

BAB III

METODE PENELITIAN

Sebelum dilakukan studi uji noda terlebih dahulu dilakukan studi kolorimetri menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan pengompleks tiosianat dan o-Fenantrolin, hal ini dimaksudkan untuk mengetahui konsentrasi minimum tiosianat dan o-Fenantrolin yang diperlukan untuk pembentukan kompleks.

Studi kolorimetri meliputi beberapa tahap yaitu penentuan panjang gelombang maksimum kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dan $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$, penentuan konsentrasi minimum tiosianat dan o-Fenantrolin yang diperlukan untuk pembentukan kompleks, penentuan kurva standar kompleks $[\text{Fe}(\text{SCN})_6]^{3-}$ dan $[\text{Fe}(\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2)_3]^{2+}$ serta penentuan kadar besi dalam sampel secara spektrofotometri visibel. Sedangkan untuk studi uji noda meliputi tiga tahap, yaitu uji noda pada sampel, uji ketahanan adsorpsi tiosianat dan o-Fenantrolin pada silika gel dan kertas saring serta karakterisasi plat uji menggunakan Spektrofotometer FTIR.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

- a. Spektrofotometer FTIR (Shimadzu FTIR-820 IPC)
- b. Timbangan analitik (KERN 870)
- c. Peralatan gelas yang umum digunakan di Laboratorium

d. Sequioc Turner 920 UV-Vis Spectrophotometer

3.1.2 Bahan

- a. Silika Gel p.a
- b. Potasium Tiosianat (KCNS) p.a
- c. Sampel air sumur di daerah Banjarsari Selatan Tembalang Semarang
- d. Asam klorida (HCl) 2 N p.a
- e. orto-Fenantrolin ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) p.a
- f. Hidroksilamin (NH_2OH) 10 % p.a
- g. Akuades
- h. Kertas pH
- i. Kertas Saring (Whatmann)

3.2 Parameter Penelitian

- a. Parameter yang diukur
 - Keberadaan Fe dan jenis interaksi adsorben dengan zat pengompleks
- b. Parameter yang berubah
 - Konsentrasi potasium tiosianat
 - Konsentrasi o-Fenantrolin
 - Konsentrasi sampel

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi Larutan

- a. Pembuatan larutan induk Fe^{3+} 1000 ppm
Sebanyak 0,484 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 1 mL asam klorida 2 N kemudian diencerkan dengan akuades menjadi 100 mL dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.
- b. Pembuatan larutan induk Fe^{2+} 1000 ppm
Sebanyak 0,498 gram $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 1 mL asam klorida 2 N kemudian diencerkan dengan akuades menjadi 100 mL dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.
- c. Pembuatan seri larutan standar Fe^{3+} dan Fe^{2+} 100, 90, 80, 70, 60, 50, 40, 30, 20, 10 ppm serta 1, 2 sampai 9 ppm dalam labu ukur 10 mL.
Larutan standar Fe^{3+} dan Fe^{2+} 100 ppm dibuat dengan pengenceran larutan induk 1000 ppm melalui persamaan $V_1N_1 = V_2N_2$. Untuk seri larutan standar 1 sampai 9 ppm dibuat dengan cara yang sama dari larutan standar 100 ppm.
- d. Pembuatan Larutan CNS^- 1 M
Sebanyak 10 gram potasium tiosianat dilarutkan dalam 100 mL akuades.
- e. Pembuatan Larutan Asam Klorida (HCl) 2 N
Sebanyak 4,1 mL HCl pekat 37 % diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 25 mL.
- f. Pembuatan Larutan o-Fenantrolin 1000 ppm
Sebanyak 0,1 gram o-Fenantrolin monohidrat ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dilarutkan dalam 100 mL akuades.

g. Pembuatan Larutan Hidroksilamin 10 %

Sebanyak 1 gram $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ dilarutkan dalam 10 mL akuades

3.3.2 Studi Kolorimetri

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Feri tiosianat

Penentuan panjang gelombang maksimum kompleks Feri tiosianat dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan prosedur 1 mL $[\text{Fe}^{3+}]$ 100 ppm ditambah 1 mL HCl 2 N dan 8 mL $[\text{KCNS}]$ 1 M kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang 450, 460 sampai 530 nm.

b. Penentuan Konsentrasi Minimum Tiosianat yang diperlukan untuk Pembentukan Kompleks Fe-Tiosianat.

Penentuan konsentrasi minimum tiosianat dilakukan sesuai prosedur tabel 3.1, kemudian absorbansi diamati pada λ_{maks} .

Tabel 3.1. Penentuan Konsentrasi Minimum Tiosianat

Percobaan	$[\text{Fe}^{3+}]$ 100 ppm (mL)	HCl 2 N (mL)	$[\text{CNS}]$ 1 M (mL)	Akuades (mL)
1	1	1	0	8,0
2	1	1	1,5	6,5
3	1	1	3,0	5,0
4	1	1	4,5	3,5
5	1	1	6,0	2,0
6	1	1	8,0	0

c. Penentuan Kurva Standar Kompleks Feri tiosianat

Penentuan kurva standar kompleks feri tiosianat dilakukan dengan mengamati absorbansi, sesuai prosedur tabel 3.2 pada λ 500 nm.

Tabel 3.2. Penentuan Kurva Standar Kompleks Feri tiosianat

Standar	[Fe ³⁺] 100 ppm (mL)	HCl 2 N (mL)	[CNS ⁻] 1 M (mL)	Akuades (mL)
1	0	1	4	5
2	0,4	1	4	4,6
3	0,8	1	4	4,2
4	1,2	1	4	3,8
5	1,6	1	4	3,4
6	2,0	1	4	3,0

d. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Fe[o-Fenantrolin], dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan prosedur 1 mL [Fe²⁺] 100 ppm ditambah 0,4 mL o-Fenantrolin 1000 ppm kemudian diencerkan dengan akuades menjadi 25 mL, absorbansi diukur pada range λ_1 - λ_2 yaitu 470, 480 sampai 570 nm.

e. Penentuan Konsentrasi Minimum o-Fenantrolin yang diperlukan untuk Pembentukan Kompleks Fe[o-Fenantrolin]

Penentuan konsentrasi minimum o-Fenantrolin dilakukan sesuai prosedur tabel 3.3, kemudian absorbansi diukur pada λ_{maks} .

Tabel 3.3. Penentuan Konsentrasi Minimum o-Fenantrolin

Percobaan	[Fe ²⁺] 100 ppm (mL)	[C ₁₂ H ₈ N ₂] 1000 ppm (mL)	Akuades (mL)
1	0,5	0,2	24,3
2	0,5	0,4	24,1
3	0,5	0,6	23,9
4	0,5	0,8	23,7
5	0,5	1,0	23,5
6	0,5	1,2	23,3

f. Penentuan Kurva Standar Kompleks Fe[o-Fenantrolin]

Penentuan kurva standar kompleks Fe[o-Fenantrolin] dilakukan dengan mengamati absorbansi, sesuai prosedur tabel 3.4 pada panjang gelombang 520 nm.

Tabel 3.4. Penentuan Kurva Standar Kompleks Fe[o-Fenantrolin]

Standar	[Fe ²⁺] 100 ppm (mL)	[C ₁₂ H ₈ N ₂] 1000 ppm (mL)	Akuades (mL)
1	0,1	1	23,9
2	0,2	1	23,8
3	0,3	1	23,7
4	0,4	1	23,6
5	0,5	1	23,5
6	0,6	1	23,4
7	0,7	1	23,3
8	0,8	1	23,2
9	0,9	1	23,1

g. Penentuan Kandungan Besi dalam Sampel dengan spektrofotometer UV-Vis, dilakukan dengan prosedur 4 mL sampel ditambah 1 mL

hidroksilamin 10 % dan 1 mL HCl 2 N serta 4 mL o-Fenantrolin, kemudian absorbansi diukur pada panjang gelombang 520 nm.

3.3.3 Studi Uji Noda

a Pembuatan Uji Noda

Uji noda dilakukan pada plat silika gel dengan ukuran 1 x 2 cm dan kertas saring, kemudian dilakukan penotolan zat pengompleks yaitu tiosianat dan orto-fenantrolin pada masing-masing plat uji (kertas saring dan silika gel) dan dibiarkan sampai kering, sehingga plat uji siap untuk digunakan.

b. Uji Noda dengan Besi Standar

Uji noda dengan besi standar dilakukan untuk membuat deret warna standar besi. Uji noda ini dilakukan dengan cara menotolkan larutan standar Fe^{3+} pada plat uji tiosianat dan larutan standar Fe^{2+} pada plat uji orto-fenantrolin, kemudian diamati warna yang terjadi.

c. Uji Noda pada Sampel

Sampel ditambahkan asam klorida 2 N dan hidroksilamin 10 %, kemudian ditotolkan pada plat uji orto-fenantrolin. Warna yang terjadi dibandingkan dengan warna standar.

d. Uji Ketahanan Adsorpsi CNS^- dan o-Fenantrolin pada Silika Gel dan Kertas Saring

Plat silika gel dan kertas saring yang masing-masing telah diberi zat pengompleks yaitu CNS^- dan o-fenantrolin dicelupkan ke dalam akuades dan pada larutan suasana asam, kemudian masing-masing larutan hasil celupan diuji dengan larutan besi standar dan diamati warna yang terjadi.

e. Karakterisasi Plat Uji

Silika gel dari plat uji o-fenantrolin dikerok, kemudian dianalisis dengan FTIR, dan hasilnya dibandingkan dengan hasil analisis FTIR untuk o-fenantrolin dan silika gel tanpa pengompleks.

