

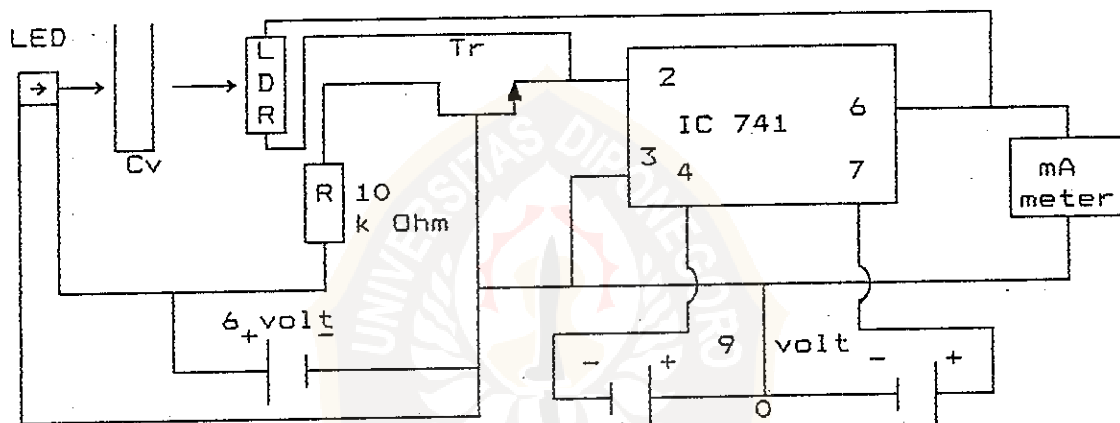
BAB III

METODA PENELITIAN

Dalam penelitian ini dilakukan pembuatan instrumen yang diharapkan dapat bekerja secara kolorimetri untuk mengukur konsentrasi/kadar besi dalam air tanah.

3.1 Persiapan Alat Dan Bahan

Merangkai alat ukur dengan alat lain sehingga dapat digunakan untuk penelitian secara kolorimetri.



GAMBAR 5 : Skema Alat Hasil Rekayasa

Keterangan gambar : LED = Sumber cahaya (lampu emisi)

LDR = Fotokonduktif (detektor)

IC741 = Penguat

mA = Ampere meter

Tr = Transistor

R = Resistor (hambatan)

Cv = Kuvet

3.1.1 Alat

a. Neraca analitis

Neraca analitis yang digunakan dengan kepekaan

0,1 mg.

b. Spektrofotometer Spektronik-20

Sebelum digunakan untuk analisis terlebih dahulu dilakukan pemanasan selama 20 menit agar stabil. Kuvet yang digunakan juga harus dicuci agar bebas dari pengganggu.

c. Alat-alat Gelas

Labu takar, Kuvet, Pipet ukur, Pipet tetes, Gelas beker, erlemeyer.

3.1.2 Bahan (Pereaksi)

1. Asam Nitrat 4 N

Volume asam nitrat pekat yang digunakan dihitung dengan menggunakan rumus :

$$V = \frac{N \times V_{\text{pengenceran}} \times \text{BM}}{\text{kadar} \times \text{berat jenis}}$$

2. KMnO_4 2 N

Ditimbang 31,606 gram (BM :158,03 gram/mol) bebas Fe, dimasukkan pada akuabides yang sudah mendidih beberapa menit selanjutnya disaring dengan glass wool. Diencerkan dalam labu takar 500 ml.

3. NH_4SCN 2 N

Digunakan NH_4SCN kadar maksimum Fe = 0,0001% Ditimbang 15,224 gram (BM :76,12 gram/mol) dilarutkan dengan akuabides, diencerkan dalam labu takar 100 ml.

4. Standar Fe 0,1 mg/ml

Dibuat dengan menimbang 0,864 gram dari $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Padatan yang murni kemudian dilarutkan dengan 100 ml akuabides,

ditambahkan 5 ml asam sulfat pekat lalu dipanaskan sebentar dan ditambahkan KMnO_4 2 N tetes demi tetes sampai satu tetes terakhir menghasilkan warna tetap. Selanjutnya diencerkan dalam labu takar 1 liter (1 ml = 0,1 mg ion ferri.).

5. Sampel air tanah

6. Akuabides

3.2. Variabel Penelitian

3.2.1 Alat Hasil Penyusunan

3.2.1.1 Variabel Tetap

- a. Intensitas sinar
- b. Jenis larutan dan sampel
- c. Volume larutan dan sampel
- d. Jenis LED
- e. Catu daya input dan sumber

3.2.1.2 Variabel berubah

- a. Jarak
- b. Volume larutan Fe^{3+}
- c. Volume larutan SCN^-
- d. Arus listrik (out put)

3.2.2 Spektrofotometer (Spektronik-20)

3.2.2.1 Variabel tetap

- a. Panjang gelombang
- b. Volume cuplikan
- c. Jenis larutan dan sampel
- d. Volume sampel

3.2.2.2 Variabel Berubah

- a. Volume larutan SCN^-
- b. Volume larutan Fe^{3+}
- c. Absorbansi

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Penentuan Kadar besi Dengan Spektrofotometer Dan Alat Hasil Rekayasa

3.3.1.1 Pembuatan Kurva Absorbansi Versus Panjang Gelombang

1. Besi standar dipipet 4 ml, ditambah 2,0 ml asam nitrat 4 N, beberapa tetes KMnO_4 0,2 N dan 2,0 ml NH_4SCN 0,1 N. Diencerkan sampai 25 ml dengan labu takar.
2. Kuvet yang sudah bersih dibilas dan diisi dengan larutan yang akan dianalisis.
3. Diukur serapan (absorbansi) pada panjang gelombang dari range 400 nm-520 nm dengan selang 5 nm.
4. Selanjutnya dibuat kurva absorbansi versus panjang gelombang dan ditentukan absorbansi maksimumnya (Tabel 6).

3.3.1.2 Penentuan $[\text{SCN}^-]$ Yang dibutuhkan Untuk Membuat Kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$

1. Dipipet 4 ml larutan standar Fe ditambahkan 2 ml HNO_3 4 N, beberapa tetes KMnO_4 0,2 N. Dan divariasasi

- banyaknya $[\text{SCN}^-]$ mulai : 0,0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5 dan 5,0 ml pada labu takar yang terpisah. Digunakan NH_4SCN 0,02 M. Selanjutnya diencerkan dengan akuabides sampai volume 25 ml.
2. Kuvet yang sudah bersih dibilas dan diisi dengan larutan yang akan dianalisis.
 3. Diukur arusnya/absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.
 4. Dibuat kurva dan ditentukan konsentrasi $[\text{SCN}^-]$ minimum yang dibutuhkan (Tabel 13).

3.3.1.3 Pembuatan Kurva Standar

1. Dipipet 0,0; 0,5; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; dan 5,0 ml Fe standar pada labu takar yang terpisah. Kemudian ditambahkan masing-masing dengan 2 ml HNO_3 4 N, beberapa tetes KMnO_4 0,2 N dan 2 ml NH_4SCN 0,1 N. Selanjutnya diencerkan dengan akuabides sampai volume 25 ml.
2. Diukur arusnya/absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.
3. Dibuat kurva absorbansi versus konsentrasi (Tabel 14 s/d 22).

3.3.1.4 Penetapan Contoh (sampel)

1. Digunakan air tanah dari sumur Fakultas MIPA UNDIP.
2. Kedalam labu takar terpisah dengan batas volume 25 ml dimasukkan larutan seperti pada daftar berikut :

Reagen	Volume		
	Blk	Std	Sampel
Larutan standar	0,0	1,0	0,0
Air Tanah	0,0	0,0	20,0
Akuabides	5,0	5,0	0,0
Asam Nitrat 4 N	2,0	2,0	2,0
KMnO ₄ 0,2 N	sampai warna tetap		
NH ₄ SCN 0,1 N	2,0	2,0	2,0

3. Masing-masing tabung diencerkan dengan akuabides sampai volume 25 ml.
4. Diukur arusnya/absorbansinya pada panjang gelombang maksimum (Tabel 1 dan 2).

3.3.2 Percobaan / Analisis

Mengetahui seberapa kemampuan alat hasil modifikasi untuk mengukur konsentrasi kadar besi dan pada kondisi bagaimana dari variabel-variabel tersebut, sehingga nilai yang diinginkan diperoleh.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Data Hasil Pengamatan

TABEL 1 : Pengukuran Dengan Alat Rekayasa (Air Tanah)

No.	Jarak (cm)	Arus (mA)			Arus (mA)
1	0	0,5	0,4	0,5	0,46
2	1	2,1	2,1	2,2	2,13
3	2	5,2	5,2	5,2	5,20
4	3	9,1	9,1	9,0	9,06
5	4	13,8	13,8	13,8	13,80
6	5	18,2	18,2	18,1	18,16
7	6	22,1	22,1	22,0	22,06
8	7	24,2	24,2	24,3	24,23

Tabel 2 : Pengukuran Dengan Spektrometri-20

No.	Cuplikan	Absorbansi (A)					\bar{A}
1	Air tanah	0,1079	0,1135	0,1135	0,1079	0,1079	0,1101
2	Larutan standar	0,0969	0,0969	0,0969	0,0969	0,0969	0,0969

Tabel 3 : Persamaan Garis Lurus Dari Kurva Standar

(Pengukuran Dengan Alat Rekayasa)

No.	Jarak (cm)	Persamaan Garis Lurus
1	0	$y = 1,2836 x - 0,8000$
2	1	$y = 2,0673 x + 0,0045$
3	2	$y = 2,5691 x + 2,3682$
4	3	$y = 2,8509 x + 5,9000$
5	4	$y = 2,9636 x + 9,9273$
6	5	$y = 2,5900 x + 14,8311$
7	6	$y = 1,8429 x + 19,7500$
8	7	$y = 1,1200 x + 22,9100$

Tabel 4 : Persamaan Garis Lurus
(Pengukuran Dengan Spektronik-20)

No.	Data	Persamaan Garis Lurus
1	Kurva Standar	$y = 0,0812 x + 0,0105$
2	Penentuan SCN^- minimum	$y_1 = 0,2152 x + 0,0120$ $y_2 = 0,0054 x + 0,3792$

TABEL 5 : Hasil Perhitungan

No	Pengukuran	Alat Rekayasa	Spektronik-20
1.	[SCN^-] minimum	1,7828 ml	1,7502 ml
2.	Kandungan Besi	-	6133 ppb
	Jarak 0 cm	4908 ppb	-
	Jarak 1 cm	5140 ppb	-
	Jarak 2 cm	5511 ppb	-
	Jarak 3 cm	5542 ppb	-
	Jarak 4 cm	6533 ppb	-
	Jarak 5 cm	6426 ppb	-
	Jarak 6 cm	6267 ppb	-
	Jarak 7 cm	5892 ppb	-

4.2 Pembahasan

Dari hasil pengukuran relatif terhadap perilaku pengukuran dan alat yang digunakan, ternyata pada pengukuran dengan spektronik-20 kandungan besi dalam air tanah = 6133 ppb. Pada pengukuran dengan alat hasil rekayasa, dengan variasi jarak = 0 cm, 1 cm, 2 cm, 3 cm, 4 cm, 5 cm, 6 cm, 7 cm, terjadi perubahan/penyimpangan harga. Dimana terjadi kenaikan harga pengukuran, namun setelah jarak tertentu (dalam pengukuran ini pada jarak 4 cm) mengalami penurunan harga.

Bila ditinjau dari kesesuaian harga, relatif terhadap pengukuran dengan spektronik-20, hasil yang mendekati adalah pada jarak 6 cm (6267 ppb) Tetapi bila ditinjau dari kepekaan alat yang paling sesuai pada jarak 4 cm, yaitu 6533 ppb.

Suatu cuplikan tertentu bila dikenal cahaya dengan panjang gelombang tertentu pula, sebagian intensitas ada yang diserap dan ada yang diteruskan. Untuk konsentrasi tertentu, suatu larutan akan menyerap cahaya sampai batas maksimum dan yang lain akan diteruskan jika intensitas cahaya yang mengenainya melebihi batas maksimumnya. Misalkan saja intensitas cahaya datang = I_0 dan yang diserap S , maka yang diteruskan = $(I_0 - S)$, dan perbandingan $(I_0 - S)/I_0$ merupakan transmitansinya (T).

Jika digunakan cuplikan yang sama dan intensitas sinar datang divariasi maka diperoleh % T yang berbeda. Sebagai contoh jika cuplikan menyerap sebesar $2I_0$ maka jika sinar datang :

$5I_0$ yang diteruskan : $3I_0$

$4I_0$ yang diteruskan : $2I_0$

$3I_0$ yang diteruskan : I_0

$2I_0$ yang diteruskan : 0

I_0 yang diteruskan : 0

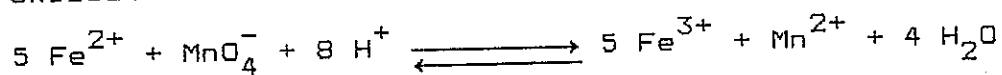
maka % transmitansinya berturut-turut : 60%, 50%, 33%, 0%, 0%.

Makin kecil harga % T atau intensitas sinar yang digunakan mendekati intensitas maksimum yang diserap, maka penyimpangan hasil pengukuran makin kecil pula. Akibat dari berkurangnya % T, harga A akan naik, karena $A = -\log T$. Karena $A \approx c$, maka harga c akan naik.

Dari keterangan diatas maka hasil pengukuran yang sesuai adalah pada jarak 4 cm, karena pada jarak tersebut hasilnya maksimum. Dari asumsi diatas setelah harga maksimum maka hasil pengukuran akan menunjukkan nol (% T = 0). Dalam pengukuran ini ternyata hasilnya tidak nol tetapi harganya menurun/berkurang. Hal ini diduga karena range panjang gelombang yang digunakan kurang sempit (kurang monokromatik) sehingga ada sejumlah λ lain yang diteruskan. Dengan demikian asumsi diatas akan tepat bila digunakan 1 macam panjang gelombang (λ).

Jika hasil pengukuran tersebut dibandingkan dengan pengukuran menggunakan spektrometri-20 maka besarnya penyimpangan = $\frac{6533 - 6133}{6133} \times 100 \% = 6,5200 \%$. Untuk hasil yang lebih teliti perlu dilakukan pengukuran lebih lanjut dengan pembandingan ketiga yang diperkirakan relatif lebih teliti.

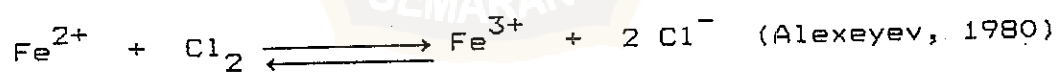
Dalam analisa sebelum pengukuran, pada oksidasi Ferro menjadi Ferri digunakan permanganat sebagai oksidator dan terjadi reaksi sebagai berikut :



Pada penelitian ini tidak digunakan H^+ dari asam sulfat, karena ion sulfat dengan Fe^{3+} akan bereaksi membentuk kompleks, sehingga akan mengurangi Fe^{3+} yang dianalisis. Sedang kalau digunakan HCl akan mengurangi permanganat karena akan terbentuk reaksi sebagai berikut :

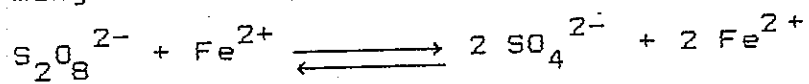


Dan klor bebas yang terbentuk akan bereaksi dengan Ferro :

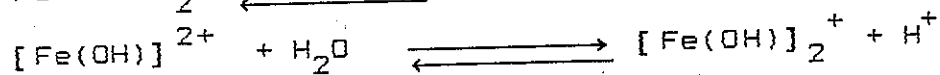
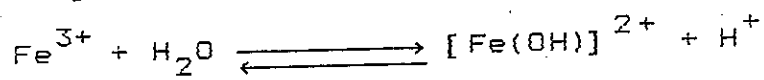


Akibat banyaknya permanganat yang digunakan akan sukar untuk ditentukan. Kalau permanganat yang digunakan dilebihkan maka akan mengganggu warna kompleks yang terbentuk. Sehingga pada penelitian ini digunakan asam nitrat (HNO_3). Tetapi konsentrasinya tidak boleh terlalu tinggi karena akan mengoksidasi ion SCN^- menjadi $(\text{SCN})_2$.

Penggunaan persulfat juga sering digunakan untuk mengoksidasi Fe^{2+} dengan reaksi sebagai berikut :



Dari reaksi tersebut tidak terlihat adanya penggunaan H^+ , tetapi dalam praktek tetap digunakan H^+ untuk penetapan Fe^{3+} karena untuk mencegah terjadinya hidrolisis Fe^{3+} dalam larutan encer. Reaksi yang terjadi :



dan akhirnya



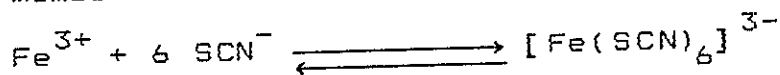
Sehingga intensitas warna kompleks yang terjadi menjadi lebih lemah setelah ditambahkan thiosianat. Terjadinya hidrolisis tersebut dihindari dengan penambahan asam, biasanya asam nitrat.

Ion Ferri dengan adanya thiosianat akan bereaksi dengan reaksi sebagai berikut :

biasanya untuk memudahkan ditulis,



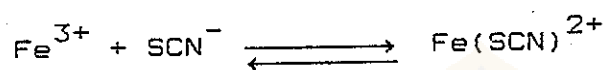
tetapi sebenarnya tidak sesederhana itu akan tetapi membentuk :



Yang sebenarnya Fe^{3+} tidak langsung membentuk $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ tetapi bertahap dimana tiap tahap tersebut memiliki konstanta kesetimbangan tersendiri (Baset, 1986).

Warna yang terjadi yaitu merah dan ini biasanya

dimanfaatkan sebagai indikator pada titrasi argentometri cara Volhard, yaitu kelebihan perak setelah ditambahkan pada sampel halogen yang dianalisis dititrasi dengan SCN^- dengan menggunakan NH_4SCN dengan indikator Fe(III) Ammonium sulfat atau besi(III) nitrat. Sehingga terbentuk warna merah kecoklatan yang disebabkan terbentuknya ion kompleks, karena perbandingan ion thiosianat terhadap Ferri kecil, maka hanya terbentuk $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ dan titrasi dihentikan, reaksinya sebagai berikut :



Tujuan penentuan $[\text{SCN}^-]$ minimum yang dibutuhkan pada penelitian ini agar dicapai bentuk ion kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$, agar tidak terjadi kesalahan analisis. Secara visual perbedaan warna tidak bisa diamati (inilah sebabnya mengapa pada analisis kolorimetri diperlukan analisis yang peka terhadap perbedaan warna, agar analisis bisa tepat). Karena kalau tidak terbentuk $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ akibat $[\text{SCN}^-]$ kurang, maka warna yang terjadi akan berkurang/berubah-ubah sesuai kompleks Fe^{3+} yang terbentuk dengan thiosianat. Sehingga dalam penelitian dibuat berlebihan konsentrasi $[\text{SCN}^-]$, agar kompleks yang terbentuk sama.