

BAB III

METODE PENELITIAN

Penentuan *recovery* Cu dan Cd dalam matriks air laut dengan metode ekstraksi pelarut-destruksi basah menggunakan *Ammonium Pyrolidine Dithiocarbamate* (APDC) sebagai pengompleks logam, kemudian diekstraksi dengan *Methyl Isobutyl Ketone* (MIBK) dalam variasi pH. Kompleks logam dalam fase MIBK dikembalikan dalam fase air dengan cara destruksi basah menggunakan campuran HNO₃ dan HClO₄ dengan perbandingan 1:1. Logam dalam fase air kemudian diukur dengan SSA.

Parameter berubah yang diberlakukan adalah pH ekstraksi dan konsentrasi matriks, sedangkan parameter yang dikonstantakan konsentrasi Cu, Cd, dan reagen APDC, MIBK, HNO₃ dan HClO₄. Konsentrasi Cu dan Cd hasil ekstraksi pelarut destruksi basah sebagai parameter terukur.

3.1. PERALATAN DAN BAHAN

3.1.1. Peralatan

- a. AAS Shimadzu
- b. Pipet Volume
- c. Labu Ukur
- d. Beker glass
- e. Erlenmeyer
- f. Hot plate
- g. Corong pemisah
- h. Salinometer

3.1.2. Bahan

- a. Akuades
- b. Larutan standar stok Cu (Merck, 1000 ppm)
- c. Larutan standar stok Cd (Merck, 1000 ppm)
- d. Natrium Klorida (NaCl pa)
- e. Magnesium Sulfat (MgSO₄ pa)
- f. Asam Nitrat (HNO₃ pa)
- g. Methyl Isobuthyl Keton (MIBK pa)
- h. Ammonium Pyrolidine Dithiocarbamate (APDC)
- i. Natrium Hidroksida (NaOH pa)
- k. Asam Perklorat (HClO₄ pa)

3.2. CARA KERJA

3.2.1. Preparasi Larutan

- a. Pembuatan Larutan Standar

Satu seri larutan standar logam Cu dan Cd dibuat dalam konsentrasi 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 ppm dengan pengenceran yang sesuai dari larutan logam stok

- b. Pembuatan matriks air laut

Larutan matriks air laut yang digunakan mengandung 30,5 ppm NaCl dan 2,2 ppm MgSO₄. Larutan matriks tersebut dibuat dengan cara: sebanyak 30,5 mg NaCl dan 2,2 mg MgSO₄ dimasukkan ke dalam labu ukur 1L ditambah akuades dan dikocok, kemudian ditambah akuades lagi sampai tanda batas.

c. Pembuatan variasi matriks air laut

Satu seri matriks air laut dibuat dari matriks air laut (b) dengan pengenceran 20%; 40%; 60%; 80% dan 100% menggunakan akuades. Salinitas diukur menunjukkan 0,52%; 1,01%; 2,32%; 3,04% dan 3,40%

d. Pembuatan Larutan Kerja

1. Larutan kerja untuk optimasi pH

Untuk optimasi pH dibuat satu seri larutan kerja logam Cu dan Cd dengan konsentrasi 0,5 ppm dalam volume 100 ml dari pengenceran larutan logam stok 1000 ppm menggunakan larutan matriks air laut (b) Larutan disiapkan dalam variasi pH 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; dan 6,0 dibuat dengan penambahan NH_4OH atau HNO_3 .

2. Larutan kerja untuk mempelajari pengaruh konsentrasi matriks air laut

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi matriks air laut dibuat satu seri larutan kerja logam Cu dan Cd dengan konsentrasi 0,5 ppm dalam volume 100 ml dari pengenceran larutan logam stok 1000 ppm menggunakan larutan variasi matriks air laut (c).

e. Pembuatan APDC 4 %.

Sebanyak 4 gram APDC dimasukkan dalam labu ukur 100 ml kemudian ditambah akuades dan dikocok, kemudian ditambah akuades lagi sampai tanda batas.

3.2.2. Penentuan Cu dan Cd

a. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar dengan konsentrasi 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 ppm diaspirasikan ke dalam SSA, kemudian dibuat kurva kalibrasi absorbansi terhadap konsentrasi.

b. Penentuan Optimasi pH

1. Larutan kerja untuk optimasi pH dipindahkan ke dalam corong pisah 250 ml, kemudian ditambahkan 1,0 ml larutan APDC dan dikocok selama 60 detik, kemudian ditambah 10 ml MIBK dan dikocok lagi selama 60 detik.
2. Lapisan air dan lapisan organik dibiarkan sampai terpisah, kemudian lapisan organik diambil.
3. Lapisan organik dipindah dalam gelas piala 100 ml kemudian dikisatkan sampai kering.
4. Sebanyak 2 ml HNO_3 pa dan 2 ml HClO_4 pa ditambahkan, kemudian dikisatkan sampai hampir kering dan jernih, selanjutnya dilarutkan dengan HNO_3 1 N sampai 100 ml.
5. Larutan diukur dengan SSA untuk mengetahui konsentrasi Cu dan Cd.

c. Penentuan Pengaruh Matriks

Seri larutan kerja untuk mempelajari pengaruh konsentrasi matriks air laut diambil, kemudian pada pH optimum hasil optimasi pH dengan penambahan HNO_3 atau NH_4OH 1 N. Selanjutnya larutan kerja tersebut diperlakukan sama dengan cara kerja (b).