

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tujuan Penelitian

Menentukan kadar logam Cr dan Fe dalam air limbah pabrik penyamakan kulit secara Spektroskopi Serapan Atom.

3.2. Alat-alat

- a. Hitachi Polarized Zeeman Atomic Absorption Spectrophotometer AA - 782
- b. Gelas beker
- c. Erlenmeyer
- d. Hot plate
- e. Pipet volume
- f. Pengaduk gelas
- g. Labu takar
- h. Gelas ukur
- i. Jerigen plastik
- j. Neraca analitis

3.3. Bahan-bahan

1. Air Limbah Pabrik Penyamakan Kulit PT. Bromo Sakti yang terletak :

- Sebelum titik pembuangan limbah ke sungai = A
- Limbah pada pabrik (siap dibuang ke sungai)= B
- \pm 100 meter sesudah titik pembuangan ;

Tepi kiri = C

Tengah = D

Tepi kanan = E

2. Akuades
3. Akuabides
4. HNO_3 Pekat
5. HCl Pekat
6. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

3.4. Pengambilan Sampel

Sampel yang dianalisa adalah limbah Pabrik Penyamakan Kulit PT. Bromo Sakti, dimana pabrik tersebut terletak di Yogyakarta.

Pengambilan sampel dilakukan dengan menggunakan jerigen plastik, tempat pengambilan pada saluran pembuangan air limbah yang menuju ke sungai dan sampel air sungai tempat pembuangan air limbah tersebut.

3.5. Preparasi Sampel

Saat pengambilan sampel, ditambahkan 5 ml HNO_3 pekat per liter sampel. Kemudian pada saat analisa, diambil 100 ml sampel dan dimasukkan dalam gelas beker 250 ml. Kedalam sampel tersebut ditambahkan 5 ml HCl (1:1) dan kemudian dipanaskan dengan menggunakan Hot Plate sampai volume menjadi 15 - 20 ml. Usahakan pada saat pemanasan sampel tidak sampai mendidih. Larutan yang diperoleh kemudian diencerkan menjadi 100 ml dengan akuades. Larutan

ini siap untuk ditentukan kandungan Cr dan Fe di dalamnya.⁽²⁾

3.6. Penyediaan Larutan Baku

a. Larutan Baku Cr

Larutan induk Cr 1000 ppm dibuat dari 2,828 gr $K_2Cr_2O_7$ dilarutkan dalam 200 ml akuades dan ditambahkan 1,5 ml HNO_3 kemudian diencerkan sampai 1000 ml dengan akuabides.

Larutan induk Cr 1000 ppm selanjutnya diencerkan sampai diperoleh beberapa larutan dengan konsentrasi masing-masing 16,00 ppm; 8,00 ppm; 4,00 ppm; 2,00 ppm; 1,00 ppm dan 0,50 ppm.

b. Larutan baku Fe

Larutan induk Fe 1000 ppm dibuat dari 1,00 gr Fe dilarutkan dalam 50 ml HNO_3 (1+1) dan diencerkan sampai 1000 ml dengan akuades.

Larutan induk Fe 1000 ppm selanjutnya diencerkan sampai diperoleh beberapa larutan dengan konsentrasi masing-masing 16,00 ppm; 8,00 ppm; 4,00 ppm; 2,00 ppm; 1,00 ppm dan 0,50 ppm.

3.7. Analisa Kualitatif

Analisa kualitatif dilakukan dengan cara menentukan absorbansi logam-logam Cr dan Fe untuk masing-masing sampel. Analisa dinyatakan positif apabila absorbansinya positif.

3.8. Analisa Kuantitatif

3.8.1. Kurva Baku

Kurva baku yang dipakai dibuat berdasarkan pengukuran absorbansi larutan yang telah diketahui konsentrasinya (larutan baku) yang selanjutnya digambarkan dalam koordinat Kartesius. Untuk memperoleh kurva baku yang baik dibuat 5 buah larutan baku.

Bila hendak melakukan pengamatan, maka pembacaan harus dilakukan setelah alat dinolkan (instrumen zero) diatur dengan larutan blanko. Pengamatan absorbansi larutan standar dimulai dari konsentrasi yang kecil hingga yang paling besar. Jika suatu larutan telah diukur maka nyala disemprot dengan akuades, guna mengusir sisa kotoran pada nyala. Pembacaan serapan dilakukan sekurang-kurangnya 3 kali.

a. Pembuatan Kurva Baku Cr

Larutan baku yang telah dibuat pada (3.6.a) diamati serapannya dengan spektroskopi serapan atom. Harga serapan dan konsentrasi di gambar dalam bentuk koordinat Kartesius. Persamaan garis dan koefisien regresinya dihitung dengan menggunakan persamaan Least Square.

b. Pembuatan Kurva Baku Fe

Larutan baku yang dibuat pada (3.6.b)

diamati serapannya dengan spektroskopi serapan atom. Harga serapan dan konsentrasi digambar dalam bentuk koordinat Kartesius. Persamaan garis dan koefisien regresinya dihitung dengan menggunakan persamaan Least Square.

3.8.2. Penentuan Konsentrasi Logam Cr dan Fe dalam Sampel

a. Penentuan Konsentrasi Cr

Larutan yang dibuat pada (3.5) diamati serapannya dengan spektroskopi serapan atom. Hasil serapan tersebut dikonversikan kedalam kurva baku (3.8.1.a) melalui persamaan garis regresi, sehingga diperoleh konsentrasi logam tersebut dalam sampel.

b. Penentuan Konsentrasi Fe

Larutan yang dibuat pada (3.5) diamati serapannya dengan spektroskopi serapan atom. Hasil serapan dikonversikan kedalam kurva baku (3.8.1.b) melalui persamaan garis regresi, sehingga diperoleh konsentrasi logam tersebut dalam sampel.