

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Kandungan besi total sebelum dan sesudah perlakuan ditentukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Pada bab ini akan diuraikan tentang parameter penelitian, alat dan bahan yang digunakan, persiapan sampel dan cara kerja.

3.1. Parameter Penelitian

3.1.1. Parameter yang dinilai

- Kandungan Fe dalam kaolin sebelum dan sesudah perlakuan dengan HF.

3.1.2. Variabel bebas

- Konsentrasi HF
- Waktu kontak

3.1.3. Variabel yang dikonstantkan

- Suhu dan Kecepatan penggojok
- Berat lempung kaolinit

3.2. Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1. Alat-alat Yang Digunakan

1. Penggerus
2. Neraca Analitis
3. Penggojog (Shaker)
4. Desikator
5. Erlenmeyer
6. Labu takar
7. Cawan porselin
8. Pipet ukur

10. Bejana teflon
11. Kertas saring
12. Botol plastik
13. Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)

3.2.2. Bahan-bahan yang Digunakan

1. Aquabides
2. Larutan HCl 37%
3. $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
4. Larutan HF 50%
5. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

3.3. Persiapan Sampel dan Cara Kerja

3.3.1. Persiapan sampel dan pembuatan reagen.

- a. - Sampel lempung dikeringkan dalam alat pengering pada suhu 105°C .
- Sampel yang sudah kering tersebut digerus sampai halus, kemudian di ayak.
- b. Pembuatan reagen HF 1 s/d 8 Molar.
- Sebanyak 61,85 mL HF 50 % ($\rho=1,55$) dimasukkan dalam wadah plastik 500 mL. Kemudian di tambah aquadest hingga volume menjadi 300 mL untuk mendapatkan HF 8 M.
- Dari larutan HF 8 M dibuat larutan HF 1 s/d 7 M dengan perbandingan konsentrasi dan volume (pengenceran).
- c. Pembuatan larutan standar Fe 5 ppm dan 15 ppm
- Dari larutan standar Fe 1000 ppm yang telah tersedia, dibuat larutan standar 5 ppm dan 15 ppm dengan masing-masing 100 mL.

3.3.2. Cara Kerja

3.3.2.1. Penentuan Fe dalam sampel awal.

a. Destruksi sampel

- Sebanyak 1 gram sampel kaolin ditempatkan dalam bejana teflon dan ditambahkan 5 tetes aquades.
- Sampel dalam bejana teflon dituangi campuran 10 mL HF 50 % dan 10 mL HCl 37 % kemudian ditutup dan ditempatkan dalam penggojog.
- Suhu penggojog diatur 75°C dan sampel dibiarkan tergojok selama 1 jam.
- Setelah 1 jam, sampel dalam bejana teflon didinginkan, didekantasi dan kemudian dibilas dengan 350 mL larutan AlCl_3 25 % .
- Campuran digojok - gojok lagi selama 30 menit pada suhu 75°C .
- Setelah 30 menit campuran diambil kemudian diencerkan menjadi 500 mL dengan aquades.

b. Pengukuran Fe total dengan AAS.

- Diambil 10 mL larutan sampel yang berasal dari 500 mL larutan sampel hasil destruksi, kemudian diencerkan sampai 100 mL. Kemudian dari 100 mL di ambil 4 mL untuk diencerkan menjadi 100 mL, sehingga total pengenceran adalah 250 kali.
- Konsentrasi besi diukur dengan AAS pada panjang gelombang 248,3 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali dengan metode

kurva standar.

3.3.2.2. Proses pengurangan Fe dalam sampel oleh HF

a. Pengaruh konsentrasi HF terhadap pengurangan Fe dalam sampel.

- Setiap 1 gram sampel ditambah dengan 25 mL larutan HF pada masing - masing konsentrasi HF 1 s/d 8 Molar. Reaksi dilakukan dalam botol plastik, kemudian dimasukkan dalam shaker pada suhu kamar dan kecepatannya 250 rpm. Kemudian dilakukan penggojokkan selama 60 menit.

- Kemudian larutan hasil penggojokkan disaring.

-- Sebanyak 10 mL larutan sampel hasil penyaringan diambil kemudian diencerkan menjadi 100 mL. Dari 100 mL ini diambil 5 mL kemudian diencerkan menjadi 100 mL. Sehingga total pengenceran adalah 200 kali.

- Analisa kadar Fe dalam sampel dengan AAS. Sebanyak 50 mL dari sampel dianalisa dengan AAS. Dari hasil pengukuran ini akan didapatkan *konsentrasi HF optimum*.

b. Pengaruh waktu kontak sampel dengan HF 7 M

- Setiap 1 gram sampel ditambahkan 25 mL HF pada *konsentrasi HF optimum*. Reaksi dilakukan dalam botol plastik, kemudian dimasukkan dalam shaker pada suhu kamar dan

kecepatan 250 rpm. Kemudian dilakukan penggojokkan selama 30, 60, 90, 120, 150, 180 menit.

- Kemudian larutan sampel yang telah mengalami perlakuan di atas, disaring dan filtrat diencerkan sampai 200 kali
- Analisa kadar Fe dalam sampel dengan AAS. Sebanyak 50 mL dari sampel diambil untuk dianalisa dengan AAS dari hasil pengukuran di atas akan didapatkan *waktu kontak optimum*.

3.3.2.3. Pengukuran Fe pada sampel setelah perlakuan dengan HF 7 M dan waktu kontak 90 menit.

- Sampel di ambil dari sisa sampel hasil kontak dengan HF 7 M selama 90 menit
- Sampel dikeringkan, kemudian ditimbang dan didestruksi.
- Hasil destruksi diencerkan hingga 250 kali
- Dilakukan pengukuran kadar Fe-nya dgn AAS
- Hasil pengukuran yang diperoleh dibandingkan dengan kadar Fe dalam sampel awal.