

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Variabel Penelitian

3.1.1. Variabel Tetap

- Volume sampel
- Waktu ekstraksi

3.1.2. Variabel Berubah

- pH ekstraksi
- Volume ditizon
- Jumlah pengulangan ekstraksi

3.1.3. Variabel Terukur

- Absorbansi perak sisa ekstraksi

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

- Seperangkat alat gelas
- Neraca analitis mettler A200
- Spektrofotometer Serapan Atom Hitachi Polarized Zeeman.

3.2.2. Bahan

- AgNO₃ p.a
- Amoniak p.a
- H₂SO₄ p.a
- Ditizon p.a
- kloroform teknis
- HNO₃ p.a
- Akuades
- Sampel limbah laboratorium Kimia Analitik FMIPA UNDIP Semarang.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Preparasi

1. Pembuatan Larutan Induk Perak 1000 ppm

Sebanyak 1,5757 gram kristal AgNO₃ dilarutkan dengan 0,5 mL HNO₃ pekat dan dimasukkan dalam labu takar 1000 mL, kemudian ditambah dengan aquades sampai tanda batas. Larutan ini digunakan sebagai larutan standar.

2. Pembuatan Pereaksi Ditizon 5.10⁻⁵ M

Ditizon 0,1 g dilarutkan dengan 150 mL kloroform kemudian disaring dan ditempatkan dalam labu ekstraksi 500 mL, selanjutnya diekstraksi dengan 100 mL amoniak 0,075 N (2x), fasa organik dipisahkan dan fasa

air diekstraksi dengan 2 mL kloroform (2x), ekstrak yang diperoleh digabungkan. Kemudian ditambah 200 mL kloroform dan pengasaman dengan 10 mL H_2SO_4 0,1 N serta digoyang-goyang selama satu menit selanjutnya fasa organik dan air dipisahkan maka didapatkan sediaan larutan ditizon dalam fasa organik.

Sebagai pereaksi ditizon dalam penelitian ini adalah dengan mengambil 7 mL larutan di atas dan diencerkan dengan kloroform hingga 500 mL (Friedeberg, 1995).

3.3.2. Penentuan kadar Perak dalam Sampel

Limbah laboratorium 25 mL ditambah dengan HNO_3 pekat tetes demi tetes (5 mL) dan dipanaskan sampai larutan jernih kemudian disaring dan filtrat dianalisis dengan AAS, maka akan didapatkan kadar perak dalam sampel limbah.

3.3.3. Penentuan pH Optimum

Sebanyak 20 mL larutan standar perak 10 ppm dibuat variasi pH 1; 1,5; 2; 2,5; 3; dengan HNO_3 kemudian diekstraksi dengan 10 mL pereaksi ditizon 5×10^{-5} M (2x) selama 1 menit. Fasa organik dan fasa air dipisahkan. Sisa perak dalam fasa air dianalisis dengan AAS.

3.3.4. Pengaruh Volume Ditizon

Sebanyak 20 mL larutan standar perak 10 ppm dikondisikan pada pH optimum dan diekstraksi 2 kali dengan 5, 10, 15, dan 20 mL, pereaksi ditizon 5×10^{-5} M selama 1 menit. Fasa organik dan fasa air dipisahkan. Sisa perak dalam fasa air dianalisis dengan AAS.

3.3.5. Pengaruh Pengulangan Ekstraksi

Sebanyak 20 mL larutan standar perak 10 ppm dikondisikan pada pH optimum dan diekstraksi selama 1 menit dengan pereaksi ditizon 5×10^{-5} M 40 mL (1x), 20 mL (2x), 10 mL (4x). Fasa organik dan fasa air dipisahkan. Sisa perak dalam fasa air dianalisis dengan AAS.

3.3.6. Penentuan Prosentase Ekstraksi Perak

Sebanyak 20 mL larutan sampel limbah yang sudah didestruksi dan diketahui kadarnya diekstraksi selama 1 menit dengan ditizon 5×10^{-5} M pada pH optimum 1,5 dan volume ditizon 40 mL serta 4 kali pengulangan ekstraksi. Fasa organik dan fasa air dipisahkan. Sisa perak dalam fasa air dianalisis dengan AAS.