

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan April – Oktober 2012 di Laboratorium Kimia Anorganik Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis menggunakan SEM dilakukan di Pusat Survei Geologi (PPPGL) Bandung sedangkan analisis menggunakan PSA dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian Kimia (LIPI) Serpong dan analisis spektrofotometer IR dilakukan di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Gajah Mada.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini berupa alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, botol film, pengaduk magnet, kertas saring, neraca analitik (Airshwoth AA-160), *waterbath*, botol-botol plastik, vakum bucher, oven, SEM (Jeol JSM-63601a), PSA (Coulter LS 1000), dan spektrofotometer IR (Prestige-21 Shimadzu).

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah akuades, CaCl_2 anhidrat dari *chemical products*, Na_2CO_3 dari *chemical products*, dan ekstrak daun belimbing wuluh.

C. Prosedur Kerja

1. Pembuatan Ekstrak Daun Belimbing Wuluh

Ekstrak daun belimbing wuluh dibuat dengan cara menghaluskan daun belimbing wuluh yang sudah dikeringkan menggunakan oven. Sebanyak 100 gram serbuk daun belimbing wuluh dilarutkan dalam 1 liter akuades. Larutan tersebut diaduk menggunakan pengaduk magnet selama 2-3 jam, dengan suhu 80⁰C. Berdasarkan perlakuan tersebut, diperoleh ekstrak daun belimbing wuluh dengan konsentrasi 100.000 ppm. Kemudian filtrat diambil dengan menggunakan vakum bucher, setelah itu dianalisis dengan spektrofotometer IR.

2. Preparasi Bibit Kristal

Bibit kristal dibuat dengan melarutkan CaCl₂ anhidrat 1 M dalam 50 mL akuades dan dicampurkan dengan Na₂CO₃ 1 M yang sudah dilarutkan dalam 50 mL akuades. Campuran diaduk hingga mengendap sempurna. Kemudian endapan dipisahkan melalui proses penyaringan menggunakan kertas saring. Kristal dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa-sisa cairan induk dan kotoran. Kristal yang diperoleh dikeringkan dengan oven. Prosedur ini diulang beberapa kali sampai diperoleh jumlah bibit kristal sebanyak 50 gram dan cukup untuk melakukan prosedur berikutnya. Kristal yang terbentuk selanjutnya akan digunakan sebagai bibit kristal yang akan diamati pertumbuhannya (Suharso, dkk. 2009).

3. Pengujian Ekstrak Daun Belimbing Wuluh sebagai Inhibitor dalam Pengendapan Kristal CaCO_3 dengan Metode *Seeded Experiment*

Tahapan untuk menguji ekstrak daun belimbing wuluh sebagai inhibitor dalam pengendapan kristal CaCO_3 dengan metode *seeded experiment* dilakukan dengan rangkaian percobaan sebagai berikut:

a. Penentuan Laju Pengendapan CaCO_3 tanpa Inhibitor pada beberapa Variasi Konsentrasi

Larutan pertumbuhan dibuat dengan cara mencampurkan larutan 0,050 M CaCl_2 dalam 200 mL dengan larutan 0,050 M Na_2CO_3 dalam 200 mL.

Campuran diaduk dengan pengaduk magnet pada suhu 80°C . Kemudian ditempatkan ke dalam *waterbath* pada suhu 80°C selama 15 menit.

Larutan dituangkan ke dalam botol plastik sebanyak 8 buah botol plastik masing-masing sebanyak 50 mL, kemudian ditambahkan 200 mg bibit kristal. Botol-botol ini kemudian ditempatkan ke dalam *waterbath* pada suhu 80°C . Pengamatan dilakukan selama satu jam, dan setiap 5 menit satu botol diambil untuk ditimbang berat kristal yang terbentuk dengan cara menyaring larutan dalam botol tersebut menggunakan kertas saring.

Percobaan ini diulang dengan konsentrasi larutan yang berbeda yaitu 0,075 M dan 0,1 M. Endapan yang terbentuk ditimbang dan kemudian morfologinya dianalisis dengan SEM. Untuk menganalisis perubahan ukuran kristal, distribusi ukuran partikel dalam kelimpahan endapannya dilakukan dengan menggunakan PSA.

b. Penentuan Laju Pengendapan CaCO_3 dengan Penambahan Inhibitor pada Beberapa Variasi Konsentrasi

Larutan pertumbuhan dibuat dengan cara membuat larutan 0,050 M CaCl_2 dalam 200 mL inhibitor 50 ppm, serta membuat larutan 0,050 M Na_2CO_3 dalam 200 mL inhibitor dengan konsentrasi 50 ppm. Kemudian larutan dicampur dan diaduk dengan pengaduk magnet pada suhu 80°C .

Selanjutnya campuran larutan ditempatkan ke dalam *waterbath* pada suhu 80°C selama 15 menit. Larutan dituangkan ke dalam botol plastik sebanyak 8 buah botol plastik masing-masing sebanyak 50 mL, kemudian ditambahkan 200 mg bibit kristal. Botol-botol ini kemudian ditempatkan ke dalam *waterbath* pada suhu 80°C . Pengamatan dilakukan selama satu jam, dan setiap 5 menit satu botol diambil untuk ditimbang berat kristal yang terbentuk dengan cara menyaring larutan dalam botol tersebut menggunakan kertas saring. Percobaan ini diulang dengan beberapa variasi yaitu konsentrasi larutan 0,075 M dan 0,1 M serta konsentrasi inhibitor 100 ppm dan 250 ppm. Endapan yang terbentuk ditimbang dan kemudian morfologinya dianalisis dengan SEM. Untuk menganalisis perubahan ukuran kristal, distribusi ukuran partikel dalam kelimpahan endapannya dilakukan dengan menggunakan PSA.

4. Analisis Data

Data yang diperoleh berupa jumlah endapan terhadap waktunya dengan variasi konsentrasi larutan pertumbuhan dan variasi konsentrasi inhibitor, masing-masing diplot sebagai jumlah endapan terhadap waktu

menggunakan Microsoft Excel. Selanjutnya dapat disimpulkan efektivitas inhibitor dalam menghambat laju pembentukan kerak CaCO_3 . Efektivitas inhibitor dalam menghambat pembentukan kerak CaCO_3 dapat diketahui dari jumlah endapan yang dihasilkan. Morfologi CaCO_3 sebelum atau sesudah penambahan inhibitor dianalisis dengan SEM. Perubahan ukuran partikel dari kelimpahannya pada masing-masing endapan dari setiap percobaan yang dilakukan juga dianalisis dengan PSA. Distribusi ukuran partikel dari kelimpahannya akan memberikan petunjuk keefektifan inhibitor dalam menghambat laju pembentukan endapan CaCO_3 .