

BAB III METODE PENELITIAN

III.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan di dua tempat yaitu Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang untuk menganalisis XRF sampel Pasir Bondo, dan di Laboratorium Kimia FMIPA Universitas Katolik Widya Mandira Kupang untuk optimasi analisis. Keseluruhan penelitian dilakukan sejak bulan Agustus 2018 sampai Februari 2019.

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Alat

Alat-alat yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah labu ukur, erlenmeyer, gelas beaker, pipet volume, pipet tetes, botol semprot, corong, oven, indikator universal, batang pengaduk, neraca analitik, teflon, kertas saring whatmann 42, spatula, termometer, hot plate, tissue, dan spektrofotometri UV-Vis.

III.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah padatan ARS, padatan TiO_2 , $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, larutan buffer pH 2, aquaregia, NaOH, H_2SO_4 , akuades, dan sampel pasir dari Bondo kabupaten Manggarai Timur.

III.3 Prosedur Kerja

III.3.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel pasir yang berasal dari Bondo Desa Watu Mori, Kecamatan Rana Mese, Kabupaten Manggarai Timur. Pertama-tama sampel pasir digerus menggunakan mortal hingga halus. Sampel kemudian dikirim ke Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang untuk pengujian kandungan komponen kimia menggunakan metode XRF.

III.3.2 Cara Penyiapan Larutan

a. Pembuatan Larutan Standar Ti (III) 1000 $\mu\text{g/mL}$

Larutan standar Ti dibuat dengan menimbang 0,1668 gram padatan TiO_2 , kemudian dimasukkan dalam teflon, ditambahkan 10 mL H_2SO_4 , lalu Teflon ditutup rapat. Teflon beserta isinya dipanaskan pada suhu 100°C selama ± 3 jam dengan penangas air. Setelah destruksi selesai, dinginkan selama ± 3 jam kemudian larutan kemudian disaring dengan kertas saring ke dalam labu ukur 100 mL. setelah itu larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

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

Larutan Al dibuat dengan menimbang sebanyak 8,9487 gram AlCl_3 dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan dilarutkan dengan akuades, kemudian dilarutkan sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

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

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

d. Pembuatan Larutan ARS 100 $\mu\text{g/mL}$

Larutan standar ARS dibuat dengan menimbang 0,0100 gram padatan ARS, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan akuades sedikit demi sedikit sampai semua larut. Kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas dan dikocok sampai homogen.

e. Pembuatan Larutan Buffer pH 2

- 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 2,07 mL HCl pekat ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas, dikocok sampai homogen.

- Pembuatan larutan buffer pH 2

Larutan buffer pH 2 dibuat dengan memipet 125 mL larutan KHP 0,1 M dan 123,75 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 Penentuan Penetapan Kondisi Optimum

a. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Disiapkan larutan Ti 12 $\mu\text{g/mL}$ dan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, kemudian ditambahkan 5 mL larutan ARS 100 $\mu\text{g/mL}$. Larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan dibiarkan selama 10 menit. Setelah 10 menit, larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400 nm – 700 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

b. Optimasi pH pada Analisis Ti

Disiapkan masing-masing larutan Ti 12 $\mu\text{g/mL}$ dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian diatur pH dari 2-12 dengan penambahan larutan HNO_3 dan NaOH . Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan ARS 100 $\mu\text{g/mL}$. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 420 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

c. Optimasi Konsentrasi ARS pada Analisis Ti

Disiapkan masing-masing larutan Ti 12 $\mu\text{g/mL}$ dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian diatur pada pH 2 dengan penambahan NaOH dan ditambahkan larutan buffer pH 2. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan ARS 50, 60, 70 80, 90, 100 $\mu\text{g/mL}$. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 420 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

d. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan stok Ti diambil 4, 8, 12, 16 dan 20 $\mu\text{g/mL}$ dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian diatur pada pH 2 dengan penambahan NaOH dan ditambahkan larutan buffer pH 2. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan ARS 100 $\mu\text{g/mL}$. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 420 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

e. Pengaruh Interferensi Al(III) terhadap Analisa Ti(IV)

Disiapkan masing-masing larutan Ti 12 $\mu\text{g/mL}$ dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ke dalam setiap larutan ditambahkan Al sedemikian rupa sehingga konsentrasi Al setiap larutan berturut-turut: 0,0; 50; 100; 200; 300; 500; 700 dan 1000 $\mu\text{g/mL}$. Larutan kemudian diatur pada pH 2 dengan penambahan NaOH dan ditambahkan larutan buffer pH 2. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan ARS 100 $\mu\text{g/mL}$. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 420 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

f. Pengaruh Interferensi Fe(III) terhadap Analisa Ti(IV)

Disiapkan masing-masing larutan Ti 12 µg/mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian ke dalam setiap larutan ditambahkan Fe sedemikian rupa sehingga konsentrasi Al setiap larutan berturut-turut: 0,0; 50; 100; 200; 300; 500; 700 dan 1000 µg/mL. Larutan kemudian diatur pada pH 2 dengan penambahan NaOH dan ditambahkan larutan buffer pH 2. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL larutan ARS 100 µg/mL. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 420 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

g. Destruksi Sampel

Sampel serbuk pasir ditimbang 2 gram, kemudian dimasukkan dalam teflon, ditambahkan aquaregia 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 dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Destruksi dilakukan sebanyak 2 (dua) kali.

h. Analisis Ti dalam Sampel Pasir Bondo

Larutan hasil destruksi masing-masing dipipet 5 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, diatur pada pH optimum 2 dengan penambahan larutan NaOH, kemudian ditambahkan larutan buffer pH 2. Pada masing-masing larutan ditambahkan 5 mL ARS 100 µg/mL. Selanjutnya larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok dan didiamkan selama 10 menit. Larutan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 420 nm menggunakan spektrofotometri UV-Vis.