

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Alat dan Bahan

a. Alat :

- Gelas piala
- Labu takar, 100,500 dan 1000 mL
- Corong pisah, 250 mL
- Pipet tetes
- Pipet volum
- Botol semprot
- Neraca analitik
- Stop watch
- pH meter
- Seperangkat alat AAS

b. Bahan :

- Aquabides
- Asam nitrat pekat (HNO_3)
- Ammonium Pirolidin Ditio Carbamat (APDC)
- Diammonium Dietil Ditio Carbamat (DDDC)
- Metil Iso Butil Keton (MIBK)
- Padatan Kadmium (Cd)
- Asam Acetat 96% (CH_3COOH)
- Natrium Acetat ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)

3.2. Cara Kerja

1. Sediaan Larutan

- Larutan APDC 4%

sebanyak 4 g APDC dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas

- Larutan DDDC 4%

sebanyak 4 g DDDC dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas

- Larutan APDC/DDDC (1:1) 4%

sebanyak 2 g APDC dan 2 g DDDC dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas

- Larutan APDC/DDDC (2:1) 4%

sebanyak 2,67 g APDC dan 1,33 g DDDC dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas

- Larutan APDC/DDDC (1:2) 4%

sebanyak 1,33 g APDC dan 2,67 g DDDC dimasukkan dalam labu ukur 100 mL kemudian dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas

- Larutan Asam Acetat 0,2 M

sebanyak 11,55 mL larutan CH_3COOH 96% dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas

- Larutan Natrium Acetat 0,2 M
sebanyak 27,2 gram $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ke dalam labu ukur 1000 mL dan dilarutkan dengan aquabides sampai tanda batas
- Larutan Buffer Acetat pH 3,6
sebanyak 46,3 mL larutan Asam Acetat 0,2 M dan 3,7 mL larutan Natrium Acetat 0,2 M dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- Larutan induk logam Cd 1000 ppm
sebanyak 1 gr logam Cd dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL kemudian dilarutkan dengan 200 mL aquabides dan 1,5 mL HNO_3 pekat, larutan dikocok kemudian ditambahkan aquabides hingga tanda batas.
- Larutan baku logam Cd 10 ppm
sebanyak 1 mL larutan diambil dari larutan induk 1000 ppm dimasukan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas.
- Larutan baku logam Cd 1 ppm
sebanyak 10 mL larutan diambil dari larutan baku 10 ppm, dimasukan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas.

2. Penentuan Logam Cd tanpa ekstraksi

- sebanyak 0,5; 2,5; 5; 25; 50 mL larutan diambil dari larutan baku 10 ppm, dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda

batas.

- larutan siap diukur absorbansinya.

3. Penentuan Logam Cd dengan Pengompleks APDC

a. Pembuatan larutan untuk penentuan pH optimum

- sebanyak 5 mL larutan baku 1 ppm, dimasukan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan HNO_3 1 N hingga pHnya menjadi 2, 3, 4 dan 5
- ke dalam masing-masing corong pisah dimasukan 1 mL larutan APDC dan 10 ml larutan MIBK kemudian larutan dikocok selama 30 detik
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dengan fasa organik, dibuang fasa airnya
- larutan siap diukur absorbansinya

b. Pembuatan larutan blanko siap ukur

- sebanyak 100 mL aquabides dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan HNO_3 1 N sehingga pHnya menjadi 4
- ke dalam corong pisah dimasukan 1 mL larutan APDC dan 10 mL larutan MIBK, larutan dikocok selama 30 detik.
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- larutan siap diukur absorbansinya.

c. Pembuatan larutan sampel siap ukur

- sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 mL dari larutan baku 1 ppm, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan HNO_3 1N sehingga pHnya menjadi 4
- ke dalam corong pisah dimasukkan 1 mL larutan APDC dan 10 mL larutan MIBK dan larutan dikocok selama 30 detik
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- larutan siap diukur absorbansinya

4. Pengujian Logam Cd dengan Pengompleks DDDC**a. Pembuatan larutan untuk penentuan pH optimum**

- sebanyak 5 mL larutan baku 1 ppm, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan HNO_3 1 N hingga pHnya menjadi 2, 3, 4 dan 5
- ke dalam masing-masing corong pisah dimasukkan 1 mL larutan DDDC dan 10 ml larutan MIBK kemudian larutan dikocok selama 30 detik
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dengan fasa organik, dibuang fasa airnya
- larutan siap diukur absorbansinya

b. Pembuatan larutan blanko siap ukur

- sebanyak 100 mL aquabides dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan HNO_3 1 N sehingga pHnya menjadi 4
- ke dalam corong pisah dimasukan 1 mL larutan DDDC dan 10 mL larutan MIBK, larutan dikocok selama 30 detik.
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- larutan siap diukur absorbansinya.

c. Pembuatan larutan sampel siap ukur

- sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 mL dari larutan baku 1 ppm, dimasukan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dimasukan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan HNO_3 1N sehingga pHnya menjadi 4
- ke dalam corong pisah dimasukan 1 mL larutan DDDC dan 10 mL larutan MIBK dan larutan dikocok selama 30 detik
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- larutan siap diukur absorbansinya

5. Penentuan Logam Cd dengan Pengompleks APDC/DDDC (1:1)**a. Pembuatan larutan untuk penentuan pH optimum**

- sebanyak 5 mL larutan baku 1 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas

- larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4, 4,5 dan 5
 - ke dalam masing-masing corong pisah dimasukan 2 mL larutan APDC/DDDC (1:1) dan 20 mL larutan MIBK, dikocok selama 120 detik
 - larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
 - ke dalam fasa organik ditambahkan 0,5 mL HNO₃ pekat, larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
 - kemudian ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan dibuang fasa organiknya
 - larutan siap diukur absorbansinya
- b. Pembuatan larutan blanko siap ukur**
- sebanyak 100 mL aquabides dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4
 - ke dalam corong pisah dimasukkan 2 mL larutan APDC/DDDC (1:1) dan 20 mL larutan MIBK, larutan dikocok selama 120 detik
 - larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, di buang fasa airnya
 - ke dalam fasa organik dimasukkan 0,5 mL HNO₃ pekat larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
 - ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan dibuang fasa organiknya
 - larutan siap diukur absorbansinya

c. Pembuatan larutan sampel Cd siap ukur

- sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 mL larutan baku 1 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4
- ke dalam corong pisah dimasukan 2 mL larutan APDC/DDDC (1:1) dan 20 mL MIBK, larutan dikocok selama 120 detik
- larutan didiamkan agar terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- ke dalam fasa organik ditambahkan 0,5 mL HNO_3 pekat, larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
- ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan di buang fasa organiknya
- larutan siap diukur absorbansinya

6. Penentuan Logam Cd dengan Pengompleks APDC/DDDC (2:1)

a. Pembuatan larutan untuk penentuan pH optimum

- sebanyak 5 mL larutan baku 1 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4, 4,5 dan 5
- ke dalam masing-masing corong pisah dimasukan 2 mL larutan APDC/DDDC (2:1) dan 20 mL larutan MIBK,

dikocok selama 120 detik

- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- ke dalam fasa organik ditambahkan 0,5 mL HNO_3 pekat, larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
- kemudian ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan dibuang fasa organiknya
- larutan siap diukur absorbansinya

b. Pembuatan larutan blanko siap ukur

- sebanyak 100 mL aquabides dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4,5
- ke dalam corong pisah dimasukkan 2 mL larutan APDC/DDDC (2:1) dan 20 mL larutan MIBK, larutan dikocok selama 120 detik
- larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, di buang fasa airnya
- ke dalam fasa organik dimasukkan 0,5 mL HNO_3 pekat larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
- ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan dibuang fasa organiknya
- larutan siap diukur absorbansinya

c. Pembuatan larutan sampel Cd siap ukur

- sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 mL larutan baku 1 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
- larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL dan

- ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4,5
- ke dalam corong pisah dimasukan 2 mL larutan APDC/DDDC (2:1) dan 20 mL MIBK, larutan dikocok selama 120 detik
 - larutan didiamkan agar terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
 - ke dalam fasa organik ditambahkan 0,5 mL HNO₃ pekat, larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
 - ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan di buang fasa organiknya
 - larutan siap diukur absorbansinya

7. Penentuan Logam Cd dengan Pengompleks APDC/DDDC (1:2)

- a. Pembuatan larutan untuk penentuan pH optimum
- sebanyak 5 mL larutan baku 1 ppm dimasukan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
 - larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL kemudian ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4, 4,5 dan 5
 - ke dalam masing-masing corong pisah dimasukan 2 mL larutan APDC/DDDC (1:2) dan 20 mL larutan MIBK, dikocok selama 120 detik
 - larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
 - ke dalam fasa organik ditambahkan 0,5 mL HNO₃ pekat, larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit

- kemudian ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan dibuang fasa organiknya
- larutan siap diukur absorbansinya
- b. Pembuatan larutan blanko siap ukur**
 - sebanyak 100 mL aquabides dimasukkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4,5
 - ke dalam corong pisah dimasukkan 2 mL larutan APDC/DDDC (1:2) dan 20 mL larutan MIBK, larutan dikocok selama 120 detik
 - larutan didiamkan sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa organik, di buang fasa airnya
 - ke dalam fasa organik dimasukkan 0,5 mL HNO_3 pekat larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
 - ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan dibuang fasa organiknya
 - larutan siap diukur absorbansinya
- c. Pembuatan larutan sampel Cd siap ukur**
 - sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; 5 mL larutan baku 1 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquabides hingga tanda batas
 - larutan dipindahkan ke dalam corong pisah 250 mL dan ditambahkan buffer acetat sehingga pHnya menjadi 4,5
 - ke dalam corong pisah dimasukan 2 mL larutan APDC/DDDC (1:2) dan 20 mL MIBK, larutan dikocok selama 120 detik
 - larutan didiamkan agar terjadi pemisahan antara fasa

- air dan fasa organik, dibuang fasa airnya
- ke dalam fasa organik ditambahkan 0,5 mL HNO_3 pekat, larutan dikocok dan dibiarkan selama 20 menit
 - ditambahkan 9,5 mL aquabides, larutan dikocok selama 30 detik dan di buang fasa organiknya
 - larutan siap diukur absorbansinya

