligan anilinditiokarbamat, kemudian mengkarakterisasi sifat kimia maupun fisika dan untuk aplikasinya dilakukan ekstraksi. Pada proses preparasi ligan anilinditiokarbamat, hasil ligan yang diperoleh seharusnya berwarna putih menyerupai kristal dimana pada preparasi ini hasilnya berbeda yaitu berupa padatan kuning. Hal ini bisa dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir preparasi Anilinditiokarbamat



Gambar 3.2 Diagram alir Ekstraksi dengan ligan Anilinditiokarbamat

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk sintesis ligan dan karakterisasi adalah gelas kimia, tabung vial, gelas ukur, spatula, batang pengaduk, tabung reaksi, pipet, pipet volumetri, ball pipet, magnetik stirer, vibrator ultrasonik, termometer, corong Pisah, plastik wrap, labu ukur, plat tetes, botol coklat, pengocok, aluminium foil, kertas saring, statif dan klep.

Vera Mufsiroh, 2013

Praparasi Ligan Anilinditiokarbamat Sebagai Pengompleks Logam Transisi Melalui Ekstraksi Cair-Cair

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu

Peralatan yang digunakan untuk karakterisasi ligan adalah set alat spektroskopi FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400), XRD, HPLC dan UV-VIS. Adapun untuk mengukur kadar logam hasil ekstraksi adalah set alat AAS.

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Karbon disulfida, Anilin, Aquades, Aseton, kalium hidroksida, Natrium asetat, larutan logam krom dari logam kromium (III) klorida, larutan logam tembaga dari logam tembaga (II) nitrat, larutan logam kobal dari logam kobal (II) klorida dan larutan logam nikel dari logam nikel (II) klorida, Asam asetat, Metanol, Kloroform, Petroleum eter, Heksana, dan Etil asetat.

3.4 Preparasi

3.4.1 Preparasi Ligan Anilinditiokarbamat

Sebanyak 0,4 mol anilin dilarutkan kedalam 14 mL metanol, kemudian ditambahkan kalium hidroksida 0,04 mol dalam metanol kemudian diaduk secara konstan. Reaksi dipertahankan dibawah 10°C. Kemudian tambahkan karbon disulfida 0,04 mol sebanyak 2,5 mL dalam metanol, diaduk dan didiamkan dalam suhu ruangan sampai campuran tersebut terbentuk padatan, jika terbentuk padatan bilas dengan metanol kemudian rekristalisasi dengan aquades panas.

3.4.2 Pembuatan Larutan Logam Krom, Tembaga, Kobalt, dan Nikel

3.4.2.1 Pembuatan Larutan Logam Standar Kromium, Tembaga, Kobal, dan Nikel 1M

Masing-masing logam ditimbang sebanyak 0,5 gram, kemudian dilarutkan ke dalam aquades sebanyak 100 mL, diaduk sampai semua logam larut dalam air. Setelah itu, larutan logam standar diambil sebanyak 1 mL, kemudian dilarutkan dalam 100 mL aquades, setelah itu diamsukan dalam labu ukur 100 mL, dikocok perlahan.

3.4.3 Pembuatan Larutan Buffer

Sebanyak 4,0824 gram serbuk natrium asetat ditimbang untuk membuat buffer dengan pH 4, setelah itu larutkan kedalam aquades sebanyak 100 mL, aduk sampai semua natrium asetat larut, kemudian buffer diukur pH nya dengan pHmeter sampai pH nya 4. Lakukan hal yang sama untuk membuat larutan buffer 5,6, 7, 8 dan 9.

3.5 Karakterisasi Ligan Anilinditiokarbamat

3.5.1 Uji Kelarutan

Masing-masing tabung reaksi diberi ligan dalam bentuk padatan, kemudian ditambahkan masing-masing sebanyak 10 mL pelarut. Pelarut yang dipakai yaitu etil asetat, metanol, kloroform, petroleum eter, heksana, aseton. Kemudian diaduk menggunakan ultrasonik vibrator selama 5 menit.

3.5.2 Uji Titik Leleh

Uji titik leleh dilakukan dengan cara memasukkan ligan anilin ditiokarbamat ke dalam pipa kapiler yang diletakkan dalam alat *melting point*, kemudian diamati saat ligan meleleh pertama kali dan ketika ligan meleleh seluruhnya.

3.5.3 Uji Nyala Unsur Kalium pada Ligan Anilinditiokarbamat

Kalium adalah logam putih perak yang lunak. Logam ini melebur pada 63,5°C, cepat teroksidasi dalam udara lembab. Logam itu menguraikan air dengan dahsyat, sambil melepaskan hidrogen dan terbakar dengan nyala lembayung.

Uji titik nyala dilakukan dengan cara memasukan ligan kedalam kawat krom yang sudah dibilas dengan HCl, kemudian dibakar dengan bunsen, nyala api dari ligan anilin ditiokarbamat dilihat dengan menggunakan kaca kobalt.

3.5.4 Karakterisasi Ligan dengan UV-VIS, HPLC, FTIR, dan XRD

Ligan yang terbentuk dikarakterisasi dengan menggunakan beberapa metode, antarlain :

1. Karakterisasi spektroskopi dengan menggunakan UV-VIS, FTIR, dan XRD.
2. Karakterisasi kromatografi dengan menggunakan HPLC.

3.6 Aplikasi Ekstraksi Anilinditiokarbamat untuk Variabel pH

Sebanyak 10 mL larutan yang mengandung 100 ppm logam transisi dimasukkan kedalam corong pisah , kemudian ditambahkan 1 mL larutan ligan anilinditiokarbamat 1%, setelah itu ditambahkan buffer antara pH 4-9 sampai volume campuran mencapai 15 mL. Dikocok selama 1 menit, kemudian campuran ditambahkan kloroform sebanyak 7,5 ml dan dikocok selama 10 menit, kemudian didiamkan sampai terbentuk dua fasa, setelah itu diambil bagian fasa organiknya. Setelah itu, corong pisah yang masih terdapat fasa air ditambahkan kembali kloroform sebanyak 7,5 ml dan dikocok selama 10 menit, didiamkan dan dipisahkan kembali fasa air dan organiknya.