

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Persiapan Sampel

- a. Larutan Pb^{2+} 10 ppm.
- b. Larutan Zn^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} dan Cr^{3+} masing-masing 1, 10 dan 100 ppm.

3.2 Variabel Penelitian

- a. Variabel tetap.
 1. Waktu pemurnian dan pengadukan larutan.
 2. Penggunaan elektroda kerja SMDE.
- b. Variabel berubah.
 1. Konsentrasi NaOH dalam larutan.
 2. Pulsa potensial (ΔE) yang digunakan.
 3. Kation logam lain yang diadiskan.

3.3 Parameter penelitian

Harga arus puncak (I_p) hasil analisa.

3.4 Alat Dan Bahan

- a. Alat yang digunakan :
 - Voltametri Metrohm model 93 VA Prosesor dan 694 VA Stand
 - Timbangan listrik Metler model AT 200
 - Labu takar 100, 250 dan 1000 mL

- Gelas piala 100 dan 250 mL
- Gelas ukur 10 mL
- Pipet volum 10 mL
- Corong
- Pipet tetes
- Pipet injeksi
- Pengaduk
- Konduktometri HANNA Instruments model HI 8633

b. Bahan yang digunakan :

- NaOH p.a.
- $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ p.a.
- $\text{Zn}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a.
- $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p.a.
- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ p.a.
- $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a.
- Akuabides

3.5 Preparasi Reagen⁽¹¹⁾

3.5.1 Larutan NaOH 1 M 250 mL

Larutan NaOH 1 M 250 mL digunakan sebagai larutan baku. Ditimbang 10 g NaOH, dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL dan dilarutkan dalam akuabides secukupnya, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

- * Larutan NaOH 10^{-1} M 100 mL
10 mL NaOH 1 M diencerkan menjadi 100 mL.
- * Larutan NaOH 10^{-1} M 1000 mL
100 mL NaOH 1 M diencerkan menjadi 1000 mL.
- * Larutan NaOH 10^{-2} M 100 mL
10 mL NaOH 10^{-1} M diencerkan menjadi 100 mL.
- * Larutan NaOH 10^{-3} M 100 mL
10 mL NaOH 10^{-2} M diencerkan menjadi 100 mL.
- * Larutan NaOH 10^{-4} M 100 mL
10 mL NaOH 10^{-3} M diencerkan menjadi 100 mL.

3.5.2 Larutan standar Pb^{2+} 1000 ppm 1000 mL

Larutan standar Pb^{2+} 1000 ppm 1000 mL digunakan sebagai larutan baku. Ditimbang 1,599 g $Pb(NO_3)_2$, dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan dilarutkan dalam akuabides secukupnya, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas

- * Larutan Pb^{2+} 100 ppm 100 mL
10 mL standar Pb^{2+} 1000 ppm diencerkan menjadi 100 mL.
- * Larutan Pb^{2+} 10 ppm 100 mL
10 mL Pb^{2+} 100 ppm diencerkan menjadi 100 mL.

3.5.3 Larutan standar Zn^{2+} 1000 ppm 1000 mL

Larutan standar Zn^{2+} 1000 ppm 1000 mL digunakan sebagai larutan baku. Ditimbang 4,414 g $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$,

dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan dilarutkan dalam akuabides secukupnya, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

* Larutan Zn^{2+} 100 ppm 100 mL

10 mL standar Zn^{2+} 1000 ppm diencerkan menjadi 100 mL.

* Larutan Zn^{2+} 10 ppm 100 mL

10 mL Zn^{2+} 100 ppm diencerkan menjadi 100 mL.

* Larutan Zn^{2+} 1 ppm 100 mL

10 mL Zn^{2+} 10 ppm diencerkan menjadi 100 mL.

3.5.4 Larutan standar Cu^{2+} 1000 ppm 1000 mL

Larutan standar Cu^{2+} 1000 ppm 1000 mL digunakan sebagai larutan baku. Ditimbang 3,906 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$, dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan dilarutkan dalam akuabides secukupnya, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

* Pembuatan larutan Cu^{2+} 100, 10 dan 1 ppm analog dengan pembuatan larutan Zn^{2+} 100, 10 dan 1 ppm.

3.5.5 Larutan standar Fe^{2+} 1000 ppm 1000 mL

Larutan standar Fe^{2+} 1000 ppm 1000 mL digunakan sebagai larutan baku. Ditimbang 4,964 g $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL dan dilarutkan dalam akuabides secukupnya, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

* Pembuatan larutan Fe^{2+} 100, 10 dan 1 ppm analog dengan pembuatan larutan Zn^{2+} 100, 10 dan 1 ppm.

3.5.6 Larutan standar Cr^{3+} 1000 ppm 1000 mL

Larutan standar Cr^{3+} 1000 ppm 1000 mL digunakan sebagai larutan baku. Ditimbang 5,126 g $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dimasukkan dalam labu takar 1000 mL dan dilarutkan dalam akuabides secukupnya, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

* Pembuatan larutan Cr^{3+} 100, 10 dan 1 ppm analog dengan pembuatan larutan Zn^{2+} 100, 10 dan 1 ppm.

3.6 Cara Kerja

3.6.1 Optimasi konsentrasi NaOH

1. Dibuat variasi konsentrasi NaOH sebagai berikut : 10^0 , 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} M.
2. Setiap analisa , dari masing-masing variasi konsentrasi NaOH diambil sebanyak 10 mL, dimasukkan dalam sel polarograf dan ditambah dengan 1 mL Pb^{2+} 10 ppm.
3. Analisa dilakukan pada $\Delta E = 50$ mV.
4. Setiap Ip yang dihasilkan dicatat.

Misalkan :

Ip optimum pada konsentrasi NaOH = X M.

3.6.2 Optimasi pulsa potensial (ΔE)

1. 10 mL NaOH X M dimasukkan ke dalam sel polarograf dan ditambah dengan 1 mL Pb^{2+} 10 ppm.
2. Larutan dari 1 dianalisa dengan variasi ΔE sebagai berikut : 10, 30, 50, 70, 90 mV.
3. Setiap Ip yang dihasilkan dicatat.

Misalkan :

Ip optimum pada $\Delta E = Y$ mV.

3.6.3 Pengaruh kation logam lain

1. 10 mL NaOH X M dimasukkan ke dalam sel polarograf dan ditambah dengan 1 mL Pb^{2+} 10 ppm.
2. Analisa dilakukan pada $\Delta E = Y$ mV.
3. Setiap menganalisa larutan dari 1, terlebih dahulu ditambah dengan 1 mL kation logam lain yaitu : Zn^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{2+} , Cr^{3+} , masing - masing pada konsentrasi 1, 10 dan 100 ppm.
4. Analisa larutan dari 1 juga dilakukan pada penambahan 1 mL akuabides.
5. Setiap Ip yang dihasilkan dicatat.