

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

### **3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Riset Material dan Hayati serta Laboratorium Instrumen Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indoneisa dan pengujian AAS dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik ITB. Penelitian ini dilakukan selama tujuh bulan yang terhitung sejak bulan januari hingga bulan juli 2017.

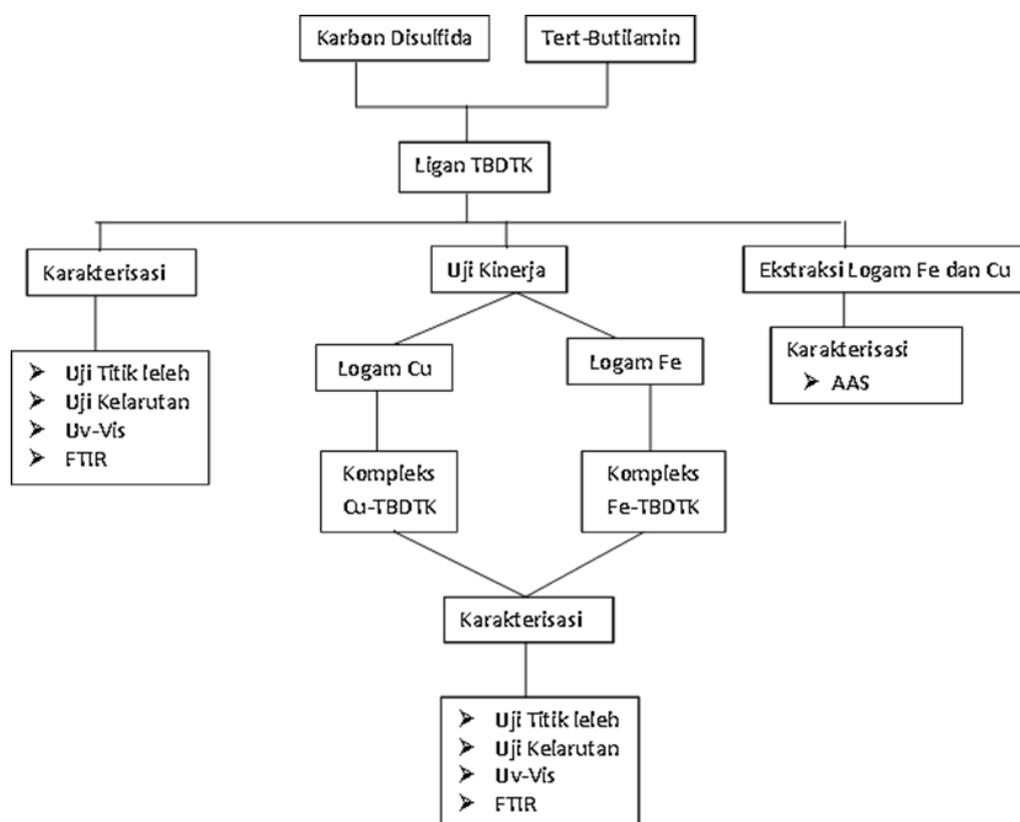
### **3.2. Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas diantaranya yaitu: gelas kimia, gelas ukur, corong kaca, corong pisah, batang pengaduk, botol kaca, tabung reaksi, kaca arloji, pipet tetes, dan pipet gondok. Selain itu, alat lain yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *magnetic stirrer*, *stirrer*, termometer, neraca analitik, desikator, pH meter, penangas es, serta alat *multishaker*. Hasil sintesis ligan dan kompleks dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis, dan FTIR. Sedangkan, hasil ekstraksi dianalisis menggunakan spektrofotometri AAS.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini tersier butilamin, karbon disulfida, metanol, etil asetat, kloroform, n-heksana, tembaga sulfat pentahidrat, besi klorida heksahidrat, asam sitrat, natrium sitrat, natrium fospat, natrium hidroksida, natrium klorida, ammonium hidroksida, asam nitrat, serta aquades. Semua bahan yang digunakan tersedia di Laboratorium Riset Material dan Hayati Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia. Semua bahan tersebut berkualitas *pro analysis* dan berasal dari Merck, Aldrich, dan Sigma.

### 3.3. Prosedur Penelitian

Penelitian penggunaan tersier butil ditiokarbamat (TBDTK) pada ekstraksi pelarut ion logam besi dan tembaga dilakukan melalui tiga tahap (dapat lihat pada gambar 3.1) yaitu pembuatan ligan TBDTK, pembuatan kompleks logam-TBDTK, dan ekstraksi. Karakterisasi ligan dan kompleks yang dihasilkan dilakukan menggunakan instrumen spektrofotometri UV-VIS dan FTIR. Sedangkan, penentuan kadar logam hasil ekstraksi dilakukan dengan menggunakan instrumen AAS.



**Gambar 3. 1** Bagan alir Penelitian Sintesis, Karakterisasi, dan Penggunaan Tersier Butil Ditiokarbamat Pada Ekstraksi Pelarut Ion Logam Besi Dan Tembaga.

Dari gambar 3.1 menunjukkan urutan dari prosedur penelitian yang dilakukan. Penjelasan yang lebih lengkap mengenai tahapan-tahapan tersebut dijelaskan dalam uraian-uraian berikut.

### 3.3.1. Pembuatan Ligan TBDBTK

Prosedur pembuatan TBDBTK yang dilakukan sesuai dengan prosedur Mathur, dkk (2005). Sebanyak 12,5 mL tert-butilamin dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah diset dengan penangas es. Kemudian ditambahkan metanol 20 mL lalu diaduk. Selanjutnya, karbon disulfida sebanyak 7,5 mL ditambahkan dalam campuran yang dilanjutkan dengan dilakukannya pengadukan selama 30 menit. Setelah itu, pengadukan dilakukan kembali pada suhu ruang dengan mengeluarkan gelas kimia dari penangas es. Pengadukan dilakukan selama 2 jam. Setelah itu, didiamkan sampai terbentuk endapan putih. Endapan putih yang dihasilkan dimurnikan dan dilakukan pengeringan. Selanjutnya endapan dikarakterisasi.

Ligan TBDBTK yang dihasilkan di uji sifat fisis melalui uji titik leleh dan uji sifat kimia ligan terhadap logam dengan ditambahkan larutan logam tetes demi tetes dalam plat tetes. Analisis gugus kromofor ligan dilakukan menggunakan instrumen UV-Vis dan analisis gugus fungsi ligan dilakukan menggunakan instrumen FTIR. Selain itu, dilakukan uji kelarutan dalam berbagai pelarut yang memiliki sifat kepolaran yang berbeda, dari pelarut yang bersifat polar hingga yang bersifat non polar. Pelarut yang digunakan yaitu air, metanol, etil asetat, kloroform, dan n-heksana.

### 3.3.2. Pembuatan Kompleks Logam-TBDBTK

Logam yang dipilih dalam pembuatan senyawa kompleks ini adalah logam Cu (II) dalam  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dan logam Fe(III) dalam  $\text{FeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Pembuatan kompleks logam dilakukan dengan cara,  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ditimbang sebanyak 0,7479 gram dilarutkan dalam 10 mL aquades kemudian ditambahkan TBDBTK yang telah dilarutkan dalam metanol (1.1184 gram TBDBTK dalam 10 mL metanol). Perbandingan mmol TBDBTK dan logam  $\text{Cu}^{2+}$  dibuat dengan perbandingan 2:1.

Setelah itu, dilakukan pengadukan pada campuran menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit lalu diamkan hingga membentuk suatu endapan. Endapan yang terbentuk kemudian disaring, dan dilakukan pencucian menggunakan aquades lalu dikeringkan. Setelah mongering, endapan dimurnikan menggunakan pelarut yang sesuai (kloroform) kemudian dilakukan pengeringan kembali. Endapan siap dikarakterisasi.. Lakukan kembali, pada pembuatan kompleks Fe-TBDTK. Akan tetapi, perbandingan Fe:ligan dibuat dengan perbandingan 1:3.

Logam-TBDTK TBDTK yang dihasilkan di uji sifat fisis melalui uji titik leleh dan analisis gugus kromofor ligan dilakukan menggunakan instrumen UV-Vis dan analisis gugus fungsi ligan dilakukan menggunakan instrumen FTIR. Selain itu, dilakukan uji kelarutan dalam berbagai pelarut yang memiliki sifat kepolaran yang berbeda, dari pelarut yang bersifat polar hingga yang bersifat non polar. Pelarut yang digunakan yaitu air, metanol, etil asetat, kloroform, dan n-heksan.

### 3.3.3. Ekstraksi Logam

#### 3.3.3.1. Preparasi Larutan

Larutan logam Cu dibuat dengan melarutkan  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0.079 gr dilarutkan ke dalam aquades dan ditandabatkan hingga 100 mL untuk membuat larutan Cu 200 ppm. Kemudian di encerkan kembali hingga 100 ppm. Sedangkan, larutan logam Fe dibuat dengan melarutkan  $\text{FeCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  sebanyak 0.193 gr dilarutkan ke dalam aquades dan ditandabatkan hingga 100 mL untuk membuat larutan Fe 800 ppm. Kemudian di encerkan kembali hingga 100 ppm.

Larutan ligan dibuat sebanyak 4 variasi konsentrasi. Variasi ini dibuat berdasarkan perbandingan antara konsentrasi larutan logam dengan konsentrasi larutan ligan. Perbandingan konsentrasi dibuat dengan perbandingan 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4 (Logam-TBDTK). Massa TBDTK yang ditimbang untuk membuat perbandingan konsentrasi tersebut yaitu sebanyak 0.023 (1); 0.047 (2); 0.07 (3); dan 0,094 (4) gram TBDTK yang kemudian dilarutkan dalam 100 mL etil asetat.

#### 3.3.3.2. Ekstraksi dengan Variasi pH

Ekstraksi pada penentuan kadar logam dilakukan dengan memperhatikan beberapa variabel yang mempengaruhi % efisiensi ekstraksi. Variabel pertama

yang dipelajari adalah pH ekstraksi. Ke dalam gelas kimia dimasukkan larutan logam Cu (II) 100 ppm sebanyak 4 mL kemudian ditambahkan 2.5 mL larutan *buffer* (*buffer* yang ditambahkan disesuaikan dengan variasi pH yang diinginkan. pH 3; 5; 7; 9; dan 11). Selanjutnya, larutan logam dengan pH yang sesuai dimasukkan ke dalam corong pisah lalu ditambahkan 4 ml larutan ligan TBDTK 467,86 ppm, dan diaduk selama 60 menit menggunakan alat pengaduk *multishaker*. Campuran yang telah diaduk kemudian didiamkan selama 5 menit dan setelah itu dipisahkan antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa airnya digunakan untuk pengukuran kadar logam menggunakan spektrofotometri AAS. Tahapan ekstraksi pada logam Fe sama dengan tahapan ekstraksi pada logam Cu.

#### 3.3.3.3. Ekstraksi dengan Variasi Konsentrasi Ligan

Variabel kedua yang dipelajari yaitu variabel konsentrasi TBDTK yang ditambahkan pada ekstraksi. Ke dalam gelas kimia dimasukkan larutan logam Cu (II) 100 ppm sebanyak 4 mL kemudian ditambahkan 2.5 mL larutan *buffer* (*buffer* yang ditambahkan disesuaikan dengan kondisi pH optimum. Selanjutnya, larutan logam dengan pH yang sesuai dimasukkan ke dalam corong pisah lalu ditambahkan 4 mL larutan ligan TBDTK (variasi konsentrasi Cu:TBDTK, 1:1, 1:2, 1:3, dan 1:4) dan diaduk selama 30 menit menggunakan alat *multishaker*. Larutan campuran yang telah diaduk kemudian didiamkan selama 5 menit dan setelah itu dipisahkan antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa airnya digunakan untuk pengukuran kadar logam menggunakan spektrosfotometri AAS. Tahapan ekstraksi pada logam Fe sama dengan tahapan ekstraksi pada logam Cu.

#### 3.3.3.4. Pengaruh Jenis Pengekstrak

Variabel ketiga yang dipelajari yaitu pengaruh jenis pengekstraks yang digunakan dalam ekstraksi. Ke dalam gelas kimia dimasukkan larutan logam Cu (II) 100 ppm sebanyak 4 mL kemudian ditambahkan 2.5 mL larutan *buffer* (*buffer* yang ditambahkan disesuaikan dengan kondisi pH optimum. Selanjutnya, larutan logam dengan pH yang sesuai dimasukkan ke dalam corong pisah lalu ditambahkan 4 mL larutan ligan TBDTK dengan konsentrasi optimum (ligan dilarutkan dalam etil asetat) dan diaduk selama 30 menit menggunakan alat *multishaker*. Larutan campuran yang telah diaduk kemudian didiamkan selama 5

menit dan setelah itu dipisahkan antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa airnya digunakan untuk pengukuran kadar logam menggunakan spektrofotometri AAS. Tahapan ekstraksi pada logam Fe sama dengan tahapan ekstraksi pada logam Cu.