

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Sampel yang mengandung Krom (VI) dipisahkan dari kation-kation logam lain yang mungkin mengganggu melalui ekstraksi pelarut. Mula-mula kation-kation tersebut dikomplekskan dengan kupferron lalu diekstraksi memakai kloroform. Krom (VI) yang berada dalam fasa air dikomplekskan dengan reagen difenilkarbasida lalu konsentrasinya ditentukan melalui spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm.

#### 3.1. Variabel Penelitian

Variabel dalam penelitian adalah :

##### 1. Variabel yang dikonstankan :

- volume sampel.
- banyaknya kupferron yang dipakai.
- volume kloroform.
- volume difenilkarbasida.

##### 2. Variabel bebas :

- pH larutan untuk pengambilan kation-kation logam pengganggu.
- jumlah pengulangan ekstraksi.

##### 3. Variabel yang dinilai :

- kadar Krom (VI) yang terukur dalam sampel.

### 3.2. Alat - Alat

Alat-alat yang digunakan :

- Kertas saring
- pH meter Hanna
- Pipet volum 5 mL
- Erlenmeyer 125 mL
- Corong pemisah 125 mL
- Labu takar 1000 mL dan 100 mL
- Neraca analitik Kern 870
- Lampu spiritus
- Pengaduk
- Statif dan klem
- Spektrofotometer UV - Vis 1201, Shimadzu

### 3.3. Bahan-Bahan

Bahan-bahan yang dipakai :

- Kristal  $K_2Cr_2O_7$  (pa)
- Kristal  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$  (pa)
- Kristal  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  (pa)
- Larutan  $HNO_3$  pekat (pa)
- Larutan  $H_2SO_4$  pekat (pa)
- Larutan kupferron 5%
- Larutan difenilkarbasida 0,5%
- Aseton (pa)
- Kloroform (pa)
- Akuabides

### 3.4. Lokasi Pengambilan Sampel

Pemilihan lokasi pengambilan sampel didasarkan :

1. Sungai Banjir Kanal Timur Semarang berhulu di daerah perbukitan Kodia Semarang, Jateng, melalui daerah pemukiman dan melewati kawasan industri merupakan salah satu sungai yang banyak menerima beban limbah cair dari berbagai industri yang ada di sekitarnya, sehingga dimanfaatkan sebagai tempat pembuangan limbah ke dalam sungai.
2. Di daerah muara sungai terdapat kegiatan budidaya ikan di tambak.

Pengambilan sampel dilakukan di beberapa stasiun pengamatan yang ditentukan berdasarkan pertimbangan terwakilinya gambaran keadaan perairan muara sungai, terutama berkaitan dengan kegiatan pembuangan limbah ke dalam sungai.

### 3.5. Cara Kerja

#### 3.5.1. Pembuatan Larutan Stok

- a. Pembuatan Larutan Stok Krom (VI) 1000 ppm

Menimbang 2,827 g kristal  $K_2Cr_2O_7$  dilarutkan dengan akuabides di dalam labu takar 1 L dan diencerkan sampai tanda batas.

- b. Pembuatan Larutan Stok Fe (III) 1000 ppm

Menimbang 4,83 g kristal  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  dilarutkan dengan akuabides dan beberapa tetes HCl dimasukkan dalam

- labu takar 1 L dan diencerkan sampai tanda batas.
- c. Pembuatan Larutan Stok Cu (II) 1000 ppm  
Menimbang 3,93 g kristal  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dengan akuabides dan beberapa tetes  $\text{H}_2\text{SO}_4$  di masukkan dalam labu takar 1 L dan diencerkan sampai tanda batas.
- d. Pembuatan Larutan Campuran Krom (VI), Fe (III) dan Cu (II) berturut-turut dengan konsentrasi 3 ppm, 200 ppm dan 200 ppm dengan perbandingan volume 1:1:1.
- Membuat larutan Krom (VI) dengan konsentrasi 9 ppm  
Mengambil 9 mL larutan Krom (VI) berkonsentrasi 100 ppm kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.
  - Membuat larutan Fe (III) dengan konsentrasi 600 ppm  
Mengambil sebanyak 60 mL larutan stok Fe (III) berkonsentrasi 1000 ppm kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.
  - Membuat larutan Cu (II) dengan konsentrasi 600 ppm  
Mengambil sebanyak 60 mL larutan stok Cu (II) berkonsentrasi 1000 ppm kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas.

Larutan Krom (VI), Fe (III) dan Cu (II) dengan konsentrasi berturut-turut 9 ppm, 600 ppm dan 600 ppm masing-masing dengan volume 100 mL dimasukkan dalam suatu gelas beker sehingga konsentrasi Krom (VI), Fe

(III) dan Cu (II) masing-masing berturut-turut menjadi 3 ppm, 200 ppm dan 200 ppm.

e. Pembuatan Larutan kupferron 5%

Menimbang 5 g kristal kupferron dilarutkan dengan akuabides di dalam labu takar 100 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

c. Pembuatan larutan difenilkarbasida 0,5%

Melarutkan 250 mg difenilkarbasida dalam 50 mL aseton. Larutan disimpan dalam botol berwarna coklat.

### 3.5.2. Penentuan panjang Gelombang Optimum ( $\lambda$ optimum)

Larutan Krom (VI) berkonsentrasi 1 ppm sebanyak 50 mL direaksikan dengan 2 mL difenilkarbasida dalam larutan asam ( $\text{pH} = 1,0 \pm 0,3$ ) dan diukur absorbansinya dalam suatu kisaran panjang gelombang serapan unsur yang dianalisis (500-570 nm). Panjang gelombang optimum ditandai oleh terjadinya absorbansi terbesar.

### 3.5.3. Pembuatan Kurva Larutan Standar Krom (VI)

Dari larutan stok Krom (VI) dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat larutan standar Krom (VI) berkonsentrasi 100 ppm dengan cara mengambil 10 mL larutan stok Krom (VI) berkonsentrasi 1000 ppm kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan sampai tanda batas, larutan tersebut adalah larutan Krom (VI) dengan konsentrasi 100 ppm. Dari larutan Krom (VI) yang

berkonsentrasi 100 ppm dibuat larutan Krom (VI) yang berkonsentrasi 10 ppm dengan cara mengambil 10 mL larutan Krom (VI) dengan konsentrasi 100 ppm kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan sampai tanda batas. Larutan tersebut adalah larutan Krom (VI) dengan konsentrasi 10 ppm. Dari larutan tersebut dibuat suatu seri larutan standar Krom (VI) berkonsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9 dan 1,0 ppm dengan cara mengambil 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 mL larutan Krom (VI) yang berkonsentrasi 10 ppm kemudian dimasukkan dalam labu takar 100 mL lalu diencerkan sampai tanda batas. Masing-masing larutan standar Krom (VI) tersebut sebanyak 50 mL direaksikan dengan 2 mL difenilkarbasida dalam larutan asam ( $\text{pH} = 1,0 \pm 0,3$ ) dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang optimum yang diperoleh.

#### 3.5.4. Penentuan pH Optimum untuk Pengambilan Kation Logam Pengganggu

Optimasi pH dilakukan pada larutan buatan yang mengandung campuran larutan Krom (VI), Fe (III) dan Cu (II) dengan konsentrasi berturut-turut 3 ppm, 200 ppm dan 200 ppm dengan perbandingan volume 1:1:1 .

Analisis sampel dilakukan sebagai berikut :

1. Tujuh sampel masing-masing sebanyak 50 mL dimasukkan dalam erlenmeyer 125 mL, selanjutnya sampel diasamkan

dengan  $\text{HNO}_3$  pekat dengan variasi pH = 1,5; 1,7; 1,9; 2; 2,5; 3; dan 4.

2. Menambahkan 5 mL larutan kupferron 5% ke dalam masing-masing sampel di erlenmeyer tersebut. Larutan kemudian diaduk selama 5 menit dan selanjutnya didinginkan sampai suhu  $20^\circ\text{C}$ .
3. Memasukkan larutan dingin ke dalam corong pemisah 125 mL dan menambahkan 5 mL kloroform, selanjutnya dilakukan ekstraksi larutan selama 5 menit. Larutan dibiarkan agar fasa organik dan fasa air terpisah.
4. Fasa air ditampung dalam erlenmeyer 125 mL, dipanaskan pada  $\pm 65^\circ\text{C}$  selama lima menit, selanjutnya larutan didinginkan.
5. Ke dalam larutan yang telah dingin dilakukan penambahan 1 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, selanjutnya dilakukan pemanasan ( $\pm 65^\circ\text{C}$ ) dan pendinginan ( $20^\circ\text{C}$ ).
6. Pada fasa air dilakukan penambahan lagi dengan 1 mL  $\text{HNO}_3$  pekat yang dilanjutkan dengan pemanasan untuk menguapkan semua zat-zat organik kemudian larutan didinginkan kembali. Perlakuan pemanasan dan pendinginan diulangi sekali lagi untuk menguapkan sisa  $\text{SO}_3$  dan  $\text{HNO}_3$  yang masih ada.
7. Larutan yang telah dingin kemudian diasamkan dengan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat hingga pH =  $1,0 \pm 0,3$ . Selanjutnya dilakukan penambahan 2 mL difenilkarbasida. Larutan

didiamkan 5 sampai 10 menit untuk kemudian dilakukan pengukuran absorbansi Krom (VI)nya dengan menggunakan spektrofotometer UV - Vis pada panjang gelombang optimum yang diperoleh.

### 3.5.5. Penentuan Jumlah Pengulangan Ekstraksi

#### 3.5.5.1. Penentuan Krom (VI) dalam sampel tanpa ekstraksi

Pada 50 mL sampel yang telah disaring dengan kertas saring didestruksi dengan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , selanjutnya dilakukan penambahan dengan 2 mL difenilkarbasida dalam larutan asam ( $\text{pH} = 1,0 \pm 0,3$ ). Larutan didiamkan 5 sampai 10 menit untuk kemudian dilakukan pengukuran absorbansi Krom (VI) dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum yang diperoleh.

#### 3.5.5.2. Optimasi Jumlah Pengulangan ekstraksi

Optimasi ekstraksi dilakukan untuk salah satu posisi air muara yang akan dianalisis pada panjang gelombang dan pH optimum yang diperoleh.

Pada 50 mL sampel air muara yang telah disaring, diasamkan dengan  $\text{HNO}_3$  pekat sampai pH optimum yang diperoleh. Penghilangan kation-kation logam pengganggu dalam sampel yang mengandung Krom (VI) dilakukan dengan penambahan 5 mL kupferron dan diekstraksi dengan 5 mL



kloroform. Setelah pengerjaan terhadap sampel sebagaimana nomer 3.5.4, fasa air yang terpisah dari fasa organik ditampung dalam erlenmeyer 125 mL sebagai larutan yang telah diekstraksi satu kali kemudian sampel diperlakukan segaimana nomer 3.5.4. di atas. Setelah penambahan 2 mL difenilkarbasida dalam larutan asam pada  $\text{pH} = 1,0 \pm 0,3$  dilakukan pengukuran absorbansi Krom (VI) dengan spektrofotometer UV-Vis. Hal yang sama dilakukan pada larutan sampel dengan 2, 3, 4 dan 5 kali ekstraksi. Pada setiap kali ekstraksi, larutan diukur absorbansinya. Jumlah pengulangan ekstraksi optimum ditunjukkan oleh absorbansi larutan terbesar pada panjang gelombang optimum yang diperoleh.

### 3.5.6. Penentuan Krom (VI) pada Sampel

Hasil pengukuran panjang gelombang optimum, pH optimum dan jumlah pengulangan ekstraksi optimum digunakan untuk menganalisis kadar Krom (VI) pada air Muara Sungai Banjir Kanal Timur Semarang.

Sampel yang dianalisis diambil dari muara dan dalam daerah yang berjarak 100 meter sebelum dan sesudah muara masing-masing diambil 3 lokasi yaitu tepi barat, tengah dan tepi timur.

Sebanyak 50 mL sampel air muara sungai yang telah disaring dengan kertas saring dan diasamkan dengan  $\text{HNO}_3$  pekat di tambah dengan 5 mL kupferron dan diperlakukan

sebagaimana perlakuan nomer 3.5.4 di atas, larutan kemudian diekstraks dengan 5 mL kloroform dalam corong pemisah. Larutan didiamkan hingga fasa air dan fasa organik terpisah. Fasa air yang terpisah dari ekstraktannya diperlakukan sama seperti pada perlakuan nomer 3.5.4. di atas. Pengulangan ekstraksi dilakukan berdasarkan hasil jumlah pengulangan ekstraksi optimum yang diperoleh. Setelah penambahan 2 mL difenilkarbasida pada fasa air dalam larutan asam ( $\text{pH} = 1,0 \pm 0,3$ ), larutan didiamkan selama 5 sampai 10 menit untuk kemudian dilakukan pengukuran absorbansi Krom (VI) dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang optimum yang diperoleh.

