

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Parameter dan Variabel

Pada penelitian ini parameter yang akan diambil yaitu

1. Timbal (Pb)
2. Timbal Organik
3. Besi (Fe)
4. Seng (Zn)

Variabel yang dipakai :

1. Tempat
2. Waktu

3.2 Sampel Bahan dan Alat

3.2.1 Sampel

Sampel udara diambil di Jalan Teuku Umar yang mempunyai kepadatan lalu lintas harian rata-rata 80.634 dan di Jalan Dr.Cipto yang mempunyai kepadatan lalu lintas harian rata-rata 80.554.

3.2.2 Alat dan bahan

Alat :

1. SSA Perkin Elmer 3110
2. pH meter Hanna
3. Hot Plate Thermolyne cimarec 03
4. Labu takar
5. Gelas beker
6. Pipet gondok

6. Pipet gondok
7. Timbangan listrik Chyo - JL 180
8. Gelas ukur
9. Jerigen plastik
10. Erlenmeyer
11. High Volume Air Sampler Model HVC-500
12. Expenger Hario SPC 24
13. Vacuum pump Sibata
14. Generator 1KW Honda

Bahan :

1. Akuades
2. Asam nitrat (pa)
3. Asam klorida (pa)
4. Timbal nitrat (pa)
5. Filter Whatman 0,45 μm (Filter GF/A)
6. Kalium iodida (pa)
7. Kalium iodat (pa)
8. Metil isobutil keton (MIBK) (pa)
9. Amonium asetat (pa)
10. Amoniak (pa)
11. Amonium hidroksida (pa)
12. Amonium pirolidin-ditiokarbamat (pa)

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan standar

a. Larutan standar timbal 1000 ppm

- 1,598 gr timbal nitrat dilarutkan dalam satu liter 0,5 % asam nitrat.
- Dibuat larutan standar timbal : 0,5 ; 1 ; 3 ; 4 ; 5 ppm

b. Larutan standar Pb organik

Timbal Nitrat yang diekstrak sebagai organometal dalam MIBK

- 50 ml Timbal Nitrat standar diambil dan ditambahkan buffer asetat sampai pada pH $2,3 \pm 0,2$
- Ke dalam larutan ditambahkan 2ml Amonium pirolidin ditiokarbamat 4% dan diekstraksi dengan larutan MIBK.
- Larutan timbal dalam MIBK ditambah 2 ml asam nitrat dan didiamkan selama 30 menit, kemudian campuran ditambah dengan akuades 48 ml.
- Campuran diatas diekstrak dan diambil fasa akuadesnya

3.3.2 Pembuatan iodin monoklorida 1,0 M

- 44,5 ml KI 25% ditambahkan 44,5 ml HCl dan dinginkan campuran pada temperatur kamar.

- Larutan diaduk kuat-kuat dan perlahan ditambahkan 7,5 gr kalium iodat.
- Diaduk terus menerus hingga semua iodin bebas telah terlarut dan memberikan warna merah oranye terang.
- Larutan didinginkan pada temperatur kamar dan dilarutkan hingga 100 ml.
- Dibuat larutan iodin monoklorida 0,1 M
- 100 ml iodin monoklorida 1M dilarutkan dengan akuades hingga 1 liter

3.3.3 Pembuatan buffer asetat pH 4,82⁽¹⁴⁾

- 150 gr amonium asetat dilarutkan dalam 110 ml NH_3 .
- Ditambahkan akuades kedalam campuran hingga volume 500 ml

3.3.4 Pengambilan sampel dari udara

- Filter dipasang pada peralatan HVAS
- Expenger diisi dengan larutan iodin monoklorida 50 ml dan dipasang dalam rangkaian.
- Pengambilan sampel dilakukan di tepi jalan raya dengan kecepatan aliran rata-rata 400 liter per menit.

3.3.5 Analisa logam dalam sampel

3.3.5.1 Analisa kualitatif

Analisa kualitatif dilakukan dengan cara menentukan absorpsi logam timbal dan logam pengganggu dalam hal ini logam Fe dan Zn. Analisa dinyatakan positif bila absorpsinya positif.

3.3.5.2 Analisa kuantitatif

Kurva larutan standar dibuat berdasarkan pengukuran absorpsi yang telah diketahui konsentrasinya (larutan standar) yang selanjutnya digambarkan dalam kurva linear.

3.3.5.3 Penentuan konsentrasi timbal partikel

- Sampel dalam membran filter dipindahkan ke dalam gelas beker 250 ml
- Ditambahkan 5 ml HCl dan 15 ml HNO_3 serta aquades hingga volume 100 ml.
- Campuran dipanaskan pada hot plate hingga filter hancur dan volumenya kira-kira 50 ml.
- Campuran didinginkan
- Larutan ditambah dengan aquades hingga 500 ml
- 250 ml larutan di atas ditambah dengan 2 ml buffer asetat hingga pH $2,3 \pm 0,2$ dan 2 ml APDC.

- Dikocok selama 1 menit
- Larutan diekstraksi dengan 25 ml MIBK.
- Larutan fasa organik diambil dan ditambahkan 1 ml HNO_3 pekat.
- Diamkan selama 30 menit dan kemudian ditambahkan 24 ml aquades.
- larutan dikocok selama 1 menit dan larutan yang terpisah diambil fasa aquadesnya.
- Larutan diamati serapannya dengan SSA.

3.3.5.4 Penentuan konsentrasi timbal organik

- Tube Expenger dilepaskan dari alat dan isinya dipindahkan dalam labu takar 500 ml dan tube dibersihkan dengan akuades dan volume ditepatkan sampai 500 ml.
- Ke dalam 250 ml larutan ditambahkan buffer asetat hingga pH larutan $2,3 \pm 0,2$ dan larutan APDC 2 ml
- Larutan dikocok selama 1 menit.
- Larutan kemudian diekstrak dengan 25 ml MIBK.
- Larutan diambil fasa organiknya dan kemudian ditambahkan HNO_3 pekat 1 ml.
- Larutan didiamkan selama 30 menit dan kemudian ditambahkan 1,5 ml aquades.
- Larutan siap dianalisa dengan SSA.