

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan dari bulan Juni sampai dengan Agustus 2011 di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis dengan IR dan UV-Vis dilakukan di Laboratorium Biomas Universitas Lampung.

#### B. Alat dan Bahan

##### 1. Alat-alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah spektroskopi IR merk *VARIAN 2000 Scimitar Series*, spektroskopi UV- Vis merk *VARIAN CARY 50 Probe*, penekan *hydraulic*, cawan, desikator, neraca analitik, *magnetic stirrer*, dan alat-alat gelas yang umum digunakan di laboratorium.

##### 2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain :  $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , KCN, etanol 95 %, etilendiamin (en),  $\text{HNO}_3$  pekat, serbuk tembaga, Dimetil Sulfoksida (DMSO), *powder* zeolit Lampung, dan akuabides.

## C. Cara Kerja

### 1. Sintesis Kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O

Sintesis kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dibagi menjadi dua tahap sintesis.

Tahap pertama merupakan sintesis [Co(CN)<sub>2</sub>].6H<sub>2</sub>O dan tahap kedua merupakan sintesis *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O. Metode yang digunakan untuk sintesis adalah hasil modifikasi metode penelitian Fangfang *et al.* (2003) dimana fenantrolin (phen) diganti dengan etilendiamin (en).

#### a. Sintesis Senyawa [Co(CN)<sub>2</sub>].6H<sub>2</sub>O

Kompleks ini disintesis dengan mencampurkan larutan yang mengandung 2,378 gram (0,01 mol) CoCl<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O dalam 15 mL akuabides hangat dan larutan yang mengandung 1,43 gram (0,022 mol) KCN dalam 10 mL akuabides hangat.

Campuran tersebut diaduk dengan *magnetic stirrer* (Fangfang *et al.*, 2003) kemudian disaring, dicuci dengan akuabides, dikeringkan dan ditimbang sampai beratnya konstan. Selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan IR.

#### b. Sintesis *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O

Kompleks ini disintesis dengan menambahkan padatan [Co(CN)<sub>2</sub>].6H<sub>2</sub>O (1,64 gram; 0,0075 mol) hasil sintesis dalam larutan yang mengandung etilendiamin (1,2 mL; 0,018 mol) dalam 120 mL etanol 95 %. Campuran tersebut diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam, kemudian dievaporasi ± 5 hari sampai terbentuk endapan, kemudian dicuci dengan etanol 95 %, dikeringkan dan

ditimbang sampai beratnya konstan (Fangfang *et al.*, 2003). Selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR dan UV-Vis.

## **2. Karakterisasi Kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O**

### **a. Karakterisasi Senyawa [Co(CN)<sub>2</sub>].6H<sub>2</sub>O**

#### **Penentuan Gugus Fungsi**

Untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa kompleks [Co(CN)<sub>2</sub>].6H<sub>2</sub>O dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR.

### **b. Karakterisasi Kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O**

#### **Penentuan Spektrum Serapan**

Sebanyak 0,0015 gram kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 5 mL DMSO ( $1,12 \times 10^{-3}$  M) kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada selisir panjang gelombang 400-700 nm (Mastuti, 2008).

#### **Penentuan Gugus Fungsi**

Untuk mengetahui gugus fungsi dari senyawa kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR.

### 3. Pembuatan Adsorben dari Campuran Senyawa Kompleks *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dengan Zeolit Lampung

Zeolit Lampung dibuat *pellet* dengan menggunakan cetakan *stainless steel* berukuran 3 x 3 cm dengan ketebalan ± 3 mm kemudian ditekan menggunakan penekan *hydraulic* dengan tekanan tetap. Setelah terbentuk, kompleks ditebarkan secara merata di atas permukaan matriks pendukung dengan perbandingan seperti pada Tabel 5 berikut (b/b):

Tabel 5. Perbandingan komposisi kompleks dan matriks pendukung.

No	Kompleks <i>cis</i> -[Co(en) <sub>2</sub> (CN) <sub>2</sub> ].2H <sub>2</sub> O (gram)	Matriks Pendukung Zeolit Lampung (gram)
1	0	2
2	0,1	2
3	0,3	2
4	0,5	2
5	1	0

Setelah itu campuran ditekan kembali sehingga terbentuk *pellet* yang siap digunakan sebagai adsorben gas NO<sub>2</sub>.

### 4. Karakterisasi Adsorben

#### a. Penentuan Gugus Fungsi

Untuk mengetahui gugus fungsi dari campuran *cis*-[Co(en)<sub>2</sub>(CN)<sub>2</sub>].2H<sub>2</sub>O dan zeolit Lampung dengan menggunakan spektrofotometer IR.

### 5. Uji Kemampuan Adsorpsi

Campuran kompleks dan Zeolit Lampung yang berbentuk *pellet* kemudian diuji kemampuan adsorpsinya terhadap gas NO<sub>2</sub>. Gas NO<sub>2</sub> dibuat dengan

mencampurkan 0,38 gram (0,006 mol) Cu dalam 1,9 mL (0,03 mol) HNO<sub>3</sub> pekat. Kemudian *pellet* diletakkan dibagian tengah desikator. Adsorpsi NO<sub>2</sub> akan merubah intensitas warna *pellet* dari coklat tua menjadi coklat kemerahan (Apriani, 2009). Adsorpsi gas NO<sub>2</sub> ini dilakukan dengan rentang waktu ± 48 jam.

## **6. Karakterisasi Adsorben Hasil Interaksi dengan Gas NO<sub>2</sub>**

### **a. Penentuan Spektrum Serapan**

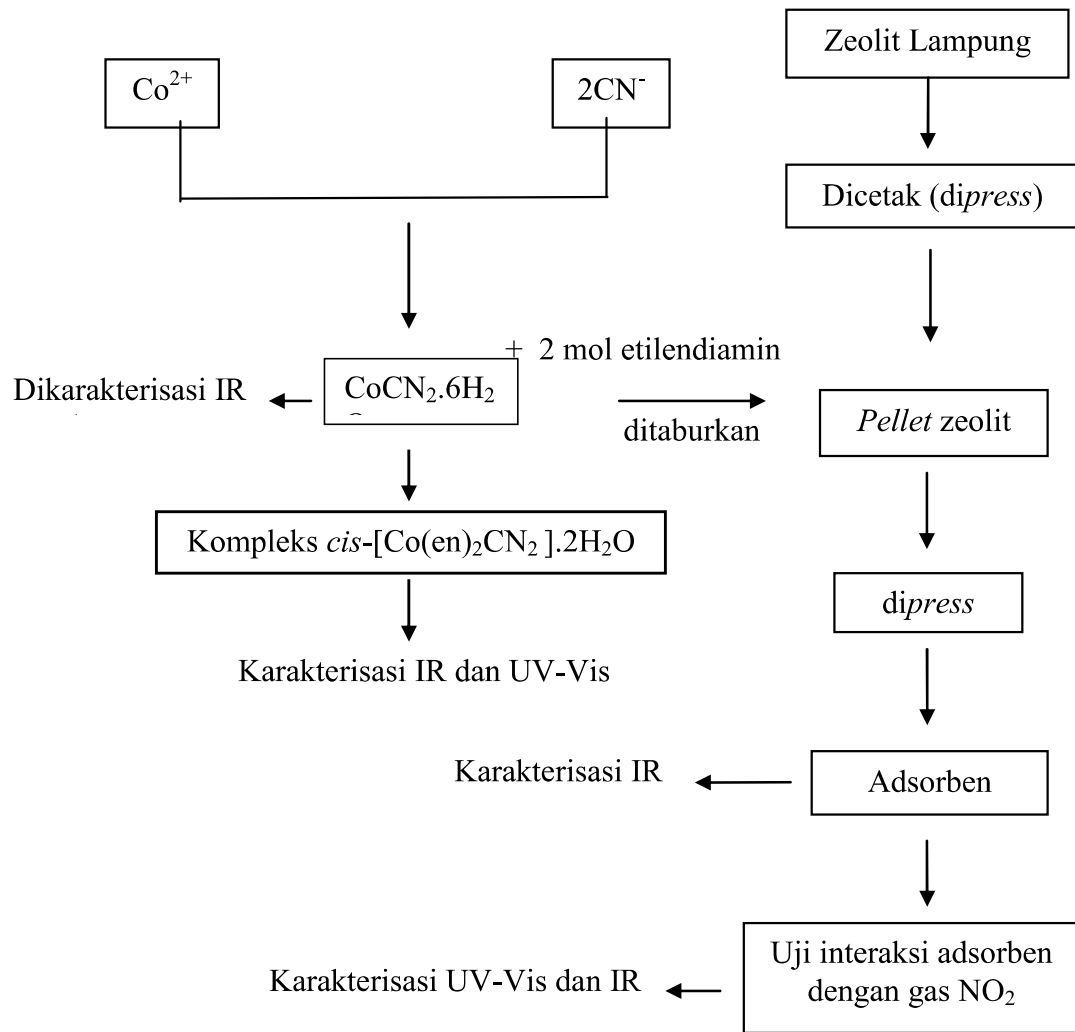
Setelah diinteraksikan dengan gas NO<sub>2</sub>, setiap sampel dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis pada selurus panjang gelombang 400-700 nm (Mastuti, 2008).

### **b. Penentuan Gugus Fungsi**

Untuk mengetahui gugus fungsi dari adsorben yang telah diinteraksikan dengan gas NO<sub>2</sub> dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer IR.

## **7. Skema Alur Kerja Penelitian**

Untuk lebih memudahkan metodologi penelitian ini dapat dilihat pada skema alur kerja penelitian pada Gambar 6 berikut.



Gambar 6. Skema alur kerja penelitian