

## BAB III

### METODA PENELITIAN

#### 3.1 Sampel, Bahan, Alat

##### 3.1.1 Sampel

Sampel berupa air kolam renang yang diperoleh dari kolam renang Watugong di Banyumanik, Semarang.

##### 3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CHCl}_3$ ,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , KI,  $(\text{CH}_3\text{COO})_2$  glasial yang kesemuanya berskala p.a untuk penentuan residu klor dan kanji p.a sebagai indikator. NaCl dan *n*-heksana p.a sebagai pengekstrak kloroform.

##### 3.1.3 Alat

Alat-alat gelas, neraca analitik listrik Mettler A 200, pengaduk magnet, kertas pH, satu set alat titrasi, corong pisah, kromatografi gas HP 5890 series II.

#### 3.2 Metode Kerja

##### 3.2.1 Sampling

###### Preparasi botol sampel

Botol sampel dicuci dengan deterjen kemudian dibilas dengan akuades. Dibiarkan kering di udara kemudian dioven pada suhu 100 °C selama 1 jam sebelum pemakaian lalu dibiarkan dingin kemudian ditutup<sup>(17)</sup>.

### **Pengumpulan sampel**

Sampel diambil dengan mencelupkan botol terbuka di bawah permukaan air kemudian botol disapu ke depan sampai terisi penuh. Diusahakan supaya tidak ada udara yang masuk. Pengumpulan sampel dilakukan setiap hari selama 3 hari. Sampel dibuat duplo dengan waktu pengambilan, jam dan lokasi pengambilan dicatat. Sampel disimpan pada suhu 4 °C, stabil selama 2 minggu<sup>(18)</sup>.

### **3.2.2 Uji residu klor dengan metode Iodometri<sup>(5)</sup>**

#### **Pembuatan reagen**

#### **1. Standar natrium tiosulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N**

Dilarutkan 25 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dalam labu takar volume 1 L dan diencerkan dengan akuades, ditambah beberapa mL  $\text{CHCl}_3$ . Kemudian larutan standar ini diawetkan selama minimal 2 minggu sebelum distandarisasikan dan dipakai untuk pertama kali.

- Standarisasi larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N

Digunakan larutan standar primer  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (masa pakai larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  adalah 24 jam sebelum perlu distandarisasi lagi). Caranya yaitu :

1. Dilarutkan 4,904 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (tanpa  $\text{H}_2\text{O}$  yang sudah dikeringkan pada 105 °C selama 2 jam) dalam 1 L akuades. Larutan ini adalah 0,1 N  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ .
2. Disiapkan 80 mL akuades, ditambah 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan 10 mL 0,1 N  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  di atas serta 1 g KI, diaduk terus selama 6 menit.
3. Larutan tersebut dititrasi dengan 0,1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sampai warna kuning hampir hilang (iodida telah dibebaskan).

4. Ditambah 1 mL larutan kanji kemudian titrasi diteruskan sampai warna biru hilang pertama kali (warna biru akan keluar lagi setelah beberapa menit).

## 2. Standar larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,005 N

Dibuat dengan mengencerkan larutan standar  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N sesuai dengan persamaan :

$$V_1N_1 = V_2N_2$$

## 3. Indikator Kanji

Digiling 5 g kanji dengan sedikit akuades, kemudian dituangkan dalam 1 L akuades yang sedang mendidih. Didiamkan semalam agar terjadi endapan dan supernatan yang akan digunakan bebas dari kekeruhan kemudian disimpan dalam botol peniris.

### 3.2.3 Perlakuan Awal Sampel

1. Dituang 5 mL  $(\text{CH}_3\text{COO})_2$  glasial ke dalam 500 mL sampel, diaduk agar pH merata ke dalam larutan sekitar 3-4. Kemudian ditambah 1 g KI (warna kuning akan tampak) sambil diaduk terus.
2. Sampel kemudian dititrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,005 N sampai warna kuning hampir hilang (larutan bebas dari iodine) dan ditambah 1 mL kanji, sampel akan berwarna biru kemudian dititrasi dilanjutkan hingga warna biru hilang.
3. Pengaruh dari gangguan ditentukan melalui titrasi dengan larutan blanko. Ke dalam 500 mL akuades ditambah 5 mL  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , 1 g KI dan 1 mL larutan kanji. Akan terjadi dua kemungkinan yaitu:

1. kalau timbul warna biru, ditirasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,005 N,
2. kalau tidak timbul warna biru, dititrasi dengan larutan iodin 0,028 N sampai timbul warna biru, baru kemudian dititrasi dengan larutan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,005 N.

### 3.2.4 Isolasi Kloroform dengan Ekstraksi Pelarut

Sebanyak 20 mL sampel ditambah 6 g NaCl dan 10 mL *n*-heksana dalam corong pisah, digoyang selama 10 menit hingga terbentuk dua lapisan. Lapisan air dipisahkan kemudian ditambah 20 mL sampel dan 6 g NaCl dan digoyang kembali. Ekstraksi diulang 3 kali untuk mendapatkan hasil yang maksimal.

### 3.2.5 Identifikasi Senyawa Hasil Isolasi

Identifikasi hasil isolasi dilakukan dengan kromatografi gas 5890 series II. Diinjeksikan 1  $\mu\text{L}$  cuplikan ke dalam alat kromatografi gas dengan kondisi sebagai berikut:

Detektor : ECD

Kolom : HP-1

Jumlah injeksi : 1  $\mu\text{L}$

Suhu injektor : 200 °C

Gas pembawa : He

Suhu detektor : 300 °C

Suhu kolom : 100 °C