

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung pada bulan Mei sampai Juli 2015. Untuk identifikasi menggunakan Spektrofotometer IR dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Gajah Mada. Selain itu, telah dilakukan analisis menggunakan instrumen PSA (Coulter LS 1000) dan instrumen SEM (Jeol JSM-6360la) di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, yaitu alat-alat gelas, *waterbath*, botol-botol plastik, pengaduk magnet, oven, pH universal, neraca analitik merek Airshwoth AA-160, Spektrofotometer IR, Mikroskop Optik, *Particle Size Analyzer* (PSA) Coulter LS 1000, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Jeol JSM-6360la.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu CaCl_2 anhidrat, Na_2CO_3 , akuades, aseton, kertas saring, serta senyawa ekstrak kulit buah manggis.

C. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Ekstrak Kulit Buah Manggis

Ekstrak kulit buah manggis dibuat dengan cara memotong kecil-kecil kulit buah manggis yang masih basah kemudian dikeringkan selama 2 hari dengan sinar matahari. Setelah itu dikeringkan dalam oven selama 4 jam sehingga dihasilkan kulit manggis yang benar-benar kering. Kulit manggis yang sudah kering tersebut digiling untuk menghasilkan serbuk kulit manggis. Selanjutnya dibuat larutan kulit buah manggis tersebut dengan konsentrasi 1000 ppm. Sebanyak 1 gram serbuk kulit buah manggis dilarutkan dengan akuades sehingga dihasilkan larutan dengan volumenya mencapai 1 liter dalam gelas bejana. Larutan tersebut diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2-3 jam dengan suhu 90°C kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring. Larutan yang telah disaring tersebut adalah ekstrak dari kulit buah manggis yang kemudian diukur nilai pH-nya menggunakan pH universal. Untuk mengetahui kandungan yang terdapat pada kulit buah manggis, dilakukan analisis gugus fungsi menggunakan spektrofotometer IR.

2. Preparasi Bibit Kristal

Bibit kristal dibuat dengan mencampurkan larutan CaCl_2 anhidrat 1 M dan larutan Na_2CO_3 1 M masing-masing dalam 50 mL akuades. Campuran diaduk hingga mengendap sempurna. Kemudian endapan dipisahkan melalui proses penyaringan menggunakan kertas saring. Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades dan dicuci kembali dengan aseton untuk menghilangkan sisa-sisa cairan induk dan kotoran, kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 105°C . Prosedur ini diulang beberapa kali sampai diperoleh jumlah bibit kristal sebanyak 100 gram dan cukup untuk melakukan prosedur berikutnya. Selanjutnya kristal ini akan digunakan sebagai bibit kristal yang akan diamati pertumbuhannya (Suharso dkk., 2007).

3. Pengujian Ekstrak Kulit Buah Manggis Sebagai Inhibitor dalam Pengendapan Kristal CaCO_3

Tahapan untuk menguji ekstrak kulit buah manggis sebagai inhibitor dalam pengendapan kristal CaCO_3 dengan metode *seeded experiment* dilakukan dengan rangkaian percobaan sebagai berikut:

a. Penentuan Laju Pertumbuhan CaCO_3 Tanpa Inhibitor pada Konsentrasi Larutan Pertumbuhan yang Berbeda dengan (Metode *Seeded Experiment*)

Larutan pertumbuhan dibuat dari larutan 0,075 M CaCl_2 dan larutan 0,075 M Na_2CO_3 masing-masing dalam 200 mL akuades. Kemudian, setiap larutan diaduk hingga menjadi larutan yang homogen, masing-masing larutan CaCl_2 anhidrat

0,075 M dan larutan Na_2CO_3 0,075 M dicampurkan agar terbentuk kerak CaCO_3 dan diukur nilai pH-nya menggunakan pH universal. Lalu dimasukkan ke dalam 6 botol plastik masing-masing sebanyak 50 mL dan ditambahkan 200 mg bibit kristal. Setelah itu diletakkan dalam *waterbath* pada suhu 90°C selama 15 menit untuk mencapai kesetimbangan. Pengamatan dilakukan selama satu jam, pada waktu 15 menit pertama satu botol diambil, selanjutnya di ambil setiap 5 menit sekali dan pada botol yang terakhir sampai menit ke-40 untuk ditimbang berat kristal yang terbentuk dengan cara menyaring larutan dalam botol tersebut menggunakan kertas saring, lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 90°C . Percobaan ini diulang dengan variasi konsentrasi larutan CaCl_2 dan Na_2CO_3 sebesar 0,100 dan 0,125 M.

Endapan yang terbentuk ditimbang, kemudian dilakukan analisis morfologinya menggunakan mikroskop optik, instrumen SEM, dan distribusi ukuran partikel dalam endapannya menggunakan PSA.

b. Penentuan Laju Pertumbuhan CaCO_3 dengan Penambahan Inhibitor pada Konsentrasi Larutan Pertumbuhan yang Berbeda dengan (Metode *Seeded Experiment*)

Larutan pertumbuhan dibuat dengan cara melarutkan 0,075 M CaCl_2 dan 0,075 M Na_2CO_3 masing-masing dalam larutan ekstrak kulit manggis 50 ppm hingga mencapai volume 200 mL. Masing-masing larutan dimasukkan ke dalam gelas kimia dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 10-15 menit dengan suhu 90°C untuk menghomogenkan larutan. Selanjutnya, kedua larutan tersebut

dicampur agar terbentuk kerak CaCO_3 dan diukur nilai pH-nya menggunakan pH universal kemudian dimasukkan ke dalam 6 gelas plastik masing-masing 50 mL, dan ditambahkan bibit kristal sebanyak 200 mg, lalu diletakkan dalam *waterbath* pada suhu 90°C selama 10-15 menit untuk mencapai kesetimbangan. Pengamatan akan dilakukan selama 1 jam. Pada 15 menit pertama, satu botol diambil, selanjutnya botol diambil setiap 5 menit dan botol terakhir diambil saat menit ke-40. Kemudian larutan dalam botol tersebut disaring menggunakan kertas saring, dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 90°C selama 3-4 jam. Selanjutnya, endapan tersebut ditimbang untuk mengetahui berat kristal yang terbentuk. Percobaan ini diulang dengan variasi konsentrasi larutan CaCl_2 dan Na_2CO_3 sebesar 0,100 dan 0,125 M serta pada variasi konsentrasi inhibitor 50, 150 dan 250 ppm.

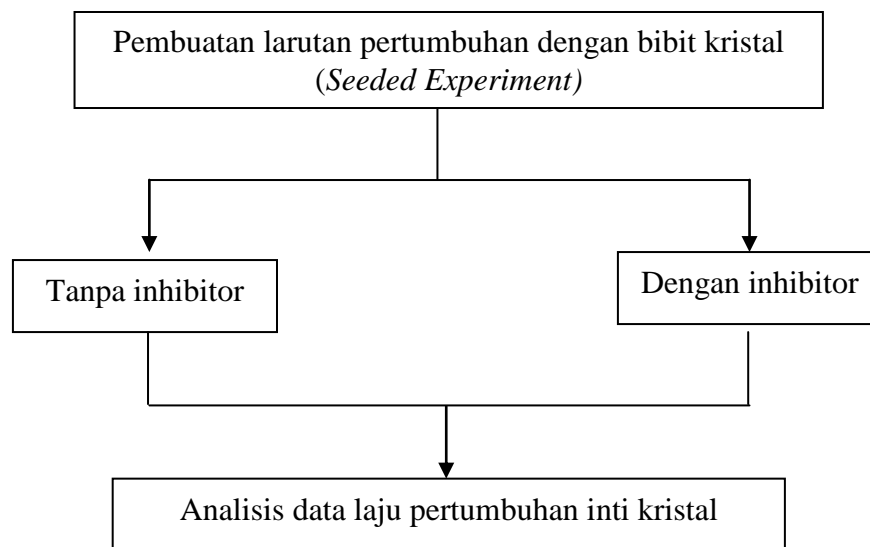
Endapan yang terbentuk ditimbang, kemudian dilakukan analisis kuantitatif untuk mengetahui konsentrasi inhibitor yang paling efektif sehingga dapat dilakukan analisis morfologinya menggunakan mikroskop optik, instrumen SEM, dan distribusi ukuran partikel dalam endapannya menggunakan PSA.

4. Analisa Data

Data yang diperoleh berupa jumlah endapan terhadap waktu dengan variasi konsentrasi larutan pertumbuhan dan variasi konsentrasi inhibitor, masing-masing akan diplot sebagai jumlah endapan terhadap waktu menggunakan Microsoft Excell. Nilai slope yang diperoleh dari masing-masing grafik merupakan

pertumbuhan kerak CaCO_3 . Morfologi kerak CaCO_3 sebelum atau sesudah penambahan inhibitor dianalisis menggunakan SEM. Perubahan ukuran partikel dari kelimpahan CaCO_3 pada masing-masing endapan dari setiap percobaan yang dilakukan juga dianalisis dengan PSA.

Secara keseluruhan penelitian ini terangkum dalam diagram alir penelitian yang ditunjukkan dalam Gambar 9.



Gambar 9. Diagram alir penelitian.