

BAB V

METODOLOGI

5.1. Alat yang Digunakan

Tabel 1. Alat yang digunakan

No.	Nama Alat
1.	Demineralized Water
2.	Spektrofotometer
3.	Kuvet
4.	Pipet
5.	Labu Ukur
6.	Erlenmeyer
7.	Oven
8.	Pipet Takar
9.	Pipet Tetes
10.	Oven
11.	Stopwatch
12.	Plastik
13.	Timbangan analitik

5.2. Bahan yang Digunakan

Tabel 2. Bahan yang digunakan

No.	Bahan
1.	Air sumur D3 Teknik UNDIP
2.	Air suling bebas logam
3.	Air suling bebas sulfat
4.	Barium klorida, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
5.	Natrium sulfat anhidrat, Na_2SO_4
6.	Larutan buffer A larutkan 30 g magnesium klorida heksahidrat, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5 g natrium asetat trihidrat, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 1 g kalium nitrat, KNO_3 dan 20 mL asam asetat, CH_3COOH (99%) dalam 500 mL air suling bebas sulfat dan tepatkan sampai 1000 mL
7.	Larutan buffer B larutan buffer b (diperlukan bila konsentrasi sulfat, SO_4^{2-} kurang dari 10 mg/L); larutkan 30 g magnesium klorida heksahidrat, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5 g natrium asetat trihidrat, $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 1 g kalium nitrat, KNO_3 , 0,111 g natrium

sulfat, Na_2SO_4 dan 20 mL asam asetat, CH_3COOH (99%) dalam 500 mL air suling bebas sulfat dan tepatkan sampai 1000 ml.

5.3. Variabel Percobaan

Pada percobaan dengan menggunakan alat demineralized ini mengambil sampel dari air sumur DIII Teknik Kimia. Untuk variabel percobaan dibedakan menjadi 2 yaitu variabel tetap dan variabel berubah.

Variabel tetap yang dipakai adalah volume air sumur DIII Teknik Kimia sedangkan variabel berubahnya adalah waktu pada input dan output pada sampel yang akan diuji. Pengambilan sampel akan dilakukan sebanyak 5 kali percobaan pada waktu ke 0,7,14,21,28,35.

5.4 Cara Kerja

5.4.1 Menyiapkan alat demineralized

1. Menyiapkan alat water demineralized
2. Mengisi bak penampung dengan air yang akan diproses
3. Mengecek arah aliran pada pipa
4. Membuka valve feed dengan bukaan tertentu untuk mengatur laju alirannya
5. Menghubungkan stop kontak dengan sumber listrik.
6. Menghidupkan pompa
7. Mulai menghitung waktu dengan stopwatch
9. Analisa keluaran outlet sesuai dengan variabel waktu yang ditentukan.

5.4.2 Cara Uji Analisa

5.4.2.1 Persiapan dan pengawetan contoh uji

- a) Saring contoh uji dengan kertas saring bebas sulfat.
- b) Apabila tidak dapat segera dianalisa maka contoh uji disimpan pada suhu 4°C dengan waktu simpan tidak lebih 28 hari.

5.4.2.2 Persiapan pengujian

5.4.3 Pembuatan larutan induk sulfat, SO_4^{2-} 100 mg/L

- Keringkan serbuk Na_2SO_4 anhidrat dalam oven pada suhu 105°C selama 24 jam kemudian dinginkan dalam desikator.
- Timbang 1,479 g Na_2SO_4 anhidrat dan larutkan dengan air suling bebas sulfat dalam labu ukur 1000 mL.
- Tepatkan sampai tanda tera dan kocok sampai homogen.

5.4.4 Pembuatan larutan kerja sulfat, SO_4^{2-}

- Pipet 0 mL; 10 mL; 20 mL dan 30 mL larutan baku sulfat 100 mg/L, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL.
- Tambahkan air suling bebas sulfat sampai tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi sulfat: 0,0 mg/L; 10,0 mg/L; 20,0 mg/L dan 30,0 mg/L.

5.4.5 Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan spektrofotometer sesuai petunjuk alat untuk pengujian kadar sulfat.
- Pindahkan masing-masing 50 mL larutan kerja sulfat ke dalam erlenmeyer 250 mL.
- Tambahkan 20 mL larutan buffer dan homogenkan dengan cara di aduk menggunakan pengaduk magnet pada kecepatan tetap selama $(60 + 2)$ detik, sambil di aduk tambahkan 0,2 g sampai dengan 0,3 g barium klorida, BaCl_2 .
- Lakukan pengukuran dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 420 nm setelah $(5 + 0,5)$ menit penambahan barium klorida.
- Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

5.5 Prosedur

- Gunakan 100,0 mL contoh uji, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL.
- Lakukan analisis pada langkah 3.5.3 butir b) sampai dengan d).
- Lakukan analisis duplo / triplo.
- Buat *spike matrix* dengan cara sebagai berikut:
 - ambil 50 mL contoh uji, di tambah 20 mL larutan baku sulfat 1,0 mg/mL dan encerkan dengan air suling hingga volumenya 100,0 mL, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL;
 - lakukan langkah 5.4 a) sampai dengan 5.4 b).