

**BAB III**  
**METODOLOGI PENELITIAN**

**3.1. Peralatan yang digunakan terdiri atas**

1. Buret Whatman 50 mL
2. Labu Erlenmeyer 250 mL
3. Gelas piala 100 mL
4. Pipet tetes
5. Corong
6. Kertas indikator universal
7. Spektrofotometer serapan atom PE. 3110
8. Labu destruksi
9. Gelas ukur
10. Pipet volum 10 mL
11. Kaca arloji
12. Labu takar 100 mL
13. Labu takar 50 mL
14. Corong

**3.2. Bahan yang dibutuhkan**

1. Sampel (benda uji)
2. Larutan penyangga pH 10
3. Indikator EBT
4. Indikator Mureksid
5. Larutan EDTA 0,01 M
6. Larutan NaOH 1 N
7. Akuades

8. Akuabides
9. Larutan  $\text{HNO}_3$  pekat
10. Larutan  $\text{FeNO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . (Larutan Standar)

### 3.3. Cara kerja

#### 3.3.1. Penentuan kesadahan total (Ca dan Mg)

1. Sampel 50 mL dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan ditambah 1-2 mL larutan penyangga pH 10 dan 0,15 gr bubuk EBT
2. Larutan dititrasi dengan larutan EDTA 0,01 M sambil diaduk/digoyang sampai terjadi perubahan warna dari kemerah-merahan menjadi biru laut
3. Volume larutan EDTA yang digunakan dicatat

#### 3.3.2. Penentuan Ca

1. 50 mL sampel dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL dan ditambah 2 mL larutan NaOH 1 N sampai dicapai pH 12-13
2. Kurang lebih 0,1 - 0,2 gr serbuk Mureksid ditambahkan ke dalam larutan
3. Larutan dititrasi dengan larutan EDTA 0,01 M sambil digoyang, sampai terjadi perubahan warna dari merah menjadi ungu
4. Volume EDTA yang digunakan dicatat

### 3.3.3. Penentuan Fe

1. 50 mL sampel dimasukkan ke dalam labu destruksi dan ditambah 5 mL HNO<sub>3</sub> pekat, dipanaskan sampai sisa volumenya 15-20 mL.
2. 2 mL HNO<sub>3</sub> pekat ditambahkan lagi ke dalam larutan kemudian ditutup dengan kaca arloji dan dipanaskan perlahan-lahan sampai semua logam larut, yang terlihat dari jernihnya sampel ± 10 menit
3. Kaca arloji dibilas dengan akuabides dan bilasannya dimasukan dalam labu destruksi
4. Dipindahkan ke dalam labu takar 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas
5. Sampel dipindah ke tabung injeksi dan siap dianalisa

### 3.4. Preparasi Larutan

- 3.4.1. Pembuatan sampel (rata-rata 1 bubuk biji kelor = 0,2 gram)
  - a. 1 Liter sampel tanpa penambahan bubuk kelor (sampel AB)
  - b. Ditambahkan 0,2 gram bubuk kelor dalam 1 L sampel. Diaduk 10 menit (sampel A1) dan 20 menit (sampel A2) kemudian didiamkan ± 2 jam. Dipisah antara yang atas dengan flok/endapan yang terbentuk

- c. Ditambahkan 0,4 gram bubuk kelor dalam 1 L sampel. Diaduk 10 menit (A3) dan 20 menit (A4) selanjutnya sama
- d. Ditambahkan suspensi 0,2 gram bubuk kelor dalam 10 ml akuades. Diaduk 10 menit (B1) dan 20 menit (B2) selanjutnya sama
- e. Ditambahkan suspensi 0,4 gram bubuk kelor dalam 10 ml akuades. Diaduk 10 menit (B3) dan 20 menit (B4) selanjutnya sama

#### 3.4.2. Pembuatan larutan EDTA 0,01 M

- a. 3,723 gr garam Na-EDTA dilarutkan dengan 100 mL air suling dalam labu takar 1000 mL
- b. Air suling ditambahkan sampai tanda batas

#### 3.4.3. Pembuatan larutan penyangga pH 10

- a. 1,179 gr garam Na-EDTA dan 780 mg  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 50 mL air suling
- b. 16,9 gr  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dan 143 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat ditambahkan ke dalam labu takar 250 mL
- c. Diencerkan sampai batas

#### 3.4.4. Pembuatan larutan NaOH 1 N

- a. 10 gr NaOH dilarutkan dalam 50 ml air suling
- b. Larutan dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan diencerkan sampai tanda batas

#### 3.4.5. Pembuatan indikator EBT

- a. 200 mg EBT digiling dengan 100 gr NaCl sampai halus
- b. Disimpan dalam botol kaca tertutup baik

#### 3.4.6. Pembuatan indikator Mureksid

- a. 200 mg Mureksid digiling dengan 100 gr NaCl sampai halus
- b. Disimpan dalam botol kaca tertutup dengan baik

#### 3.4.7. Pembuatan larutan standar besi 1000 mg/L

- a. 7,23 gr  $\text{FeNO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 100 mL akuabides
- b. Larutan dimasukkan dalam labu takar 1000 mL dan diencerkan sampai tanda batas

