

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Metode standar yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode spektrofotometri ultraviolet-visibel. Tahap awal metode ini adalah pengolahan (digesti) sampel dengan asam perklorat yang dilanjutkan dengan kolorimetri asam vanadomolibdofosfat yang dilakukan pada panjang gelombang 400 nm. Metode usulan yang diajukan adalah spektrofotometri serapan atom dengan pengamatan Mg pada panjang gelombang 285,2 nm.

3.1. Peralatan

- Seperangkat alat gelas
- pH-meter
- Neraca analitik Mettler ATP 200
- Spektrofotometer serapan atom Hitachi Polarized Zeeman
- Spektrofotometer Ultraviolet-Visibel Hitachi

3.2 Bahan-bahan

- MgCl₂. 6H₂O
- NH₄OH
- indikator metil merah
- akuabides
- HNO₃

-HClO₄.2H₂O

-NaOH

-indikator metil orange

-indikator fenolftalein

-minuman cola

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Preparasi Larutan untuk Penentuan Fosfat secara Spektrofotometri Serapan Atom

3.3.1.1. Pembuatan Larutan Standar Mg²⁺ 1000 ppm

Sebanyak 8,4583 g MgCl₂.6H₂O dimasukkan dalam labu takar 1000 mL, dilarutkan dengan akuabides sampai tanda batas, dan ditambah beberapa tetes HCl pekat sampai jernih.

3.3.2. Penentuan Fosfat secara Spektrofotometri Serapan Atom

Sebanyak 25 mL sampel cola dipanaskan selama 15 menit dan didinginkan pada suhu kamar. Sebanyak 25 mL sampel dicampur dengan 15 mL larutan Mg²⁺ standar 1000 ppm dan indikator metil merah dalam gelas beker. Kemudian NH₄OH ditambahkan secara perlahan sampai pH = 8 dan mulai terbentuk endapan. Selanjutnya gelas beker dimasukkan dalam penangas es selama 4 jam untuk mempercepat pembentukan endapan. Kemudian endapan yang terbentuk

dipisahkan dari filtrat. Serapan Mg sisa pada filtrat diamati pada panjang gelombang 285,2 nm.

3.3.3. Penentuan Fosfat secara Spektrofotometri Ultraviolet-Visibel

Preparasi dan analisis ini dilakukan oleh pihak Laboratorium Balai Penelitian dan Pengembangan Industri, Semarang. Metode ini dianggap sebagai standar karena biasa dilakukan untuk menentukan fosfat dalam air atau air limbah. Adapun tahap awalnya adalah pengolahan dengan asam perklorat, yang dilanjutkan dengan kolorimetri asam vanadomolibdofosfat.

3.3.3.1. Pengolahan dengan Asam Perklorat

Sejumlah sampel dimasukkan dalam erlenmeyer 125 mL. Metil orange ditambahkan dalam erlenmeyer dan ditambah lagi dengan 5 mL HNO₃ pekat dan dievaporasi pada hot plate sampai tinggal 15 atau 20 mL. Sebanyak 10 mL HNO₃ pekat dan 10 mL HClO₄ dimasukkan pada erlenmeyer yang didinginkan selama proses penambahan. Kemudian erlenmeyer dipanaskan pada hot plate dan dievaporasi perlahan sampai muncul uap putih tebal dari HClO₄.

Selanjutnya larutan didinginkan dan ditambah 1 tetes fenolftalein. Kemudian sejumlah NaOH 6N ditambahkan pada larutan sampai larutan berubah menjadi merah muda. Akuades ditambahkan pada larutan sampai menjadi 100 mL.

3.3.3.2. Kolorimetri Asam Vanadomolibdofosfat

Warna sampel dihilangkan dengan cara 50 mL sampel digojog dengan 200 mg karbon aktif dalam erlenmeyer selama 5 menit, kemudian sample disaring untuk dipisahkan dari karbonnya.

Sebanyak 35 mL sampel dimasukkan dalam labu takar 50 mL. Kemudian ditambah 10 mL reagen vanadat-molibdat dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Blanko disiapkan dari akuades sebanyak 35 mL. Setelah 10 menit absorbansi sampel versus blanko diukur pada panjang gelombang 400 nm. Konsentrasi fosfat sebanding dengan intensitas warna kuning dari asam vanadomolibdofosfat^[4].

