

BAB III METODE PENELITIAN

III.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan selama 6 (enam) bulan, yakni dari bulan September 2018 - Februari 2019. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Universitas Katolik Widya Mandira Kupang.

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Alat

Alat-alat yang dibutuhkan dalam penelitian ini yakni labu ukur, gelas beaker, labu erlenmeyer, pipet volume, pipet tetes, corong, oven, corong pisah, spektrofotometri UV-Vis, indikator universal, botol semprot, hot plate, neraca analitik, spatula, batang pengaduk, magnetik stirer, teflon, termometer, kertas saring whatman 42, tisu.

III.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini yakni $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, kloroform, oksin, akuades, Kalium Hidrogen Phtalate (KHP), NaOH, HCl, HNO_3 dan sampel batuan mineral sulfida dari Kabupaten Sumba Timur.

III.3 Cara Penyiapan Larutan

a) Pembuatan Larutan Standar Cr 1000 $\mu\text{g/mL}$

Larutan standar Cr dibuat dengan menimbang 0,5124 g $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai semua padatan larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

b) Pembuatan Larutan Fe(III) 10000 $\mu\text{g/mL}$

Larutan Fe dibuat dengan menimbang 4,84 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai semua padatan larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

c) Pembuatan Larutan Oksin 0,1 M

Larutan standar oksin dibuat dengan menimbang 1,4516 g oksin dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan kloroform secukupnya sampai semua padatan larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan kloroform sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

d) Pembuatan Larutan Buffer pH 3

- Pembuatan larutan KHP 0,1 M

Larutan KHP 0,1 M dibuat dengan menimbang 5,1 g KHP dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai semua padatan larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

- Pembuatan larutan HCl 0,1 M

Larutan HCl 0,1 M dibuat dengan memipet 0,83 mL HCl pekat ke dalam labu ukur 100 mL yang telah diisi air secukupnya, larutan kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

Larutan buffer pH 3 dibuat dengan memipet 125 mL larutan KHP 0,1 M dan 55,75 mL larutan HCl 0,1 M ke dalam labu ukur 250 mL. Kemudian, larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

III.4 Prosedur Penelitian**a) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum**

Larutan Cr 100 $\mu\text{g/mL}$ sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 5 mL larutan Oksin 0,1 M, selanjutnya larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, dikocok, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Fase kloroform ditampung pada labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan kloroform sampai tanda batas. Larutan kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis pada rentang panjang gelombang 400-700 nm.

b) Penentuan pH optimum

Larutan Cr 100 $\mu\text{g/mL}$ sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer, dan diatur dari pH 2-12 dengan penambahan larutan HNO_3 dan NaOH . Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan Oksin 0,1 M, selanjutnya larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, dikocok, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Fase kloroform ditampung pada labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan kloroform sampai tanda batas. Larutan kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

c) Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan Cr 100 $\mu\text{g/mL}$ dipipet 0; 1; 2; 3; 4 dan 5 mL masing-masing dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan diatur pada pH optimum 3 dengan penambahan larutan buffer pH 3. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan Oksin 0,1 M, selanjutnya larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, dikocok, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Fase kloroform ditampung pada labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan kloroform sampai tanda batas. Larutan kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

d) Pengaruh Ion Fe(III) pada Analisa Cr(III)

Larutan Cr 100 $\mu\text{g/mL}$ sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Ke dalam setiap larutan ditambahkan Fe, sehingga konsentrasi Fe pada setiap larutan berturut-turut adalah 0; 50; 100; 200; 300; 500; 700; 900 dan 1000 $\mu\text{g/mL}$. Larutan tersebut diatur pada pH optimum 3 dengan penambahan larutan buffer pH 3. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan Oksin 0,1 M, selanjutnya larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, dikocok, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Fase kloroform ditampung pada labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan kloroform sampai tanda batas. Larutan kemudian

dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

e) Penentuan Kadar Cr dalam Sampel Mineral Sulfida

- Destruksi Sampel

Sampel serbuk batuan mineral sulfida asal Kabupaten Sumba Timur ditimbang 2 gram dalam teflon, ditambahkan aqua regia dengan perbandingan HCl:HNO₃ (3:1), lalu teflon ditutup rapat. Teflon beserta isinya dipanaskan pada suhu 200°C selama ± 5 jam dengan penangas air. Larutan hasil destruksi didinginkan selama ± 3 jam, disaring dan ditampung dalam labu ukur 100 mL. Destruksi dilakukan sebanyak 2 (dua) kali. Sampel hasil destruksi I dibuat tanpa pengendapan Fe sebagai ion pengganggu dan sampel hasil destruksi II dibuat dengan mengendapkan Fe sebagai ion pengganggu dengan penambahan NaOH.

- Analisa Cr dalam Sampel Mineral Sulfida

Larutan hasil destruksi (sampel I dan II) masing-masing dipipet 5 mL, diatur pada pH optimum 3 dengan penambahan buffer pH 3. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan Oksin 0,1 M, selanjutnya larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, dikocok, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Fase kloroform ditampung pada labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan kloroform sampai tanda batas. Larutan kemudian dianalisis dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.