

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian antara lain oven, *muffle furnace*, neraca analitik, spatula, *hot plate*, dan alat gelas (pipet ukur 2 mL; 25 mL; 10mL, pipet tetes, labu ukur 50 mL; erlenmeyer 50 mL, pengaduk kaca, corong gelas, buret, statip dan klem, pro-pipet, cawan platina, gelas beker).

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain plasteran, HCl 0,50 N dan 2 N, indikator PP, NaOH 0,25 N.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi sampel

Sampel plesteran dihaluskan terlebih dahulu dengan menggunakan lumpang dan alu kemudian di disaring dengan penyaring yang memiliki urukunan 45nm. Sampel kemudian masing-masing ditimbang 1 gram untuk metode gravimetri dan 0,5 untuk metode titrasi.

3.3.2 Pembuatan larutan HCl 2 N dan, 0,25 N

Asam klorida 37% dipipet sebanyak 82,89 mL. Asam klorida tersebut dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 mL dan dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan HCl 2 N. Asam klorida 2 N dipipet sebanyak 125 mL. Asam klorida tersebut dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 500 mL, sehingga diperoleh HCl 0,50 N.

3.3.3 Pembuatan larutan NaOH 0,25 N

Natrium hidroksida ditimbang sebanyak 2,5 gram. Natrium hidroksida tersebut dilarutkan dengan akuades. Larutan tersebut kemudian diencerkan hingga 250 mL menggunakan akuades dan dihomogenkan, sehingga diperoleh larutan NaOH 0,25 N.

3.3.4 Penentuan CaCO₃ dengan Gravimetri

Beker yang berisi HCl 2 N sebanyak 20 mL ditimbang sebagai masa awal, kemudian ditambahkan sampel plesteran kedalam beker yang berisi larutan HCl 2 N kemudian diaduk hingga terjadinya reaksi berupa buih-buih kecil berwarna putih. Larutan tersebut kemudian ditimbang setelah terjadi reaksi sebagai masa akhir. Penentuan kadar kalsium karbonat dalam sampel plasteran ditentukan dengan persamaan 1 sampai 4, sehingga diperoleh kadar kalsium karbonat sampel dalam plesteran.

Penentuan massa CO₂ menggunakan persamaan 1:

Penentuan mol CO_2 menggunakan persamaan 2:

Penentuan massa CaCO_3 menggunakan persamaan 3:

Penentuan kadar CaCO_3 menggunakan persamaan 4:

Keterangan :

$m\text{ CaCO}_3 = \text{massa CaCO}_3(\text{g})$

S = massa sampel (g)

X = massa beker+HCl (g)

$Y = \text{massa beker} + \text{HCl} + \text{sampel stelah reaksi (g)}$

3.3.5 Penentuan CaCO₃ dengan titrasi

Sampel plasteran ditimbang sebanyak 0,5 gram, dan ditambahkan larutan HCl 0,50 N sebanyak 50 mL. Penetapan blanko dipipet 50 mL HCl 0,50 N lalu dimasukkan dalam beker dan dipanaskan menggunakan *hot plate* baik sampel maupun blanko selama 10 menit. Larutan tersebut didinginkan dan diencerkan hingga 100 mL pada labu ukur 100 mL menggunakan akuades dan dihomogenkan. Larutan yang telah diencerkan diambil 10 mL baik contoh maupun blanko masukkan dalam erlenmeyer lalu ditambahkan indikator PP dan dititrasikan dengan NaOH 0,25 N hingga terjadi perubahan warna menjadi merah

muda. Penentuan kadar kalsium karbonat dalam sampel plesteran ditentukan dengan menggunakan persamaan rumus 5 dan 6, sehingga diperoleh kadar kalsium karbonat dalam sampel plesteran.

Penentuan N NaOH menggunakan persamaan 5:

Penentuan kadar CaCO_3 (%) menggunakan persamaan 6:

Keterangan :

V_b = Volume titrasi blanko (mL)

V_c = Volume titrasi (mL)

50 = berat setara CaCO_3

m = Massa sampel (mg)

10 = volume larutan HCl yang dipipet (mL)

0,25 = N HCl yang diencerkan

N = normalitas NaOH

3.3.6 Presisi

Presisi merupakan nilai yang menunjukkan kedekatan antara hasil uji satu dengan uji lainnya. Penentuan presisi dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan rumus 7, 8 dan 9, sehingga diperoleh presisi atau kedekatan dalam pengukuran.

Penentuan Presisi

Penentuan CV Horwitz

3.3.7 Uji t

Uji t adalah salah satu uji yang digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya perbedaan yang signifikan (menyakinkan) dari dua rata-rata sampel (dua buah variabel yang dikomparasikan) (Ridwan, 2006). Penentuan uji t dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan rumus 10, 11 dan 12, sehingga diperoleh hasil perbandingan metode. Nilai t hitung ditentukan dengan persamaan 10:

dengan menggunakan persamaan 11:

$$db = n_1 + n_2 - 2$$

keterangan :

\ddot{X} = rata-rata kadar CaCO_3

S = simpangan baku

n = jumlah pengulangan

Nilai t tabel ditentukan dengan persamaan 12: