

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Agustus sampai dengan bulan Oktober 2011 di Laboratorium Biomassa Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium kimia seperti labu ukur 50 mL, 100 mL dan 250 mL, buret 50 mL dan statif, labu Erlenmeyer 250 mL, indikator pH universal, gelas ukur, pipet tetes, pipet volumetrik 10 mL, pipet gondok 10 mL, gelas piala 250 mL, corong, mortar, pengaduk gelas, pemanas listrik, botol semprot, dan timbangan analitik dengan ketelitian 0,0001 gram.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel air bersih yang berasal dari air minum dalam kemasan dengan dua merk dagang tertentu (SK₁ dan SK₂), sampel air bersih yang berasal dari air permukaan tanah (AT₁ dan AT₂), sampel air bersih yang berasal dari sumber mata air pegunungan, dan akuades. Zat

kimia yang digunakan meliputi larutan HCl pekat, larutan NH₄OH, larutan Na₂EDTA, padatan NaCl, padatan NH₄Cl, padatan magnesium sulfat (MgSO₄·7H₂O), larutan CaCO₃, larutan NaOH 1N, indikator metil merah, indikator EBT, larutan AgNO₃, dan indikator K₂CrO₄.

C. Prosedur Penelitian

C.1 Persiapan pengambilan sampel

- a. Sampel air minum dalam kemasan dipersiapkan dengan dua merek dagang tertentu yang di beri tanda sampel kemasan (SK₁ dan SK₂) yang banyak beredar di pasaran.
- b. Sampel air permukaan tanah yang digunakan dibedakan menjadi dua yaitu sampel air permukaan tanah yang berasal dari air sumur yang terletak di dua perumahan dengan lokasi / wilayah yang berbeda yang diberi tanda (AT₁ dan AT₂) dan sampel air pegunungan yang berasal dari lokasi Bumi Kedaton yang di beri tanda (AG).

C.2. Pembuatan larutan

C.2.1. Analisis kalsium dan magnesium dengan metode titrimetri EDTA menurut SNI 06-6989.12-2004

C.2.1.1 Larutan buffer pH 10 ± 0,1

Dilarutkan sebanyak 0,4716 g Na₂EDTA dan 0,312 g magnesium sulfat (MgSO₄·7H₂O) ke dalam 20 mL akuades lalu ditambahkan ke dalam campuran

6,76 g NH_4Cl dan 57,2 mL NH_4OH dengan pengadukan dan diencerkan dengan akuades sampai volume menjadi 100 mL.

C.2.1.2 Larutan standar kalsium 0,01 M

Ditimbang sebanyak 0,5 g serbuk CaCO_3 anhidrat ke dalam labu Erlenmeyer 500 mL dan ditambahkan secara perlahan 50 mL HCL (1:1) hingga semua CaCO_3 telah larut lalu ditambahkan 100 mL akuades dan dididihkan beberapa menit untuk menghilangkan CO_2 . Setelah itu, ditambahkan beberapa tetes indikator metil merah dan larutan NH_4OH (1:1) hingga larutan berwarna orange serta diencerkan ke dalam 500 mL dengan akuades.

C.2.1.3 Larutan standar Na_2EDTA 0,01 M

Ditimbang sebanyak 3,723 g Na_2EDTA dan dilarutkan ke dalam akuades lalu diencerkan sampai volume menjadi 1000 mL dalam labu ukur. Setelah itu, distandarkan dengan larutan standar kalsium 0,01 M.

C.2.2 Analisis klorida dengan metode argentometri menurut SNI 6989.19:2009

C.2.2.1 Larutan baku natrium klorida (NaCl) 0,0141 N

Dilarutkan 824 mg NaCl yang telah dikeringkan pada 140°C selama 2 jam dalam akuades dan diencerkan sampai volume 1000 mL. Larutan ini mempunyai kadar klorida 500 mg Cl / L.

C.2.2.2 Larutan baku perak nitrat (AgNO_3) 0,0141 N

Dilarutkan 2,395 gram AgNO_3 dalam akuades dan diencerkan sampai volume 1000 mL. Setelah itu, dibakukan dengan larutan NaCl 0,0141 N dan disimpan dalam botol berwarna coklat (gelap).

C.2.2.3 Larutan indikator kalium kromat (K_2CrO_4) 5%

Dilarutkan 50 g K_2CrO_4 dalam sedikit akuades dan ditambahkan larutan perak nitrat (AgNO_3) sampai terbentuk endapan merah dengan jelas lalu dibiarkan selama 12 jam dan disaring serta diencerkan dengan akuades sampai volume 1 L.

C.3 Perlakuan Sampel

C.3.1 Analisis magnesium dengan metode titrimetri EDTA

Pada kesadahan total dengan metode spike matriks, diukur dengan menambahkan masing - masing sebanyak 15 mL sampel air (SK_1 , SK_2 , AT_1 , AT_2 , AG dan blanko), 10 mL larutan standar kalsium 0,01 M dan 25 mL akuades ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Larutan tersebut kemudian ditambahkan 1 mL larutan buffer $\text{pH} \pm 10$ dan 30 - 50 mg indikator EBT. Setelah itu, dititrasi dengan larutan Na_2EDTA 0,01 M hingga terjadi perubahan warna dari ungu menjadi biru dan dihitung banyaknya volume Na_2EDTA yang digunakan.

Pengukuran sampel air dengan metode non spike dilakukan dengan menambahkan sebanyak 25 mL sampel air (SK_1 , SK_2 , AT_1 , AT_2 , AG dan blanko) dan 1 mL larutan buffer $\text{pH} \pm 10$ sampai dicapai pH 12-13. Setelah itu, larutan tersebut

ditambahkan 30 - 50 mg indikator EBT dan dititrasi dengan larutan Na₂EDTA hingga terjadi perubahan warna dari ungu menjadi biru dan dihitung volume larutan Na₂EDTA yang digunakan seperti ditunjukkan dalam Tabel 2. Besarnya kadar kesadahan total dilakukan dengan menggunakan rumus berikut ini dan perhitungan kadar kesadahan total dapat dilihat pada Lampiran 2.

Perhitungan :

$$\text{Kesadahan total} = \frac{1000}{V_{\text{sampel}}} \times V_{\text{EDTA(a)}} \times M_{\text{EDTA}} \times 100$$

Sehingga besarnya kadar kesadahan magnesium dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut :

Perhitungan :

$$\text{Kesadahan magnesium} = \text{Kesadahan total} - \text{kesadahan kalsium}$$

Keterangan :

V_{sampel} : volume larutan sampel

$V_{\text{EDTA(a)}}$: volume rata-rata larutan baku Na₂EDTA untuk titrasi kesadahan total (mL)

M_{EDTA} : molaritas larutan baku Na₂EDTA untuk titrasi (mmol / mL)

C.3.2 Analisis kalsium dengan metode titrimetri EDTA

Pada kesadahan kalsium dengan metode spike matriks dilakukan dengan dua cara yaitu pada spike matriks pertama dilakukan dengan memasukkan 15 mL sampel air (SK₁, SK₂, AT₁, AT₂, AG dan blanko), 10 mL larutan standar kalsium 0,01 M dan 25 mL akuades ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Larutan tersebut

kemudian ditambahkan 2 mL larutan NaOH 1N sampai dicapai pH 12 - 13 dan 30 - 50 mg indikator EBT. Setelah itu, dititrasi dengan larutan Na₂EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi ungu. Spike matriks cara kedua dilakukan dengan mencampurkan 15 mL sampel air (SK₁, SK₂, AT₁, AT₂, AG dan blanko) dan 35 mL akuades ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL. Larutan tersebut kemudian ditambahkan 2 mL larutan NaOH 1N sampai dicapai pH 12 - 13 dan 30 - 50 mg indikator EBT. Setelah itu, dititrasi dengan larutan Na₂EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi ungu dan dihitung volume Na₂EDTA yang dibutuhkan seperti ditunjukkan dalam Tabel 4.

Pengukuran sampel air dengan metode non spike dilakukan dengan menambahkan sebanyak 25 mL sampel air (SK₁, SK₂, AT₁, AT₂, AG dan blanko) ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL yang telah berisi 25 mL akuades. Larutan tersebut kemudian ditambahkan 2 mL larutan NaOH 1N sampai dicapai pH 12 - 13. Setelah itu, ditambahkan 30 - 50 mg indikator EBT dan dititrasi dengan larutan Na₂EDTA hingga terjadi perubahan warna dari merah muda menjadi ungu. Banyaknya larutan Na₂EDTA yang digunakan dihitung seperti ditunjukkan dalam Tabel 4 dan besarnya kadar kesadahan kalsium dihitung dengan menggunakan rumus di bawah ini serta perhitungan kadar kesadahan kalsium dapat dilihat pada Lampiran 2.

Perhitungan :

$$\text{Kesadahan kalsium} = \frac{1000}{V_{\text{sampel}}} \times V_{\text{EDTA(b)}} \times M_{\text{EDTA}} \times 40$$

keterangan :

V_{sampel} : volume larutan sampel

$V_{EDTA(b)}$: volume rata-rata larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi kesadahan kalsium (mL)

M_{EDTA} : molaritas larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi (mmol/mL)

C.3.3 Analisis klorida dengan metode argentometri (SNI 6989.19:2009)

Pengukuran kadar klorida dilakukan dengan metode argentometri cara mohr yaitu sebanyak 100 mL sampel air (SK₁, SK₂, AT₁, AT₂, AG dan blanko) dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 1 mL larutan indikator K_2CrO_4 . Setelah itu, dititrasi dengan larutan $AgNO_3$ sampai terbentuk warna kuning kemerahan sebagai titik akhir dan dicatat kebutuhan larutan $AgNO_3$. Setelah itu, dihitung volume larutan $AgNO_3$ dengan menggunakan rumus di bawah ini dan perhitungan kadar klorida dapat dilihat pada Lampiran 3.

Perhitungan :

$$\text{Kadar klorida (Cl}^-) \text{ (mg / L)} = \frac{(A-B) \times N \times 35450 \times f}{V}$$

Keterangan :

A : volume larutan $AgNO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi larutan sampel (mL).

B : volume larutan $AgNO_3$ yang dibutuhkan untuk titrasi larutan blanko (mL).

N : normalitas larutan $AgNO_3$

f : faktor pengenceran

V : volume sampel yang digunakan (mL)