

BAB III

METODE PENELITIAN

Untuk memisahkan zat pengganggu (besi(III)) dari krom(VI), pertama-tama besi dikomplekskan dengan SCN^- . Peristiwa pembentukan kompleks tersebut dipengaruhi oleh pH dan konsentrasi SCN^- , kemudian kompleks $\text{Fe}(\text{SCN})_3$ diekstraksi dengan dietileter. Bukti bahwa zat pengganggu sudah tidak menginterferen adalah respon analitik krom(VI) dari spektrometri serapan atom nyala yang sesuai dengan konsentrasi krom(VI) awal.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat

Spektrometer Serapan Atom Perkin Elmer 3110

pH-meter Orion 201

Corong Pisah

Stopwatch/arloji

Peralatan gelas

3.1.2. Bahan

K_2CrO_4 p.a.

$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ p.a.

Akuades

HCl p.a.

NaOH p.a.

Dietileter

KSCN p.a.

HNO₃ pekat p.a.

3.2. Metode Kerja

3.2.1. Pembuatan Larutan Induk Krom(VI) 1000 ppm

Sebanyak 373,5 mg K₂CrO₄ dilarutkan dengan akuades dalam labu takar 100 ml hingga tanda batas ditambah 1 tetes HNO₃ pekat⁽³⁾.

3.2.2. Pembuatan Larutan Besi(III) 100 ppm

Sebanyak 180,86 mg Fe(NO₃)₃·9H₂O dilarutkan dengan akuades dalam labu takar 250 ml sampai tanda batas ditambah 1 tetes HNO₃ pekat⁽³⁾.

3.2.3. Pembuatan Larutan SCN⁻ 1000 ppm

Sebanyak 418,34 mg KSCN dilarutkan dengan akuades dalam labu takar 250 ml sampai tanda batas⁽²¹⁾.

3.2.4. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan krom(VI) (K₂CrO₄) masing-masing 0,8; 1,2; 1,6; 2,0; 2,4, ppm nilai serapan diukur dengan spektrometer serapan atom nyala. Selanjutnya kurva kalibrasi bisa dibuat⁽²²⁾.

3.2.5. Penentuan pH Optimum

Sebanyak lima buah larutan campuran. Setiap larutan volumenya 100 mL, terdiri dari kromium 40 ppm, besi 60 ppm, SCN⁻ 150 ppm. Masing-masing larutan diatur pH-nya menjadi 2, 3, 4, 5, 6, dengan HCl dan NaOH⁽²³⁾. Pengaturan pH

(dengan HCl dan NaOH) dilakukan sebelum penambahan SCN^- . Masing-masing larutan campuran dimasukkan ke dalam corong pemisah, kemudian ditambahkan 10 mL dietileter dan dikocok 10 menit hingga terbentuk dua lapisan, yaitu : fasa organik dan fasa air, proses ekstraksi diulangi dua kali lagi⁽²⁴⁾. Fasa air yang mengandung krom(VI) dikumpulkan dan diukur serapannya dengan spektrometer serapan atom nyala pada panjang gelombang 357,9 nm.

3.2.6. Penentuan Konsentrasi SCN^- Optimum

Prosedur sama dengan percobaan penentuan pH optimum, tetapi digunakan pH optimum dari hasil percobaan pengaruh pH, dan dilakukan variasi konsentrasi SCN^- terhadap kelima larutan campuran, yaitu : 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm, 300 ppm. Pembuatan larutan blangko untuk menganalisis sampel dengan spektrometri serapan atom nyala dilakukan prosedur yang sama seperti sampel⁽²²⁾.

Kemudian dari data serapan tersebut dapat ditentukan konsentrasi krom(VI) hasil ekstraksi dari masing-masing hasil variasi variabel, sehingga di dapat kondisi pH optimum dan konsentrasi SCN^- yang tepat untuk ekstraksi pelarut campuran besi(III) dan krom(VI).