

**BAB III**  
**METODA PENELITIAN**

**3.1 Bahan Dan Alat**

**3.1.1 Bahan**

Bahan kimia yang dipakai dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- a. 4-aminoantipirin
- b. Fenol
- c. Kalium ferrisianida
- d. Kloroform
- e. Amonium hidroksida
- f. Amonium klorida
- g. Kupri sulfat
- h. Asam fosfat
- i. Natrium sulfat
- j. Akuades.

Semua bahan yang dipakai dalam percobaan adalah p.a.

**3.1.2 Alat**

Alat yang dipakai dalam penelitian ini adalah ;

- a. Spektrofotometer uv-vis merk Secomam 1000 PC
- b. Spektronik 20D merk Milton Roy.
- c. pH meter model 420A dibuat oleh Orion Taiwan
- d. mettler model AT 200 SNR 11130.

- e. Peralatan destilasi model rotavapor R-124 dibuat oleh Buchi Swiss
- f. Corong pisah
- g. Labu takar
- h. Pipet volume
- i. Erlenmeyer
- j. Gelas beker
- i. Pipet.

### 3.1.3 Sampel

Sampel diambil dari Sungai Kaligawe yang merupakan tempat pembuangan limbah dari beberapa industri dan tempat pembuangan sampah. Sampel diambil dari 3 lokasi yaitu di pinggir kiri, pinggir kanan dan tengah kemudian dicampur menjadi satu.

### 3.2 Preparasi Bahan<sup>(15)</sup>

#### a. Larutan 4-aminoantipirin 2 %

Sebanyak 2 gram 4-aminoantipirin dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml yang berisi kurang lebih 50 ml akuabides kemudian dikocok hingga larut semua dan ditambah akuabides lagi hingga tanda batas.

#### b. Larutan fenol standar

##### b.1 Larutan baku ( 1000 ppm )

Sebanyak 1 gram fenol, dimasukkan ke dalam labu takar 1000 ml yang berisi 500 ml akuabides terus dikocok hingga larut semua kemudian ditambah akuabides sampai tanda batas. Larutan ini digunakan sebelum

berumur 1 bulan dari pembuatan.

b.2 Larutan antara ( 10 ppm )

Sebanyak 10 ml larutan standar diambil, lalu dimasukkan ke dalam labu takar 1000 ml dan ditambah akuabides dingin hingga tanda batas. Larutan antara harus digunakan sebelum berumur 1 minggu dari pembuatan.

b.3 Larutan standar ( 10 ppb )

Sebanyak 5 ml larutan antara dimasukkan ke dalam labu takar 500 ml yang berisi 200 ml akuabides terus dikocok hingga larut kemudian ditambah air hingga tanda batas. Larutan ini digunakan sebelum berumur 2 jam dari pembuatan.

c. Larutan amonium klorida 10 %

Sebanyak 10 gr amonium klorida ditimbang lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml yang berisi 50 ml akuabides terus dikocok hingga larut kemudian di tambah akuabides hingga tanda batas.

d. Larutan kupri sulfat 10 %

Sebanyak 10 gr kupri sulfat ditimbang lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml yang berisi 50 ml akuabides dan dikocok hingga larut semua kemudian ditambah akuabides sampai tanda batas.

e. Larutan kalium ferrisianida 8 %

Sebanyak 8 gr kalium ferrisianida ditimbang lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml yang berisi 50 ml akuabides dan dikocok hingga larut semua kemudian

ditambah dengan akuabides sampai tanda batas.

### 3.3 Cara Kerja<sup>(6,7,15,16)</sup>

#### 1. Penentuan Kondisi Optimum

##### Perlakuan Umum :

Memasukan beberapa ml fenol 10 ppb ke dalam corong pemisah, lalu ditambah 50 ml akuades dan ditambah 1,5 ml  $\text{NH}_4\text{Cl}$  10 % serta  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat bertetes-tetes hingga pH tertentu kemudian ditambah 0,3 ml  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  8 % dan 4-AAP 2%. Larutan dikocok selama 2 menit selanjutnya dibiarkan 5 menit, kemudian memasukkan 25 ml  $\text{CHCl}_3$  lalu dikocok. Fase  $\text{CHCl}_3$  dipisahkan serta diukur absorbansinya.

##### a. Panjang Gelombang ( $\lambda$ ) Optimum

Filtrat ditentukan absorbansinya pada  $\lambda$  200-800 nm.

##### b. pH optimum

Dibuat variasi pH pada pH 8, 9, 10, 11,

Filtrat masing-masing diukur absorbansinya.

##### c. Penambahan 4-AAP

Variasi 4-AAP 2 % dilakukan dengan menambahkan 0,1 ml, 0,2 ml, 0,3 ml, 0,4 ml, 0,5 ml, 0,6 ml.

##### d. Kestabilan Senyawa antipirin berwarna dalam akuades

Warna yang terbentuk ditentukan absorbansinya selama 75 menit dengan selang waktu 5 menit.

##### e. Kestabilan senyawa antipirin berwarna dalam $\text{CHCl}_3$

Filtrat ditentukan absorbansinya selama 75 menit dengan selang waktu 5 menit.

## 2. Penentuan Fenol dalam limbah cair

### a. Perlakuan Awal

Limbah cair sebanyak 500 ml yang diambil dari Sungai Kaligawe didiamkan lalu disaring, hasilnya ditambah  $H_3PO_4$  pekat sampai pH = 4 dan 5 ml  $CuSO_4$  10 % lalu didestilasi sampai destilatnya  $\pm$  475 ml, jika destilat masih berwarna ditambah lagi  $H_3PO_4$  pekat dan  $CuSO_4$  10 % pada pH = 4 lalu didestilasi.

### b. Penentuan Kurva Kalibrasi

Sebanyak 0 ml, 4 ml, 6 ml, 8 ml fenol standar 10 ppb, ditambah  $\pm$  50 ml akuades kemudian diperlakukan sesuai perlakuan umum, filtrat ditentukan absorbansinya masing-masing pada  $\lambda$  optimum.

### c. Pengujian Sampel

500 ml destilat (2.a) dan 500 ml aquades diperlakukan sesuai perlakuan umum dengan kondisi optimum yang diperoleh dari langkah No. 1, filtrat ditentukan absorbansinya. Dengan kurva kalibrasi maka kadar fenol dapat ditentukan :

$$\text{ppb} = \frac{\mu\text{g dalam sampel}}{\text{ml contoh yang diukur}} \times 1000 \quad 13$$