

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat-alat

- kolom terbuat dari gelas, diameter dalam 1,4 cm
- stop watch
- gelas ukur 10, 50 ml
- pengaduk gelas
- labu ukur 10, 100, 250, 500 dan 1000 ml
- penampung dari polietilen ukuran 50, 100 ml
- pipet ukur
- pipet tetes
- Metler model AT 200 SNR 11130
- beker gelas 100, 250 ml
- erlenmeyer 100, 250 ml
- Spektrofotometer uv-vis merk Secom 1000 PC
- Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) model AA - 782
buatan Ogawa Seiki Co., Ltd
- pH meter model 420 A dibuat oleh Orion Taiwan

3.2. Bahan-bahan

- kristal $K_2Cr_2O_7$
- kristal $CrCl_3 \cdot 5H_2O$
- HCl pekat 36% buatan Merk
- kristal NaOH

- kristal NaCl
- Resin Amberlite IRA 400 ukuran 20 - 40 mesh
- glasswool
- Akuabides
- kertas pH
- kristal K_2CrO_4
- indikator Phenoptalein

3.3. Cara kerja

3.3.1. Pembuatan larutan stok

- a. Pembuatan larutan stok krom (VI) 1000 ppm.

Sebanyak 2,8280 gram kristal $K_2Cr_2O_7$ dilarutkan dengan akuabides di dalam labu ukur 1000 ml sampai tanda batas.

- b. Pembuatan larutan stok krom (III) 1000 ppm.

Sebanyak 5,5101 gram kristal $CrCl_3 \cdot 5H_2O$ dilarutkan dengan akuabides di dalam labu ukur 1000 ml sampai tanda batas.

- c. Pembuatan larutan stok krom (VI) 1000 ppm dari K_2CrO_4

Sebanyak 3,7400 gram kristal Kalium kromat dilarutkan dengan akuabides di dalam labu takar 1000 ml sampai tanda batas.

3.3.2. Penentuan kapasitas resin

- a. Sebanyak 10 gram resin Amberlite IRA 400 dimasukkan ke

- dalam gelas beker 100 ml.
- b. Akuabides dituangkan ke dalam gelas beker tersebut sambil diaduk, didiamkan beberapa saat lalu didekantasi untuk menghilangkan butiran resin halus yang tidak mengendap. Resin hasil dekantir disaring dan dikeringkan.
 - c. Sebanyak 5 gram resin kering direndam di dalam larutan NaOH 6 M selama 1 jam.
 - d. Ke dalam kolom yang bagian bawahnya disumbat dengan glasswool dan sudah diisi akuabides dimasukkan resin yang telah direndam dengan larutan NaOH 6 M tersebut sedikit demi sedikit.
 - e. Resin di dalam kolom dicuci dengan cara mengalirkan akuabides untuk menghilangkan sisa NaOH yang tidak terikat pada resin. Untuk mengetahui bahwa eluen telah netral, digunakan kertas lakmus sebagai indikator pada tetesan terakhir dari eluat yang keluar.
 - f. Resin di dalam kolom dielusi dengan 100 ml larutan NaCl jenuh sehingga semua OH^- dari resin tersubstitusi oleh Cl^- yang berasal dari larutan NaCl. Untuk mengetahui bahwa eluat netral digunakan kertas lakmus sebagai indikator.
 - g. Eluat yang keluar, yang berupa larutan NaOH diambil 20 ml dan dititrasi dengan larutan standar HCl 1M menggunakan indikator Phenoptalein. Titrasi dilakukan

berulang sebanyak 3 kali.

3.3.3. Pembuatan grafik standar

a. Pembuatan grafik standar krom (VI) dari CrO_4^{2-} .

Dari larutan stok krom (VI) dari K_2CrO_4 1000 ppm dibuat satu seri larutan standar berkonsentrasi 2, 3, 4, 6, 10 ppm dengan cara mengambil 10 ml larutan stok 1000 ppm krom (VI) kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml lalu diencerkan sampai tanda batas, larutan ini adalah larutan krom (VI) 100 ppm. Dari larutan krom (VI) ini dibuat satu seri larutan sebagai berikut :

- membuat larutan standar krom (VI) 2 ppm : mengambil 2 ml larutan krom (VI) 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan sampai tanda batas.
- membuat larutan standar krom (VI) 3 ppm : mengambil 3 ml larutan krom (VI) 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas..
- membuat larutan standar krom (VI) 4 ppm : mengambil 4 ml larutan krom (VI) 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.
- membuat larutan standar krom (VI) 6 ppm : mengambil 6 ml larutan krom (VI) 100 ppm, kemudian dimasukkan ke

dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

- membuat larutan standar krom (VI) 10 ppm : mengambil 10 ml larutan krom (VI) 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas..

Dari larutan seri yang telah dibuat, kemudian dianalisa dengan Spektrofotometri uv-vis pada $\lambda = 371$ nm. Dari data konsentrasi standar yang diperoleh, dibuat kurva standar A vs C.

b. Pemuatan grafik standar krom (III) sebagai Cr^{3+} .

Dari larutan stok krom (III) dari $\text{CrCl}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 1000 ppm, dibuat larutan krom (III) 100 ppm dengan cara mengambil 10 ml larutan stok tersebut, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan sampai tanda batas. Dari larutan krom (III) tersebut dibuat larutan seri berkonsentrasi 5, 10, 15, 20 ppm.

- membuat larutan standar krom (III) 5 ppm : mengambil 5 ml larutan krom (III) 100 ppm, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.
- membuat larutan standar krom (III) 10 ppm mengambil 10 ml larutan krom (III) 100 ppm lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

- membuat larutan standar krom (III) 15 ppm mengambil 15 ml larutan krom (III) 100 ppm lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, kemudian diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.
- membuat larutan standar krom (III) 20 ppm mengambil larutan krom (III) 100 ppm, lalu dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, kemudian diencerkan dengan akuabides sampa tanda batas.

Dari larutan seri tersebut dianalisa dengan Spetrofotometri Serapan Atom pada $\lambda = 358,5$ nm. Dari data konsentrasi standar yang diperoleh dibuat kurva standar A vs C.

3.3.4. Pemisahan krom (VI) dan krom (III)

- a. Sebanyak 20 gram resin Amberlite IRA 400 ukuran 20 - 40 mesh di dalam gelas beker dituangi akuabides sambil diaduk. Resin dibiarkan beberapa saat sampai mengendap, kemudian didekantasi untuk menghilangkan butiran resin yang tidak mengendap. Resin hasil dekantasi, disaring dan dikeringkan.
- b. Sebanyak 16 gram resin kering dimasukkan ke dalam gelas beker kemudian dituangi larutan NaOH 6M sambil diaduk. Perendaman dilakukan selama 2 jam agar semua resin mengikat OH^- , kemudian dimasukkan ke dalam kolom penukar ion.

- c. Kolom berisi resin yang telah direndam tersebut dicuci dengan mengalirkan akuabides untuk menghilangkan sisa NaOH yang tidak terikat oleh resin, kemudian di bagian atas kolom ditutup dengan glasswool.
- d. Ke dalam kolom dialiri larutan HCl 2M sehingga ion OH^- yang terikat pada resin tergantikan oleh Cl^- . Kertas lakmus digunakan sebagai indikator untuk mengetahui eluen bersifat asam, kemudian kolom dialiri akuabides sampai eluen bersifat netral.
- e. Campuran 30 ppm krom (III) 10 ml dan 30 ppm krom (VI) 10 ml dimasukkan ke dalam kolom tersebut sedikit demi sedikit.
- f. Krom (III) di dalam kolom dielusi dengan akuabides 80 ml untuk krom (III).
- g. Kecepatan alir diatur 1 ml/menit. Pengaturan kecepatan

Tabel 3.1. Kondisi variabel yang tetap pada proses pemisahan krom (III) dan krom (VI)

variabel	kondisi
panjang kolom	18 cm
diameter kolom	1,4 cm
jenis resin	Amberlite IRA 400 20-40 mesh
laju alir eluen	1 ml/menit
volume eluen	80 ml

3.3.5. Pengaruh konsentrasi eluen NaOH terhadap waktu elusi krom (VI) pada laju alir 1 ml /menit.

Langkah 3.3.4. (a s/d g) dilakukan kembali sampai 4 kali kemudian krom (VI) yang terikat oleh resin dielusi dengan 100 ml larutan NaOH dengan konsentrasi berturut-turut 1 M, 1,5 M, 2 M, dan 3 M

3.3.6. Pengaruh konsentrasi eluen NaOH terhadap waktu elusi krom (VI) pada laju alir 3 ml/menit.

Langkah 3.3.4. (a s/d g) dilakukan kembali dengan kecepatan alir diatur 3 ml/menit sampai 4 kali, kemudian krom (VI) yang terikat oleh resin dielusi dengan 100 ml larutan NaOH dengan konsentrasi berturut-turut 1 M, 1,5 M, 2 M dan 3 M.

3.3.7. Pengaruh konsentrasi eluen NaOH terhadap waktu elusi krom (VI) pada laju alir 6 ml/menit.

Langkah 3.3.4. a s/d g dilakukan kembali sampai 4 kali dengan kecepatan alir eluatnya diatur 6 ml/menit, kemudian krom (VI) yang terikat oleh resin dielusi dengan 100 ml larutan NaOH dengan konsentrasi berturut-turut 1 ; 1,5 ; 2, dan 3 M.

Tabel 3.2. Kondisi variabel yang tetap pada variasi konsentrasi eluen NaOH dan laju alir.

variabel	kondisi
panjang kolom	18 cm
diameter kolom	1,4 cm
jenis resin	Ambortite IRA 400
volume eluen	100 ml
jumlah cuplikan	30 ppm, 10 ml (µgram)