

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dengan menggunakan botol infus sebagai wadah (reservoir fasa gerak), dimana dalam botol infus berisi akuades yang bersifat inert atau tidak bereaksi. Semua alat gelas dicuci dengan sabun dan dibilas dengan akuades.

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat

- Stopwatch
- Spektrofotometer Sequoia -Turner Co Model 390
- Peralatan gelas, seperti: corong, gelas beaker, erlenmeyer, gelas ukur, dll
- Kuvet
- Botol infus (lengkap dengan pipa dan penjepit untuk mengatur kecepatan aliran)
- Alat injeksi
- Neraca analitis Mettler
- Statif

##### 3.1.2 Bahan

- Difenilkarbazida p.a
- Aseton p.a
- $K_2Cr_2O_7$  p.a

- Akuades
- $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a

### 3.1.3 Parameter Penelitian

Parameter yang dikonstankan

- Tekanan udara
- Panjang gelombang
- Suhu
- Tinggi reservoir(berisi akuades)

Parameter bebas

- Kecepatan alir
- Konsentrasi
- Waktu

## 3.2 Metoda Kerja

### 3.2.1 Pembuatan Reagen

#### 3.2.1.1 Pembuatan larutan Induk Cr(VI) 1000 ppm

Kristal  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  seberat 2,829 g dilarutkan dengan akuades dalam labu takar 1000 mL. Larutan yang telah dibuat disimpan dalam wadah tertutup berwarna coklat.

#### 3.2.1.2 Pembuatan larutan difenilkarbazida

Kristal difenilkarbazida sebanyak 250 mg dilarutkan dalam 50 mL aseton. Larutan yang sudah jadi disimpan dalam botol berwarna gelap dan tertutup.

### **3.2.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dari kompleks $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ difenilkarbazida 40 ppm**

Sebanyak 1 mL larutan bikromat 1000 ppm ditambahkan 0,4 mL difenilkarbazida dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (pekat). Selanjutnya diencerkan sampai volume 25 mL. Kompleks yang terjadi kemudian diukur absorbansinya dengan Spektrofotometer UV-Vis pada kisaran panjang gelombang serapan senyawa kompleks yang dianalisis, bervariasi pada panjang gelombang 420 sampai dengan 625 nm. Panjang gelombang maksimum ditandai oleh terjadinya absorbansi terbesar.

### **3.2.3 Studi Analisis Secara Mengalir**

#### **3.2.3.1 Konstruksi alat untuk analisis**

Untuk studi analisis dengan sistem mengalir digunakan bahan yang murah untuk mengalirkan pelarut dengan sistem reservoir dari botol infus (tidak digunakan pompa peristaltik). Ketinggian diam  $\pm 60$  cm dan dirangkai seperti pada gambar 3.1. Kecepatan alir diatur dengan penjepit yang dapat digeser. Sebelumnya dilakukan kalibrasi agar dapat diketahui aliran mL/menit dari pelarut yang digunakan. Selanjutnya ditandai untuk kecepatan alir 1,0; 1,5 dan 2,0 mL/menit.

#### **3.2.3.2 Membuat Larutan Kompleks Cr(VI) difenilkarbazida**

Larutan Cr(VI) dengan konsentrasi 1000 ppm dibuat larutan standar Cr(VI) berkonsentrasi 20,40,60,80,100 ppm dengan cara mengambil masing-masing 0,5;1,0;1,5;2,0;2,5 mL larutan Cr(VI) 1000 ppm. Kemudian dimasukkan

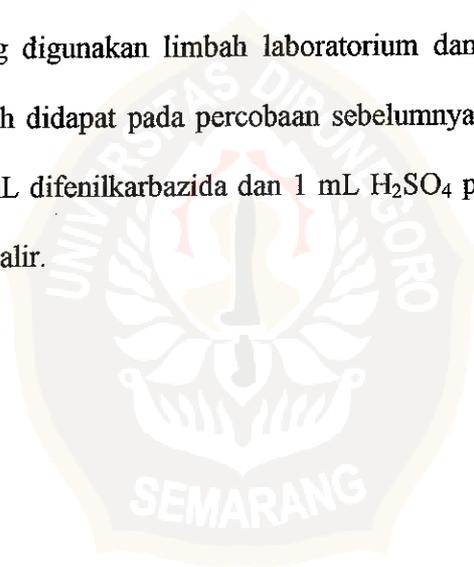
dalam labu takar, selanjutnya ditambahkan 0,4 mL difenilkarbazida dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (pekat) kemudian diencerkan sampai volume 25 mL. Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum yang telah diperoleh diatas.

### **3.2.3.3 Pengaruh Kecepatan Alir terhadap pola absorbansi yang dihasilkan**

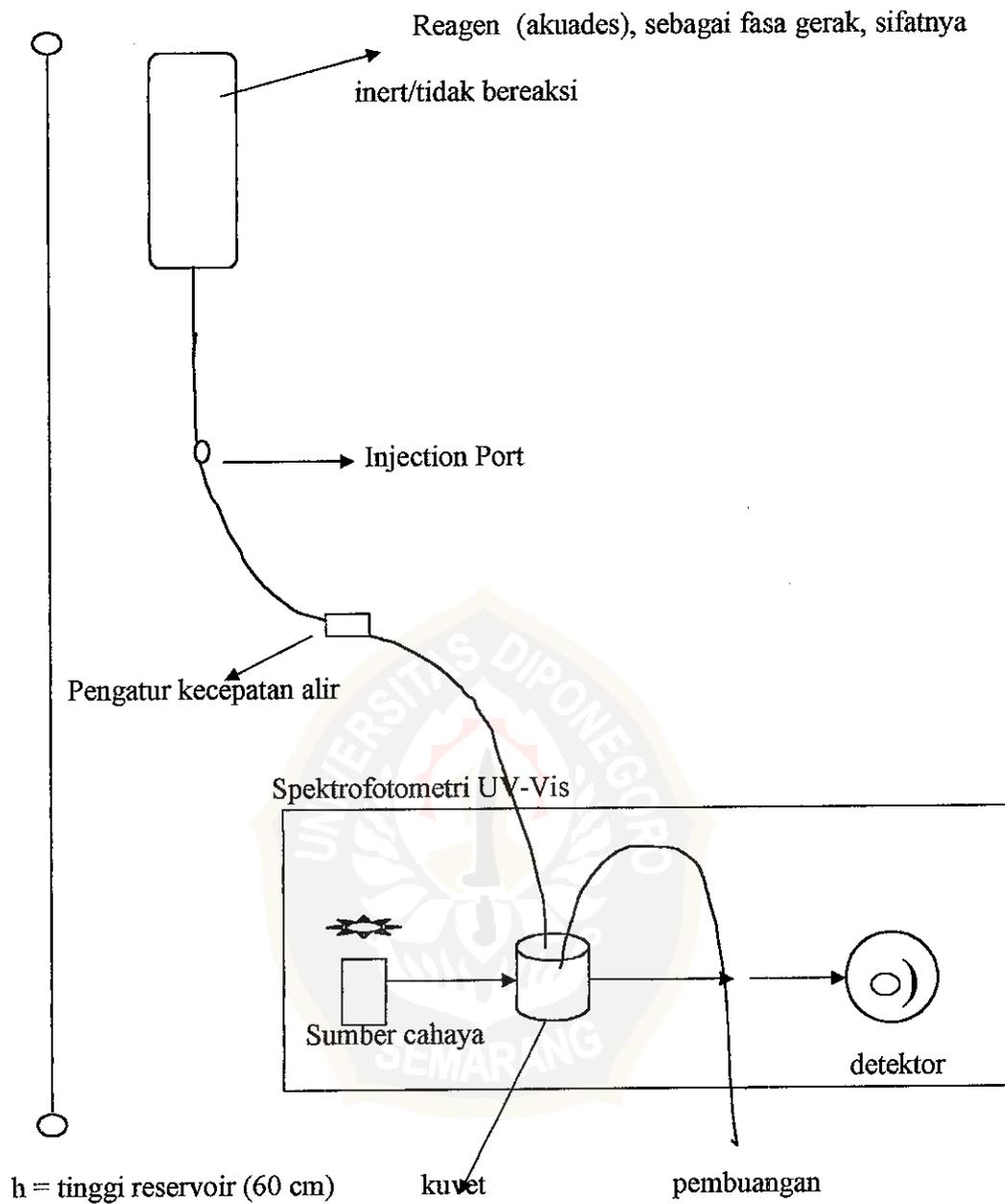
Disusun alat uji sistem mengalir seperti pada gambar 3.1. Selanjutnya untuk setiap konsentrasi Cr(VI)-difenilkarbazida disuntikkan pada tempat pemasukan sampel dan kecepatan alir dibuat 1,0; 1,5; 2,0 mL/menit dan data absorbansi dibaca pada 0 sampai dengan 60 detik dengan interval 5 detik.

### **3.2.3.4 Penentuan Sampel**

Sampel yang digunakan limbah laboratorium dan diuji dengan kondisi optimum yang sudah didapat pada percobaan sebelumnya. Perlakuan sampel 25 mL ditambah 0,4 mL difenilkarbazida dan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat. Selanjutnya diuji dengan secara mengalir.



### Desain alat analisis mengalir



Gambar 3.1 Desain alat sistem mengalir