BAB III
METODE PENELITIAN

Percobaan mengenai analisis unsur utama batuan Gunung Merapi Jawa tengah yang dikaitkan dengan aspek vulkanologi ini dilakukan sebagian di Laboratorium Analisis Gunungapi Seksi Merapi di Yogyakarta dan sebagian lagi di Laboratorium Kimia Jurusan Kimia UNDIP.

3.1. Persiapan Sampel
1. Sampel adalah batuan gunung Merapi Jawa Tengah dari 5 periode berbeda.
2. Sampel batuan yang telah diperoleh dari lapangan dibersihkan dahulu, lalu dicuci dan seterusnya dikeringkan di udara terbuka.
3. Dimasukkan ke dalam oven pada temperatur 80° C, agar kandungan H₂O yang ada di dalam batuan bisa ditekan sekecil mungkin.
4. Kemudian sampel dihancurkan dan digiling sehingga berukuran lebih kecil dari 60 mikron. Sampel yang sudah halus diayak, kemudian hasil ayakan sudah siap untuk didekomposisi dan dianalisis.

3.2. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang diambil adalah:
1. Variabel tetap
   
   a. Jumlah sampel yang dianalisis sebanyak 5 sampel, yang diambil dari 5 periode berbeda dari Gunung Merapi Jawa Tengah. Kelima sampel tersebut yaitu:
      
      SAMPEL I : LAVA MERAPI periode tahun 1911-1913.
      SAMPEL II : LAVA MERAPI periode tahun 1954.
      SAMPEL IV : LAVA MERAPI periode tahun 1994 (19 Oktober).
   
   b. Batuan yang diambil sebagai contoh sedikitnya berukuran 13 x 18 cm persegi.

2. Variabel berubah

   Kadar % berat dari berbagai unsur/senyawa Kimia Utama batuan gunung Merapi Jawa tengah.

3.3. Parameter Penelitian

   Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah komposisi unsur / senyawa utama batuan gunung Merapi Jawa Tengah.

3.4. Alat-alat

   1. Gelas ukur
   2. Botol plastik
   3. Corong gelas
   4. Corong plastik
5. Labu takar gelas
6. Labu takar plastik dan botol plastik
7. Batang pengaduk gelas
8. Batang pengaduk plastik
9. Kuvet
10. Tabung reaksi
11. Kertas saring bebas abu Whatman-42
12. Teflon
13. Cawan porselin
14. Neraca analitis
15. Termometer
16. Rock cutting
17. Rock crusher
18. Grinding mill
19. Tungku pemanas
20. Oven
21. Spectronic-20
22. Atomic Absorption Spectrophotometer merk Perkin Elmer Model 3110
23. Hotplate
24. Desicator
3.5. **Bahan-bahan**

1. Air Raja ($\text{HNO}_3: \text{HCl} = 1:3$)
2. Asam Florida 40 %
3. Asam Borak 5 %
4. Asam Klorida 0,1 N
5. Asam Klorida 1:1
6. Amonium Molibdat 7,5 %
7. Asam Tartrat 8 %
8. Asam Peroksida 6 %
9. Amonium Molibdat
10. Amonium Vanadate
11. Akuades
12. Lima jenis sampel dari 5 periode berbeda dari gunung Merapi yang akan dianalisis.
13. Anhidrida Natrium Sulfat
14. 1- Amino- 2 hidroksi- Naftalen Sulfonat
15. Larutan campuran Ca-Cl$_2$ -Hidroksilamin Hidroklorida ($\text{HONH}_2\text{HCl}$)
16. Larutan Kalium Ferri Sianida
17. Natrium Asetat
18. Asam Asetat Glosial
19. Asam Tio-Glikolate
20. Larutan Alisarin Red. S
22. Batuan Standar AGV-1

3.6. Cara Kerja

(Skema Percobaan dapat di lihat pada Lampiran III)

3.6.1. Pengolahan sampel

Sampel diambil dari 5 periode yang berbeda, sampel batuan dikeringkan di udara terbuka kemudian dimasukkan ke dalam oven dan dihancurkan, digiling sehingga berukuran lebih kecil dari 60 mikron. Sampel yang sudah halus diayak (berbentuk powder/bubuk), kemudian hasil ayakan sudah siap didekomposisi dan dianalisis.

3.6.2. Dekomposisi dan analisis

a. Penentuan SiO₂ dan Al₂O₃ dengan analisis menggunakan spektrometri-20.

- Sampel 0,1 gram dan Batuan Standar CB-2 dimasukkan ke dalam teflon dan ditutup kemudian ditambahkan 1 ml larutan air Raja (HNO₃ : HCl = 1 : 3).
- Setelah itu ditambahkan 10 ml larutan HF 40 % kemudian teflon ditutup hingga rapat dan dikocok kemudian dilakukan pemanasan dalam oven pada suhu 90°-100° C selama 2 jam.
Kemudian isi dari teflon dituangkan ke beaker plastik kemudian ditambahkan 200 ml larutan H₂BO₃ 5% sampai larutan jernih dan diencerkan hingga 250 ml.

a.1. Penentuan SiO₂.

- Sejumlah labu takar ukuran 100 ml dicuci dengan larutan HCl (1:1) dan kemudian dibilas dengan akuades.
- 0,25 ml larutan cuplikan dan larutan standar CB-2 dimasukkan ke labu takar 100 ml kemudian ditambahkan 8 ml larutan HCl 0,1 N dan juga ditambahkan 1 ml larutan 7,5% Amonium Molibdat kemudian campuran dibiarakan 10 menit.
- Kemudian ditambahkan 5 ml larutan Asam Tartrat pada masing-masing campuran dalam labu takar tersebut sambil diaduk sampai homogen kemudian ditambahkan 1 ml larutan pereduksi dan digojog serta diencerkan sampai tanda batas dan dibiarakan 10 menit
- Absorbsansinya diukur pada 650 nm dengan larutan blanko sebagai pembanding.

⇒ Pembuatan Larutan pereduksi : 0,5 gram Anhidrida Natrium Sulfit dilarutkan dalam 10 ml aquades kemudian ditambahkan 0,15 gram 1-amino-2 hidroksi-Naftalin Sulfonat dan diaduk sampai larut sempurna dalam 90 ml akuades dan ditambahkan ke dalam larutan tadi.
a.2. Penentuan Al₂O₃

♦ 2 ml larutan contoh dan 15 ml larutan standar CB-2 dimasukkan ke dalam labu takar 200 ml yang telah dicuci dengan larutan HCl (1:1) dan dibilas air.

♦ Kemudian ditambahkan 25 ml larutan campuran CaCl₂, HONH₂HCl, sambil dikocok hingga homogen dan ditambahkan 25 ml larutan K₃Fe(CN)₆ dan dikocok hingga homogen dan dibiarkan selama 10 menit.

♦ Setelah itu, ditambahkan 10 ml larutan Buffer dan dikocok dan kemudian diamkan selama 10 menit setelah itu ditambahkan juga 25 ml larutan Alisarin red. S, kemudian dikocok dan diamkan selama 1,5 jam.

♦ Absorbansinya diukur pada 475 nm dengan larutan blanko sebagai pembanding.

⇒ Pembuatan larutan Buffer : 140 gram Natrium asetat dilarutkan dalam 200 ml akuades dan ditambahkan 60 ml Asam asetat glasial kemudian diencerkan menjadi 500 ml, setelah itu dicampur larutan ini dengan larutan Tio-glikolate yang dibuat dengan melarutkan 8 ml asam Tio-glikolate dalam 500 ml akuades.
b. Penentuan Fe, Ca, Mg, Na, K, Mn dengan analisis menggunakan Instrumen AAS.

- 0,5 gram sampel dan 0,2 gram Batuan Standar AGV dimasukkan ke dalam teflon kemudian ditutup.
- Kemudian ditambahkan 1 ml larutan air Raja (HNO₃: HCl=1:3) dan ditambahkan 10 ml larutan HF 40 %, kemudian teflon ditutup hingga rapat dan kocok.
- Kemudian dilakukan pemanasan dalam oven pada suhu 90-100º C selama 2 jam dan dituangkan isi dari teflon ke beaker plastik.
- Setelah itu ditambahkan 200 ml larutan H₂BO₃ 5% sampai larutan jernih dan diencerkan hingga 250 ml.
- Kemudian dianalisis menggunakan Instrumen AAS.

c. Penentuan TiO₂ dan P₂O₅ dengan analisis menggunakan spektronic-20.

- 0,1 gram sampel dan Batuan Standar CB-2 dimasukkan ke dalam teflon sistem terbuka.
- Setelah itu ditambahkan 1 ml larutan air Raja (HNO₃: HCl=1:3) dan ditambahkan juga 5 ml larutan HF 40 %.
- Kemudian dipanaskan pada hotplate hingga kering, kemudian didinginkan sebentar.
- Dan selanjutnya ditambahkan 5 ml larutan HCl 0,1 N dan dipanaskan sampai larut sempurna.
• Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar dan diencerkan hingga tanda batas.

c.1. Penentuan TiO$_2$

• Setelah itu diambil 15 ml Larutan cuplikan dan 15 ml larutan standar CB-2 ke dalam labu takar 50 ml.
• Kemudian ditambahkan 10 ml larutan H$_2$O$_2$ 6% kemudian diencerkan hingga tanda batas.
• Absorbsansinya diukur pada 400 nm dengan larutan blanko sebagai pembanding.

c.2. Penentuan P$_2$O$_5$

• Diambil 30 ml Larutan cuplikan dan 30 ml larutan standar CB-2 ke dalam labu takar 50 ml.
• Kemudian ditambahkan 10 ml larutan Amonium Molibdo Vanadate kemudian diencerkan hingga tanda batas.
• Absorbsansinya diukur pada 430 nm dengan larutan blanko sebagai pembanding.
d. Penentuan $H_2O$ dan HD (Hilang Dibakar).

- Sampel ditimbang $\pm 1$ gram dan dimasukkan ke dalam cawan porselin.
- Sampel dipanaskan kira-kira 1 jam dalam oven pada suhu $110^\circ C$ dan ditimbang, selisih berat merupakan massa $H_2O$.
- Kemudian sampel dimasukkan cawan porselin kembali tersebut ke dalam tungku pemijar (furnace) dan dipanaskan selama 2 jam pada suhu $900^\circ C$ dan ditimbang lagi, selisih berat merupakan massa HD.