

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Kandungan besi total sebelum dan sesudah perlakuan ditentukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom.

3.1. Parameter Penelitian

3.1.1. Parameter yang dinilai

- kandungan unsur Fe sebelum dan sesudah perlakuan.

3.1.2. Variabel bebas

- Konsentrasi asam klorida
- Waktu reaksi

3.1.3. Variabel tetap

- a. Suhu dan kecepatan penggojog
- b. Berat lempung kaolinit

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat-alat yang digunakan

1. Penggerus
2. Neraca Analit
3. Oven
4. Penggojog
5. Erlenmeyer
6. Gelas Piala

7. Pipet Tetes
8. Corong Gelas dan Corong Plastik
9. Labu Takar
10. Pipet Volum
11. Cawan porselin
12. Bejana Plastik
13. Kertas Saring
14. AAS merk Perkin Elmer 3110

3.2.2. Bahan yang digunakan

1. Aquabides
2. Lempung yang berasal dari daerah Plered Purwokerto
3. Aquades
4. Larutan asam klorida 37 %
5. Larutan Ferri Nitrat ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) standar 1000 ppm
6. Larutan asam Fluorida (HF) 40 %
7. Larutan AlCl_3 25 %

3.3. Persiapan Sampel

3.4. Cara Kerja

Penelitian dilakukan melalui eksperimen di laboratorium. Langkah-langkahnya meliputi :

1. Pembuatan larutan asam klorida 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 M.
2. Pembuatan larutan standar Fe 5 ppm dan 15 ppm.
3. Persiapan dan destruksi sampel.

4. Analisis kadar besi total dalam sampel hasil destruksi, memakai AAS.
5. Pengurangan kandungan besi dalam sampel dengan asam klorida, dengan variasi konsentrasi asam klorida dan waktu kontak.
6. Analisis kadar besi yang dibebaskan dari sampel setelah perlakuan.

3.4.1. Pembuatan larutan asam klorida 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 M.

1. Sebanyak 198,95 mL asam klorida 37 % dimasukkan ke dalam gelas piala 500 mL. Kemudian ditambah aquabides hingga volume menjadi 300 mL, untuk mendapatkan asam klorida 8 M.
2. Dari larutan asam klorida 8 M dibuat larutan asam klorida 1, 2, 3, 4, 5, 6, dan 7 M dengan perbandingan konsentrasi dan volume yang sesuai.

3.4.2. Pembuatan larutan standar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 5 dan 15 ppm

1. Membuat larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 100 ppm dari larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 1000 ppm dengan perbandingan volume 10:1.
2. Dari larutan standar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 100 ppm, dibuat larutan standar $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ dengan konsentrasi masing-masing 5 ppm dan 15 ppm untuk pengukuran absorbansi.

3.4.3. Persiapan dan destruksi sampel

Sampel lempung berupa lempung kaolinit yang berasal dari daerah Plered, Purwokerto. Lempung tersebut diperoleh dari Balai Besar Industri (BBI) Keramik, Bandung. Lempung kaolinit yang akan dianalisis berada dalam keadaan basah, yang diidentifikasi dari warnanya yang coklat tua.

1. Sampel lempung dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C.
2. Sampel yang sudah kering digerus sampai halus.
3. Sebanyak 1 gram sampel lempung ditempatkan dalam bejana plastik.
4. Sampel dalam bejana plastik dituangi campuran 10 mL HF 40 % dengan 10 mL asam klorida 37 %, kemudian ditutup dan ditempatkan di atas penggojog.
5. Sampel digojog selama 1 jam pada kecepatan 150 rpm.
6. Setelah 1 jam, sampel dalam bejana plastik dipindahkan ke dalam gelas piala yang telah berisi 350 mL larutan AlCl_3 25 %.
7. Campuran dalam gelas piala diguncang-guncang lagi selama 30 menit pada kecepatan 150 rpm.
8. Setelah 30 menit campuran diambil dan disaring dengan kertas saring setelah dingin filtrat hasil saringan diencerkan menjadi 500 mL.

3.4.4. Menetapkan kadar besi total menggunakan AAS

1. Sebanyak 10 mL larutan sampel yang berasal dari larutan sampel hasil destruksi diencerkan menjadi 100 mL.
2. Sebanyak 4 ml dari 100 mL larutan hasil pengenceran, diencerkan lagi menjadi 100 mL. Larutan hasil pengenceran terakhir diambil 60 mL untuk penentuan kadar besi totalnya.
3. Kadar besi total diukur memakai AAS pada panjang gelombang 248,3 nm. Pengukuran dilakukan 3 kali.

3.4.5. Pengurangan kadar besi dalam sampel memakai asam klorida

sampel direaksikan dengan asam klorida pada konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 M.

1. Setiap 1 gram sampel direaksikan dengan asam klorida, dengan variasi konsentrasi asam klorida. Reaksi dilakukan dalam erlenmeyer yang tertutup dan diletakkan di atas penggojog pada kecepatan 150 rpm selama 1 jam. Kemudian larutan ditempatkan dalam lemari asam. Setelah itu dilakukan penyaringan dan filtrat disimpan.
2. Sebanyak 10 mL filtrat diambil, kemudian diencerkan menjadi 100 mL. Dari larutan hasil pengenceran tersebut, diambil 4 mL untuk diencerkan kembali hingga menjadi 100 mL. Kemudian 50 mL larutan hasil pengenceran terakhir diambil untuk penentuan kadar besinya memakai AAS.
3. Perlakuan di atas dilakukan sebanyak 3 kali untuk setiap konsentrasi larutan asam klorida yang berbeda

3.4.6. Pengurangan kandungan besi dengan variasi waktu reaksi

Sampel direaksikan dengan larutan asam klorida pada konsentrasi pengurangan kandungan besi maksimum, dengan variasi waktu reaksi 30, 60, 90 dan 120 menit.

1. Menyiapkan 4 (empat) buah erlenmeyer. Ke dalam setiap erlenmeyer dimasukkan 1 gram sampel lempung, kemudian direaksikan dengan larutan asam klorida 5 M (hasil pengukuran pendahuluan).

2. Penggojokan sampel dilakukan dalam erlenmeyer tertutup, di atas penggojog pada kecepatan 150 rpm dengan variasi waktu 30, 60, 90 dan 120 menit.
3. Setiap sampel diambil satu persatu dari tempat penggojogan sesuai lamanya waktu penggojogan. Setelah digojog, sampel disaring. Kemudian, 10 mL filtrat diambil dan diencerkan menjadi 100 mL. Dari larutan hasil pengenceran tersebut, 4 ml larutan diambil untuk diencerkan kembali hingga menjadi 100 mL. Kemudian, 50 mL larutan hasil pengenceran terakhir diambil untuk penentuan kadar besinya dengan AAS.

