

BAB III METODE KERJA

III.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan selama 6 (enam) bulan, yakni pada bulan Agustus 2018 sampai Februari 2019 di Laboratorium Kimia Universitas Katolik Widya Mandiri Kupang.

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Alat

Alat-alat yang dibutuhkan dalam penelitian ini yakni labu ukur, gelas beaker, pipet volume, pipet tetes, seperangkat alat spektrofotometri UV-Vis, pH meter, botol semprot, *hot plate*, neraca analitik, spatula, pengaduk magnet, gelas uku, timbangan, kertas saring what whatman dan tisu.

III.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini yakni NH_4VO_3 , $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, NaOH , HNO_3 , HCl , kloroform, 8-hidroksikuinolin (oksin), aquades, dan sampel batuan mineral sulfida dari Kabupaten Sumba Timur.

III.3 Prosedur Kerja

III.3.1 Cara penyiapan Larutan

Pembuatan Larutan Standar NH_4VO_3 1000 $\mu\text{g/mL}$

Larutan standar V dibuat dengan menimbang 0,22963 g NH_4VO_3 , dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan dilarutkan dengan aquades sedikit demi sedikit sampai semua larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

Pembuatan larutan Ca^{2+} 10000 $\mu\text{g/mL}$

Padatan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 3,668 g dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan dilarutkan dengan aquades sampai semua padatan larut. Larutan kemudian diencerkan dengan aquades sampai tanda batas dan dikocok hingga homogen.

Pembuatan Larutan Oksin 100 µg/mL

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

Pembuatan Larutan Buffer

Larutan buffer pH 2 dibuat dari campuran antara larutan HCl 0,1 M dan larutan KHP 0,1 M.

III.3.2 Penentuan Penetapan Kondisi Optimum

Penentuan panjang gelombang maksimum

Larutan V 1000 µg/mL, diencerkan menjadi 100 µg/mL. Larutan V 100 µg/mL dipipet 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL, kemudian ditambahkan 5 mL larutan oksin 0,1 M kemudian larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah, ditambahkan 10 ml kloroform dan diekstraksi. Larutan didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan antara fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 25 ml. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400 – 700 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Optimasi pH pada Ekstraksi logam V

Larutan V 4 ppm masing-masing 10 mL, kemudian pH diatur dari 2-12 dengan penambahan larutan HNO₃. 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, ditambahkan 10 ml kloroform dan diekstraksi. Larutan didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 25 ml. Larutan diukur

absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Optimasi Konsentrasi Oksin pada logam V

Larutan V 4 ppm masing-masing 10 mL, kemudian pH diatur pada pH optimum dengan penambahan larutan HNO_3 . Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan oksin 10^{-5} M, 10^{-4} M, 10^{-3} M, 10^{-2} M dan 0,1 M, selanjutnya larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah, ditambahkan 10 ml kloroform dan diekstraksi, larutan tersebut didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* kemudian diencerkan ke dalam labu ukur 25 ml. Larutan diukur absorbansinya dengan rentang panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan V 100 $\mu\text{g/mL}$ diambil 0 mL; 0,5 mL; 1,5 mL; 2 mL; 2,5 mL; 3 mL; 3,5 mL; 4 mL; 4,5 mL; 5 mL. Masing-masing dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL, kemudian diatur pada pH optimum ditambahkan 5 ml larutan oksin pada kondisi optimum selanjutnya diaduk menggunakan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan dimasukkan ke dalam corong pisah ditambahkan 10 ml kloroform dan diekstraksi. Larutan tersebut didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* kemudian diencerkan ke dalam labu ukur 25 ml. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Kajian Interferensi

Pengaruh interferensi Ca^{2+} terhadap absorbansi V

Delapan buah labu erlenmeyer 100 mL, masing-masing diisi 1 mL larutan V 100 $\mu\text{g/mL}$. Masing-masing larutan ditambahkan Ca^{2+} 5000 $\mu\text{g/mL}$ sedemikian rupa sehingga konsentrasi Ca^{2+} setiap larutan berturut-turut: 0,0; 50; 100; 200; 300; 500; 700, 900 dan 1000 $\mu\text{g/mL}$. Kemudian diatur pada pH optimum.

Selanjutnya larutan ditambahkan 5 mL larutan oksin pada konsentrasi optimum dan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 25 mL. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Optimasi konsentrasi $C_4H_6O_6$

Larutan V 100 $\mu\text{g/mL}$ dipipet 1 mL ke dalam sembilan buah labu erlenmeyer 100 mL, masing-masing labu ditambahkan larutan Ca^{2+} yang memberikan gangguan maksimum dan 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 mL larutan $C_4H_6O_6$ 5000 $\mu\text{g/mL}$. Kemudian diatur pada pH optimum. Selanjutnya larutan ditambahkan 5 mL oksin pada konsentrasi optimum dan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 25 mL. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Mengatasi Interferensi Ca^{2+} dengan Penambahan $C_4H_6O_6$

Larutan V 100 $\mu\text{g/mL}$ dipipet 1 mL dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL. Kemudian larutan ditambahkan Ca^{2+} pada gangguan maksimum dan $C_4H_6O_6$ pada konsentrasi optimum, lalu diatur pada pH optimum. Selanjutnya larutan ditambahkan 5 mL oksin pada konsentrasi optimum dan kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan 10 mL kloroform, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 25 mL. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

III.3.3 Penentuan kadar V dalam sampel mineral

Destruksi sampel

Sampel serbuk batuan mineral ditimbang 2 gram, kemudian dimasukkan ke dalam teflon dan menambahkan aqua regia dengan perbandingan HCl dan HNO_3 (3:1) lalu teflon ditutup rapat. Teflon beserta isinya dipanaskan pada suhu $200\text{ }^\circ\text{C}$ selama ± 5 jam dengan penangas air. Setelah destruksi selesai, didinginkan selama ± 3 jam kemudian disaring dan ditampung dalam labu ukur 100. Destruksi dilakukan sebanyak 2 (dua) kali. Sampel hasil destruksi I dibuat tanpa pengendapan Fe(III) sebagai ion pengganggu dan sampel sampel hasil destruksi II dibuat dengan mengendapkan Fe(III) sebagai ion pengganggu dengan penambahan NaOH sampai pH 3.

Ekstraksi V dalam sampel mineral

Larutan hasil destruksi (sampel I dan II) masing-masing dipipet 5 mL kemudian diatur pada pH optimum dan ditambahkan larutan buffer pH optimum. Masing-masing larutan ditambahkan 5 mL oksin pada konsentrasi optimum, lalu larutan diaduk dengan magnetik stirer selama 10 menit. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam corong pisah dan diekstraksi dengan kloroform 10 mL, kemudian didiamkan selama 10 menit sampai terjadi pemisahan fasa air dan fasa kloroform. Larutan kloroform hasil *stripping* diencerkan dengan kloroform dalam labu ukur 25 mL. Larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometri UV-Vis.