BAB III
METODE PENELITIAN

III.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Katolik Widya Mandira Kupang yang dimulai dari bulan Agustus 2017 sampai Februari 2018.

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1Alat

Labu ukur, gelas beker, pipet volume, pro-pipet, pipet tetes, seperangkat alat spektrofotometri UV-Vis, kertas lakmus, neraca analitis dan spatula, pengaduk magnit, timbangan, kertas saring whatman, spatula, tissu.

III.2.2 Bahan

Padatan $MnCl_2.4H_2O$, $Ni(NO_3)_2.6H_2O$, padatan ARS, aquabidest, buffer asetat, HCL,NaOH, HNO_3

III.3 Prosedur kerja

III.3.1 Penyiapan Larutan standar

Bahan-bahan pereaksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

a) Pembuatan larutan standar Mn 100 µg/mL

Larutan standar Mn dibuat dengan menimbang 0,0368 g $MnCl_2.4H_2O$, dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL dan dilarutkan dengan akuabides sedikit demi sedikit sampai semua larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas, dikocok sampai homogen dan disimpan dalam botol polietilena.

b) Pembuatan larutan standar Ni 100 µg/mL

Larutan standar Ni dibuat dengan menimbang 0,04953 g $Ni(NO_3)_2.6H_2O$, dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL dan dilarutkan dengan akuabides sedikit demi sedikit sampai semua larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas, dikocok sampai homogen dan disimpan dalam botol polietilena.

c) Pembuatan larutan ARS 100 µg/mL

Larutan standar ARS dibuat dengan menimbang 0,01 g ARS, dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL dan dilarutkan dengan akuabides sedikit demi sedikit sampai semua larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

d) Pembuatan larutan buffer

pada buffer pH 7 dibuat dengan menimbang 0,8965 g Na_2HPO_4 0,2 M, dan 4,8 g $C_6H_8O_7$ 0,1 M.Masing-masing dimasukkan dalam gelas piala 100 mL dan larutkan dengan aquades samapai semua larut. Kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL diencerkan dengan aquades sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen. Masing-masing larutan diambil 16,47 mL Na_2HPO_4 0,2 M dan 3,53 mL $C_6H_8O_7$ 0,1 M dimasukkan dalam botol politilena. Pada buffer pH 11 dibuat dengan menimbang 2,1 g $NaHCO_3$ dimasukkan dalam gelas piala 100 mL dan dilarutkan dengan aquades sampai larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan 23 ml NaOH 0,1 M diencerkan samapai 1 liter.

III.3.2 Penentuan penetapan kondisi optimum

a) Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan kerja Mn 100 µg/mL dipipet 2,5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, kemudian ditambah 5 mL larutan ARS 100 µg/mL dan diencerkan dengan aquabidest sampai tanda batas. Larutan dikocok dan dibiarkan selama 10 menit. Setelah 10 menit, larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400 - 700 nm. Dari langkah prosedur di atas, diulangi untuk Ni

b) Penentuan pH Optimum

Larutan standar Mn(II) dengan konsentrasi 2 ppm divariasikan pada pH 4-12 menggunakan HCl 0,1 M dan NaOH 0,1 M, lalu ditambahkan 5 mL ARS 100 µg/mLpada larutan dan dibiarkan selama ± 10 menit, lalu dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum. Dari langkah prosedur di atas, diulangi untuk Ni

c) Pembuatan kurva kalibrasi

Larutan kerja Mn 100 µg/mL diambil 0 mL; 2,5 mL; 5,0 mL; 7,5 mL 10,0 mL dan 12,5 mL masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, lalu ditambah 5 mL larutan ARS 100 µg/mL dan diatur pada pH optimum. Larutan selanjutnya diencerkan dengan aquabidest sampai tanda batas. Larutan dikocok dan dibiarkan 10 menit. Setelah 10 menit, larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum. Masing-masing pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali. Pengukuran yang diperoleh dari larutan standar tersebut kemudian dibuat kurva kalibrasi. Dari langkah prosedur di atas, diulangi untuk Mn

III.3.3 Destruksi Sampel

Sampel berupa serbuk dengan ukuran 250 mesh ditimbang 2 gram, kemudian dimasukkan ke dalam teflon, ditambahkan Aqua Regia HCI 3: 1 HNO_3. Teflon beserta isinya dipanaskan pada suhu 100°C selama ±4 jam dengan penangas air. Setelah destruksi selesai, sampel didinginkan selama kurang lebih 3 jam kemudian endapkan Fe dengan menambahkan NaOH 5M.

III.3.4 Penentuan kadar Mn dan Ni pada mineral sulfida

Penentuan kandungan Mndalam mineral pirit dengan menggunakan metode kurva kalibrasi dengan memipet 5 mL larutan sampel, kemudian ditamahkan 5 mL larutan larutan ARS 100 µg/mL dan ditambahkan larutan buffer. Larutan tersebut diencerkan dengan aquabidest sampai tanda batas. Larutan tersebut dikocok dan dibiarkan selama 10 menit. Setelah 10 menit dan diukur pada panjang gelombang maksimum. Langkah tersebut di atas, diulangi untuk Ni.