

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di laboratorium penelitian Kimia Fisik Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang. Tahap-tahap penelitian yang dilakukan adalah :

- Preparasi Sampel
- Pelarutan TiO_2 dalam Batuan dengan H_2SO_4
- Destruksi Sampel Batuan
- Analisa TiO_2
- Penentuan Waktu Kestabilan Kompleks $\text{Ti}(\text{H}_2\text{O}_2)^{4+}$
- Penentuan Panjang Gelombang Maksimum
- Pembuatan Grafik Standar
- Penentuan Kandungan TiO_2

3.1. Peralatan dan Bahan

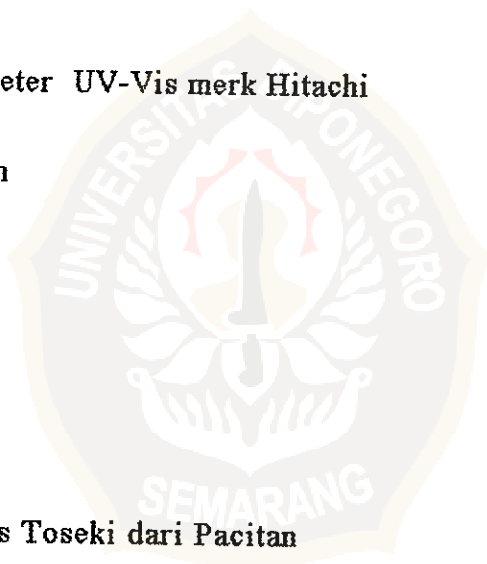
3.1.1. Peralatan

- Alat penyaring atau Tyler Screen
- Gelas beaker 200 mL

- Timbangan analitis
- Cawan porselin bertutup
- Penangas air
- Labu takar
- Pipet ukur
- Labu Kjeldahl
- pH meter merk Orion Research
- Kaca arloji
- Spektrofotometer UV-Vis merk Hitachi
- Bejana Teflon
- Oven

3.1.2. Bahan-bahan

- Batuan Sejenis Toseki dari Pacitan
- Akuades
- HF 40 % (pa)
- H₂SO₄ 98 % (pa)
- H₂O₂ 30 % (pa)



- H_3PO_4 85 % (pa)
- HNO_3 65 % (pa)
- HCl 37 % (pa)
- $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

3.2. Preparasi Sampel

Sampel batuan yang digunakan diambil dari Laboratorium Teknologi Keramik dan Gelas Bandung pada bulan Maret 1997.

Preparasi sampel batuan dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

1. *Penggilingan*

Batuan digiling/dipecah-pecah menjadi butiran kerikil berukuran kurang lebih (-40 +60 mesh).

2. *Pencucian*

Pencucian dilakukan dengan air bersih. Penelitian dimaksudkan untuk menghilangkan atau mengurangi lempung (ball clay) sebanyak mungkin.

3. *Pengeringan*

Semua sampel yang dicuci kemudian dikeringkan dalam Oven pada suhu $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 1 jam.

4. Pengayakan

Batuan diayak dengan alat penyaring (Tyler Screen) dengan ukuran (-40+60 mesh). Batuan siap digunakan sebagai sampel.

3.3. Pembuatan larutan pereaksi

1. Larutan standar TiO_2

Satu gram TiO_2 dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan dicampur dengan 10 gr $(NH_4)_2SO_4$ dan 25 mL H_2SO_4 98% kemudian dipanaskan langsung di atas api sambil diaduk. Pemanasan ini dikerjakan sampai semua zat larut. Sesudah dingin dipindahkan ke dalam beaker gelas yang telah berisi 450 mL akuades sambil diaduk, kemudian labu erlenmeyer dibersihkan dengan H_2SO_4 (5 : 95). Larutan dalam gelas piala didiamkan \pm 24 jam. Setelah itu disaring dengan kertas Whatman no. 42 dan dicuci dengan H_2SO_4 (5 : 95). Filtrat ditampung dalam labu 1 liter, kemudian diencerkan dengan H_2SO_4 (5 : 95) sampai batas. Larutan tersebut diambil 25 mL dan diencerkan menjadi 250 mL dalam labu ukur yang telah berisi 5 mL larutan H_2SO_4 (1 : 1).

2. Larutan H_2O_2 6%

Ke dalam labu ukur 100 mL dicampur 10 mL H_2SO_4 98%, 12 mL H_3PO_4 85% dan 20 mL H_2O_2 30%. Kemudian diencerkan sampai batas.

3.4. Pelarutan TiO_2 dalam Batuan dengan H_2SO_4 pada Suhu $110^\circ - 120^\circ \text{C}$

Sampel batuan "A" dalam bentuk butiran berukuran (-40 +60 mesh) ditimbang 1 gram untuk dianalisa kimia untuk mengetahui kadar titanium oksidanya sebelum dilakukan proses perendaman. Sementara itu dibuat tiga macam kepekatan asam sulfat yaitu 10%, 20%, dan 30%. Sampel batuan B, E, dan H dimasukkan ke dalam gelas beaker I, II, dan III. Setelah itu larutan asam sulfat tersebut juga dimasukkan ke dalam gelas beaker dengan jumlah yang sama. Setelah itu dipanaskan pada temperatur $110^\circ - 120^\circ \text{C}$ selama 15 menit. Kemudian perlakuan ini diulangi untuk sampel C, F, dan I dengan pemanasan selama 30 menit serta sampel D, G, dan J dengan pemanasan 45 menit.

3.5. Destruksi Sampel Batuan

1. Sampel sebanyak 0,207 gram sampel ditempatkan dalam bejana teflon tertutup, kemudian dibasahi dengan akuades dan ditambah 10 mL HF(p) sedikit demi sedikit, kemudian bejana teflon ditutup dan penambahan selanjutnya dilakukan setelah reaksi berlangsung lambat, setelah itu ke dalam setiap bejana teflon ditambah 3 mL H_2SO_4 (p), dan ditutup serta dibiarkan selama satu malam.
2. Bejana teflon dan isinya dipanaskan dalam penangas pasir sampai volume larutan ± 3 mL, kemudian ditambah HNO_3 (p) dengan hati-hati.

3. Pemanasan dilanjutkan sampai timbul asap putih yang cukup banyak, setelah itu dibiarkan sampai dingin.
4. Isi bejana teflon dipindahkan dalam bejana plastik, dan diencerkan menjadi 100 mL. Larutan tersebut kemudian dididihkan sampai larutan menjadi jernih.

3.6. Analisa TiO_2 dengan Alat UV-Vis.

Dalam penentuan TiO_2 ini perlu dilakukan penentuan kondisi optimum yaitu waktu kesetabilan, panjang gelombang maksimum, dan jumlah minimum penambahan H_2O_2 , membuat grafik standar, serta menentukan kandungan oksidanya.

3.6.1. Penentuan Waktu Kesetabilan Kompleks Titanium Hidrogen Peroksida.

Ke dalam tabung reaksi diisi dengan 10 mL larutan standar TiO_2 , 4 mL H_2O_2 6 %, dan 1 mL akuades. Absorbansi larutan ini diukur setiap selang waktu 3 menit pada panjang gelombang 410 nM dengan larutan blanko sebagai pembanding.

3.6.2. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum.

Ke dalam tabung reaksi diisi 10 mL larutan standar TiO_2 , 4 mL H_2O_2 6 %, dan 1 mL akuades. Setelah itu absorbansi larutan diukur pada panjang gelombang 350 nM-490 nM dengan larutan blanko sebagai pembanding.

3.6.3. Penentuan Jumlah Minimum Larutan H_2O_2 6%.

Disiapkan 10 tabung reaksi, ke dalam masing-masing tabung reaksi diisi 10 mL larutan standar TiO_2 , kemudian ditambahkan larutan H_2O_2 6 % sebanyak 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; 4,5; serta 5,0 mL, lalu diencerkan dengan akuades menjadi 15 mL. Absorbansinya diamati pada panjang gelombang 410 nM

3.6.4. Pembuatan Grafik Standar.

Disiapkan 8 tabung reaksi, ke dalam masing-masing tabung reaksi diisi 10 mL larutan standar TiO_2 dengan konsentrasi 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 16,0; 32,0; dan 50,0 ppm, kemudian ditambahkan 4 mL H_2O_2 6 %, kemudian diencerkan dengan akuades sampai batas. Absorbansinya diamati pada panjang gelombang 410 nM.

3.6.6. Penentuan kandungan TiO_2 Dalam Sampel.

Disiapkan 10 tabung reaksi, kemudian diisi larutan sampel A, B, C, D, E, F, G, H, I, dan J sebanyak 10 mL, kemudian ditambah dengan 4 mL H_2O_2 6 % serta diencerkan menjadi 15 mL. Diamati absorbansinya pada panjang gelombang 410 nM.

