

## **BAB III**

### **METODA PENELITIAN**

#### **3.1 TUJUAN PENELITIAN**

1. Memberikan alternatif lain penanganan pengurangan kadar Silika terlarut dalam air dengan Magnesium
2. Menghambat terjadinya pembentukan kerak Silikat pada ketel uap.

#### **3.2 METODA EKSPERIMEN**

Metoda eksperimen yang digunakan pada penelitian ini adalah metoda kolorimetri dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS. Dalam penelitian ini spektrofotometer UV-VIS akan digunakan sebagai alat pengukur perubahan konsentrasi pada berbagai variabel yang telah ditetapkan untuk penentuan kondisi optimum.

#### **3.3 METODA ANALITIK**

Dalam penentuan kondisi optimum percobaan, eksperimen yang dilakukan melibatkan beberapa variabel, yaitu meliputi:

- variabel pH
- variabel konsentrasi Magnesium
- variabel waktu pengadukan

### 3.4 ALAT DAN BAHAN

#### 3.4.1 Alat

Alat-alat yang digunakan meliputi:

- neraca listrik
- pipet ukur 10 ml
- pipet ukur 25 ml
- labu takar 50 ml
- labu takar 100 ml
- labu takar 1000 ml
- botol-botol plastik
- corong gelas
- pipet mata
- gelas ukur 10ml
- pH meter
- magnetik stirer
- termometer 100°C
- spektronik-20
- kuvet
- buret
- statif dan klem

#### 3.4.2 Bahan sampel

Sampel air tanah diambil dari daerah di kecamatan Banyumanik, Semarang, Jawa Tengah.

#### 3.4.3 Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian meliputi, kelompok bahan pemroses sampel, bahan pengompleks dan bahan penguji kesadahan air. Bahan-bahan tersebut terdiri dari:

- MgO P A
- Ca(OH)<sub>2</sub> P A
- Ba(OH)<sub>2</sub> P A
- Aquabidest
- HNO<sub>3</sub> encer P A
- HCl 6 M P A
- (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoO<sub>7</sub> · 4H<sub>2</sub>O P A
- H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O P A
- Whatman 541
- EDTA P A
- EBT P A

### 3.5 METODA KERJA

#### 3.5.1 Pembuatan reagen pengompleks

##### a. HCl 6M

HCl 37% ( $\rho = 1,19 \text{ kg/l}$ ) 100 ml diencerkan dengan 100 ml aquabidest dalam botol plastik yang telah disiapkan dan kemudian diaduk secara perlahan hingga merata.

##### b. Ammonium Molibdat

Ammonium Molibdat 10 gr dilarutkan dengan aquabidest dalam labu takar 100 ml, kemudian diencerkan sampai tanda batas, dikocok hingga merata dan setelah itu didiamkan selama 24 jam. Endapan yang terbentuk disaring dan filtrat yang jernih disimpan dalam botol plastik.

##### c. Asam Oksalat

Asam Oksalat 10 gr dilarutkan dengan aquabidest dalam labu takar 100 ml dan kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan dikocok sampai seluruh padatan melarut dan disimpan dalam botol plastik.

#### 3.5.2 Pembuatan reagen penguji kesadahan

##### a. Larutan standar EDTA 0,01 M

EDTA 372,25 mg dilarutkan dengan aquabidest dalam labu takar 100 ml dan kemudian diencerkan sampai tanda batas.

##### b. Indikator EBT

EBT 0,2 gr dilarutkan ke dalam 20 ml Etanol

### 3.5.3 Penentuan panjang gelombang maksimum

Sampel air tanah 2 ml diencerkan dengan aquabidest dalam labu takar 50 ml sampai tanda batas. Larutan dipindahkan ke dalam botol plastik dan kemudian dikomplekskan dengan cara sebagai berikut: larutan sampel ditambah dengan 1 ml HCl dan 2 ml Ammonium Molibdat, dikocok secara hati-hati, lalu didiamkan selama 5 menit. Setelah itu ditambahkan lagi dengan 1,5 ml Asam Oksalat, dikocok sebentar dan didiamkan selama 2 menit. Kemudian larutan sampel yang sudah dikomplekskan tersebut diperiksa absorbansinya pada daerah panjang gelombang antara 690 nm-815 nm dengan spektronik-20. Tetapi sebelumnya terlebih dahulu dilakukan penentuan skala nol dengan mempergunakan larutan blangko. Daerah dengan panjang gelombang maksimum akan menunjukkan serapan yang maksimum pula (Snell, 1979).

### 3.5.4 Penentuan skala nol dengan larutan blangko

Aquabidest 50 ml ditambah dengan 1 ml HCl dan 2 ml Ammonium Molibdat, dikocok secara hati-hati dan didiamkan selama 5 menit. Setelah itu ditambah 1,5 ml Asam Oksalat, dikocok dan didiamkan 2 menit, kemudian digunakan untuk penentuan skala nol pada spektronik-20.

### 3.5.5 Pembuatan larutan standar Si

$\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  1,0114 gr dilarutkan dengan aquabidest dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan sampai tanda batas. Dari hasil pengenceran ini diperoleh larutan dengan

kadar 1000 ppm Si dan kemudian disimpan dalam botol plastik.

### **3.5.6 Pembuatan kurva larutan standar Si**

Mula-mula dibuat masing-masing 50 ml larutan standard Si yang mengandung 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, 10 ppm, 12 ppm dan 14 ppm. Kemudian satu per satu dari larutan standard di atas dikomplekskan dan sekaligus ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Dengan pengeplotan antara konsentrasi Si vs Absorbansi akan diperoleh kurva linier dari larutan standard Si.

### **3.5.7 Penentuan kadar Si mula-mula dari sampel air tanah sebelum penyerapan**

Sampel air tanah 2 ml diencerkan dengan aquabidest dalam labu takar 50 ml sampai tanda batas. Larutan dipindahkan ke dalam botol plastik untuk dikomplekskan dan ditentukan absorbansinya.

### **3.5.8 Optimasi percobaan**

#### **3.5.8.1 Perlakuan sampel untuk pengurangan kadar Si dengan variabel berubah pH**

Mula-mula dibuat larutan sampel yang mengandung 500 ppm MgO, yaitu dengan melarutkan 500 mg MgO dengan sampel air tanah dalam labu takar 1000 ml, ditambah beberapa tetes HNO<sub>3</sub> encer dan diaduk hingga semua padatan larut. Kemudian diencerkan dengan sampel air tanah sampai tanda batas. Larutan diambil masing-masing 50 ml, setelah

itu pH dibuat bervariasi antara 9 sampai 11,5 dengan pengatur pH  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ . Setelah itu dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer selama 10 menit, didiamkan dan disaring dengan kertas saring whatman 541, kemudian dikomplekskan dan ditentukan absorbansinya. Percobaan dilakukan lagi untuk larutan sampel dengan kandungan MgO 200 ppm dan 300 ppm. Dengan prosedur yang sama dilakukan juga untuk pengatur pH  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ .

#### **3.5.8.2 Perlakuan sampel untuk pengurangan kadar Si dengan variabel berubah konsentrasi Magnesium**

Mula-mula dibuat larutan Magnesium Oksida dengan konsentrasi yang bervariasi, 500 ppm, 400 ppm, 300 ppm, 200 ppm dan 100 ppm. Masing-masing larutan diambil 50 ml dan pH diatur pada daerah pH optimum untuk pengurangan Si. Kemudian dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer selama 10 menit, didiamkan dan disaring. Setelah itu dikomplekskan dan ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.

#### **3.5.8.3 Perlakuan sampel untuk pengurangan kadar Si dengan variabel berubah lama waktu pengadukan**

Mula-mula disiapkan 6 buah botol plastik yang masing-masing telah berisi 50 ml larutan sampel dengan konsentrasi MgO dan pH optimum untuk pengurangan Si. Kemudian dilakukan pengadukan dengan magnetik stirer untuk waktu yang bervariasi dari 5 menit, 10 menit, 20 menit, 30 menit, 40 menit dan 60 menit. Larutan didiamkan sebentar

dan disaring dengan kertas saring whatman 541. Setelah itu dikomplekskan dan ditentukan absorbansinya.

### 3.5.9 Penentuan kesadahan total

Diambil 50 ml sampel air tanah, ditambah 1 ml larutan buffer 10 dan 3-4 tetes indikator EBT. Titrasi dengan larutan standar EDTA 0,01 M sampai terjadi perubahan warna dari merah anggur menjadi biru. Kesadahan total dinyatakan sebagai ppm  $\text{CaCO}_3$ , dimana 1 ml 0,01 M EDTA  $\Rightarrow$  1mg  $\text{CaCO}_3$ . Dilakukan untuk pengaruh pH  $\text{Ba(OH)}_2$  dan  $\text{Ca(OH)}_2$ .

