

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik dengan menggunakan botol infus sebagai wadah (reservoir fasa gerak), yang berisi zat pengompleks. Semua alat gelas dicuci dengan sabun dan dibilas dengan akuades. Analisis menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

- a. Spektrofotometer UV-Vis Sequoia Turner Co Model 390
- b. Integrator HP 3396 Seri II
- c. Neraca analitis Mettler AT 100
- d. Alat injeksi, reservoir (botol infus), selang infus
- e. Kuvet
- f. Statif
- g. Peralatan gelas seperti labu takar, gelas ukur, pipet, corong dan lain-lain.

3.1.2 Bahan

- a. Kalium dikromat p.a
- b. Difenilkarbazida p.a
- c. Aseton
- d. Asam sulfat pekat p.a
- e. Akuades

3.2 Parameter Penelitian

1. Parameter yang dikonstantakan

- a. Tekanan udara
- b. Panjang gelombang
- c. Suhu
- d. Tinggi reservoir

2. Parameter bebas

- a. Kecepatan alir
- b. Konsentrasi
- c. Waktu

3. Parameter yang dinilai

Kadar krom (VI) yang terukur dalam sampel

3.3 Metode Kerja

3.3.1 Pembuatan Reagen

3.3.1.1 Pembuatan larutan induk krom (VI) 1000 ppm

Kristal kalium dikromat seberat 2,8269 g dilarutkan dengan akuades dalam labu takar 1000 mL. Larutan yang telah dibuat disimpan dalam botol.

3.3.1.2 Pembuatan larutan krom (VI) 100 ppm

Larutan krom (VI) 100 ppm dibuat dengan mengambil 10 mL larutan induk 1000 ppm diencerkan dalam labu takar 100 mL.

3.3.1.3 Pembuatan larutan difenilkarbazida

Kristal difenilkarbazida sebanyak 0,25 g dilarutkan dalam 50 mL aseton. Kemudian ditambahkan 1 tetes asam sulfat pekat. Larutan difenilkarbazida (pH=1,0) yang telah dibuat disimpan dalam botol berwarna gelap dan tertutup.

3.3.2 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Kompleks Krom (VI)-Difenilkarbazida

Larutan kompleks krom (VI) 0,3 ppm, dipersiapkan dari larutan krom (VI) 100 ppm dengan mengambil 1 mL larutan tersebut dan diencerkan hingga 10 mL. Larutan ini adalah larutan krom (VI) 10 ppm. Dari larutan krom (VI) 10 ppm kemudian diambil 0,3 mL, ditambah 1 mL larutan difenilkarbazida, selanjutnya ditambah akuades sampai volume 10 mL. Larutan kompleks ini mengandung krom (VI) 0,3 ppm. Absorbansi kompleks yang diukur dengan Spektrofotometer UV-Vis pada kisaran panjang gelombang serapan senyawa kompleks yang dianalisis, bervariasi pada panjang gelombang 480 sampai dengan 600 nm. Panjang gelombang maksimum ditandai dengan nilai absorbansi terbesar.

3.3.3 Analisis Sistem Mengalir (FIA)

3.3.3.1 Konstruksi alat untuk analisis

Untuk studi analisis dengan sistem mengalir digunakan bahan yang murah guna mengalirkan larutan pengompleks dengan sistem reservoir dari botol infus (tidak digunakan pompa peristaltik). Ketinggian reservoir 60 cm dan dirangkai seperti pada gambar 3.1. Kecepatan alir diatur dengan penjepit yang dapat digeser. Selanjutnya ditandai untuk kecepatan alir 4, 6 dan 8 mL/menit.

3.3.3.2 Pengaruh kecepatan alir terhadap pola absorbansi yang dihasilkan

Alat uji sistem mengalir disusun seperti pada gambar 3.1. Larutan krom (VI) dengan konsentrasi 0,1;0,2;0,3;0,4 ppm dibuat dari larutan krom (VI) 100 ppm yang diambil 1 mL larutan tersebut dan diencerkan hingga 10 mL. Larutan ini disebut larutan krom (VI) 10 ppm. Selanjutnya dari larutan krom (VI) 10 ppm diambil 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 mL, masing-masing larutan tersebut ditambah akuades sampai volume 10 mL. Larutan krom (VI) diambil 1 mL dan diinjeksikan ke tempat pemasukan analit dengan kecepatan alir zat pengompleks (difenilkarbazida) dibuat 4, 6 dan 8 mL/menit dan data absorbansi dicatat.

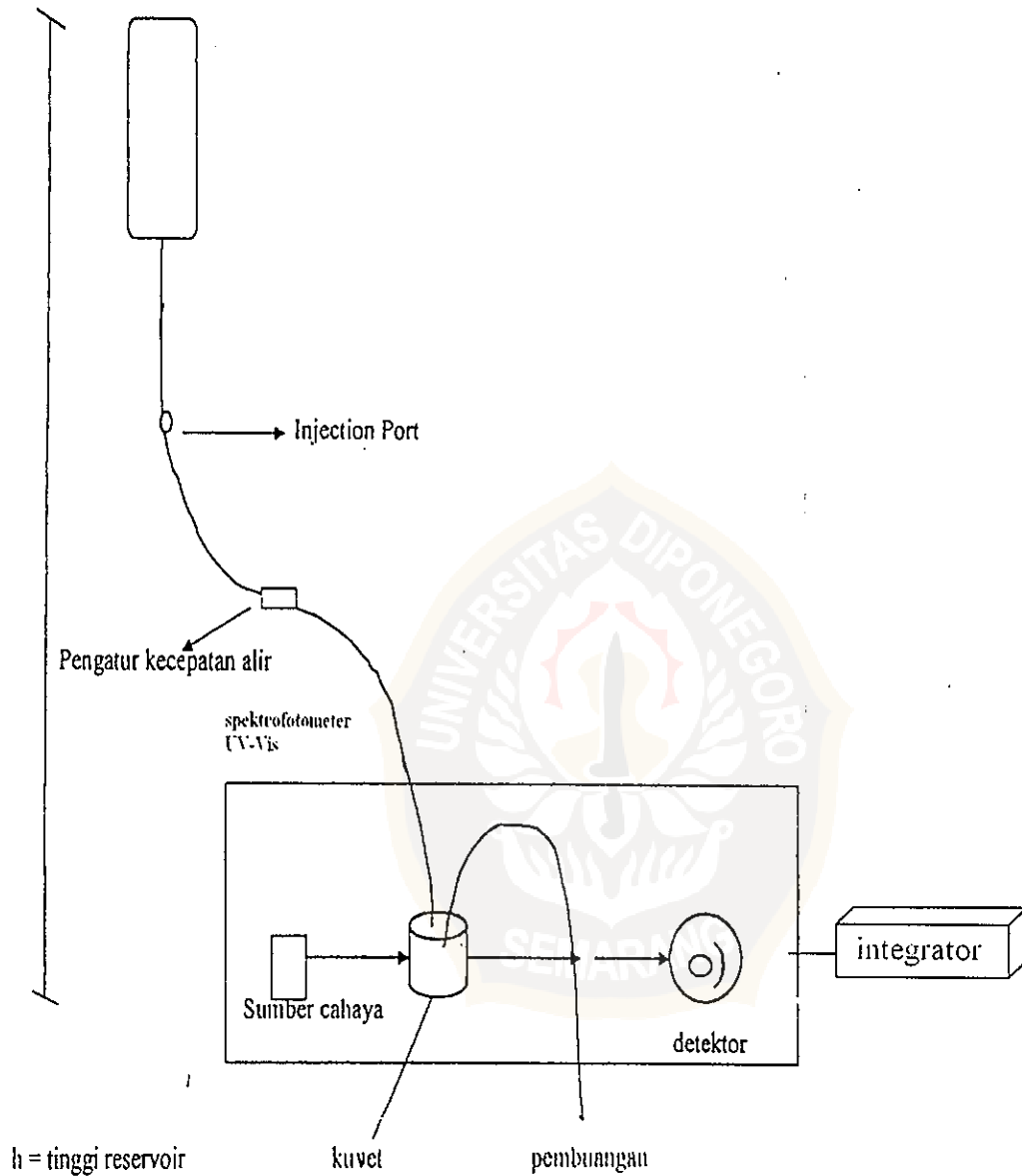
3.3.3.3 Pengukuran luas grafik hubungan absorbansi terhadap waktu dengan integrator larutan standar krom (VI)-difenilkarbazida

Larutan standar krom (VI) 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 ppm dibuat dari larutan krom (VI) 100 ppm yang diambil 1 mL larutan tersebut dan diencerkan hingga 10 mL. Larutan ini disebut larutan krom (VI) 10 ppm. Selanjutnya dari larutan krom (VI) 10 ppm kemudian diambil 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 mL, masing-masing larutan ditambah akuades sampai volume 10 mL. Larutan krom (VI) sebanyak 1 mL diinjeksikan ke tempat pemasukan analit dengan kecepatan alir optimum.

3.3.4 Penentuan Sampel

Sampel yang digunakan berasal dari limbah pelapisan kuningan dan diuji pada kondisi optimum yang sudah didapat pada percobaan sebelumnya. Perlakuan sampel sesuai dengan prosedur di atas dengan mengambil 1 mL larutan sampel dan diencerkan sampai 10 mL. Larutan tersebut diencerkan lagi dengan

mengambil 0,1 mL dan ditambah akuades hingga volume 10 mL. Larutan sampel yang ada diambil 1 mL dan diinjeksikan ke tempat pemasukan analit.



Gambar 3.1: Desain alat sistem mengalir
(spektrofotometer UV-Vis yang dirangkai dengan integrator)