

BAB III

METODE PENELITIAN DAN ANALISA HASIL

3.1 Metodologi Penelitian

3.1.1. Bahan dan Alat

A. BAHAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian :

1. Limbah krom yang diambil dari PT Master Matra Work Manufacturing (pabrik kunci pintu) yang ada di jalan Majapahit 775 Semarang.
2. Batang karbon yang diambil dari baterai bekas.
3. Besi bekas yang diambil dari PT Master Matra Work Manufacturing.
4. H_2SO_4 pekat yang diambil dari lab. Kimia Analisa kimia MIPA-UNDIP.
5. $Ca(OH)_2$ (Air kapur)
6. Larutan K_2CrO_4 standar 10^{-3} M.
7. Resin penukar kation.

B. ALAT-ALAT

1. Klem dan statif
2. Beker Glass 250 cc
3. Pengaduk gelas 20 cm
4. Penjepit listrik
5. Tahanan geser 200 ohm
6. Pipet volume 50 cc
7. Pipet ukur 10 cc
8. Aspirator
9. Pipet tetes :
10. Labu takar 100 cc

11. Corong gelas
13. Jam (pengatur waktu)
14. Kertas saring
15. pH-meter
16. Erlenmeyer
17. Voltmeter
18. Ampermeter
19. Spectronic 20

3.1.2. RANCANGAN PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dengan membuat beberapa tingkatan kondisi untuk satu variabel yang berpengaruh pada percobaan elektrokimia.

a. Variabel yang digunakan:

a.1. Variabel berubah:

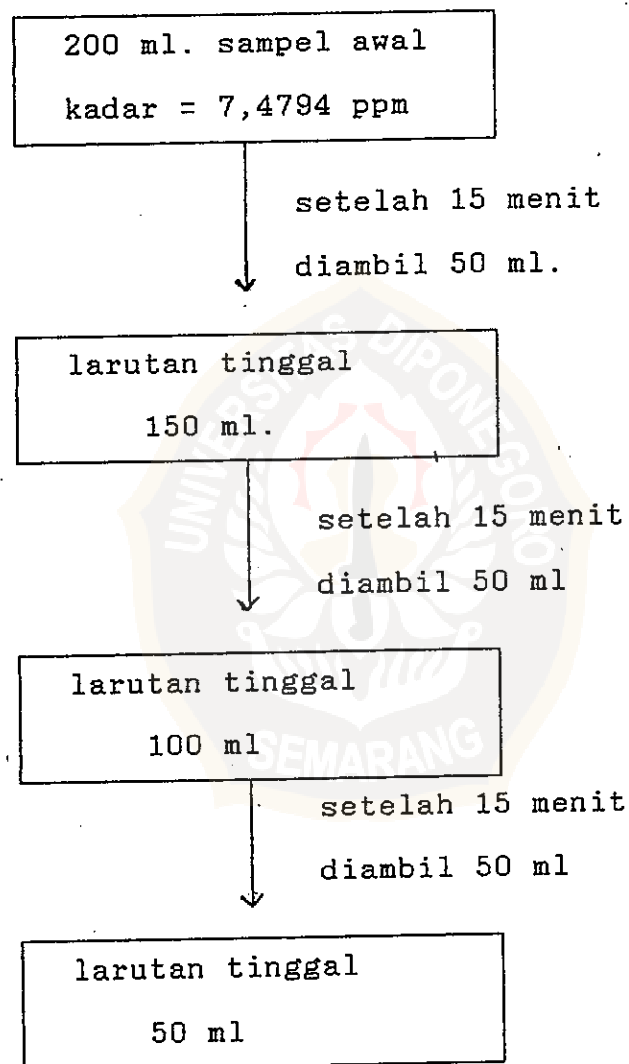
- Waktu reduksi : 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit
- pH reduksi : 1,00, 1,50, 2,00, 2,50, 3,00
- pH pengendapan : 7,00, 8,00, 8,50, 9,00, 10,00

a.2. Variabel tetap

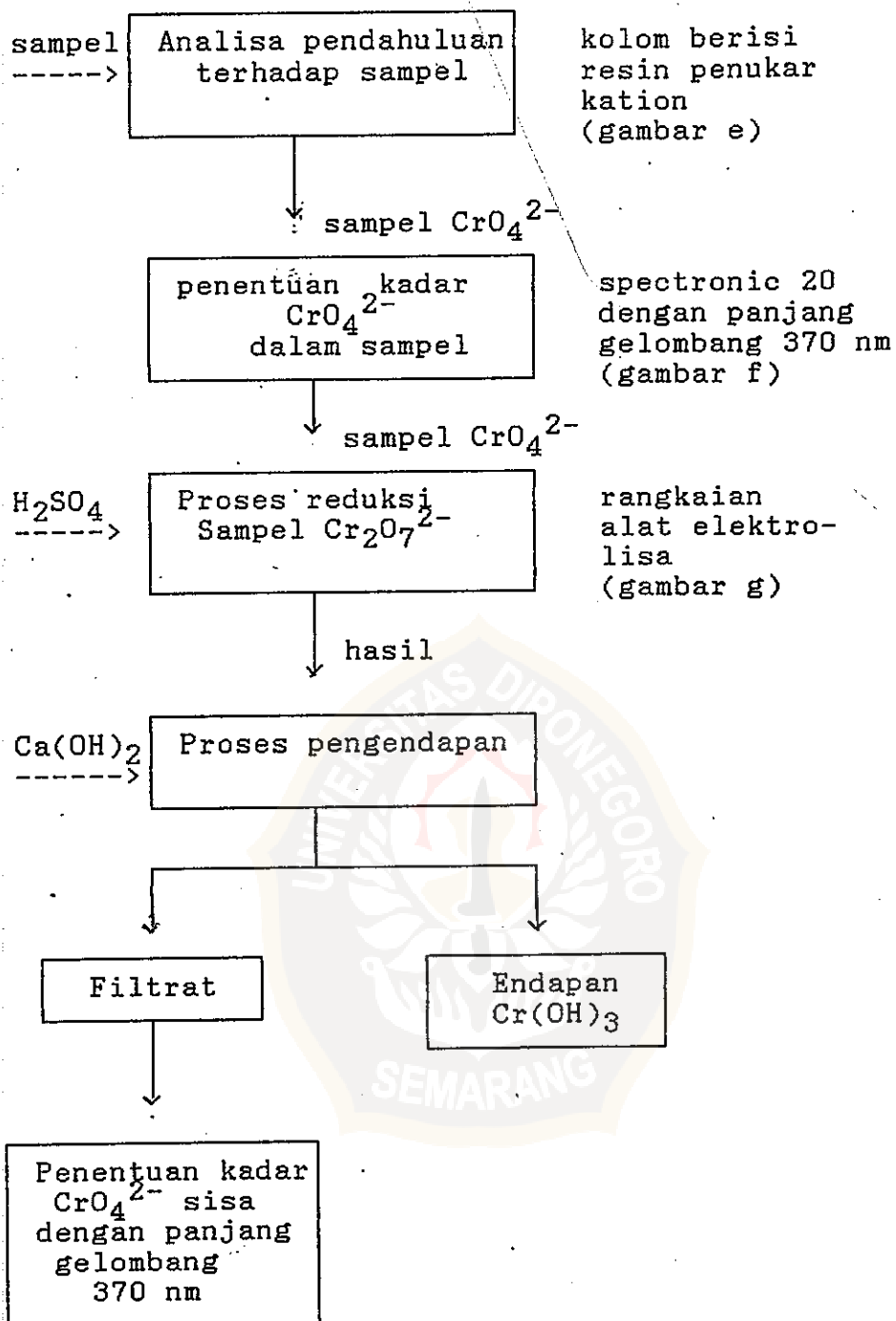
- Temperatur : suhu ruang
- Voltase yang dilewatkan sel : 12 volt
- Volume larutan awal : 200 ml
- Kadar Cr (VI) dalam limbah : 7,4794 ppm.

b. Metode pengerjaan proses reduksi

Diagram pengerjaan proses reduksi sebagai variabel-variabel dilakukan sebagai berikut:



c. Diagram kerja



3.1.3. PERCOBAAN

a. Analisis pendahuluan terhadap sampel.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah krom terhadap limbah krom dilakukan penghilangan

terhadap kation-kation yang mengganggu dengan menggunakan resin penukar kation.

Cara kerja :

1. Membuat kolom yang digunakan untuk tempat resin dengan ukuran tinggi = 80 cm dan diameter = 2 inci.
2. Limbah krom yang akan dianalisa pendahuluan dimasukkan ke dalam kolom tersebut dengan kecepatan pengaliran 0,1336 l/menit/l resin.
3. Hasil dari pelewataan resin ini ditampung dalam beker gelas.
4. Ditentukan kadarnya dengan menggunakan spectronic 20.
 - b. Penentuan kadar CrO_4^{2-} dengan menggunakan spectronic 20.
 - b.1. Mencari (panjang gelombang) serapan maksimum larutan CrO_4^{2-} standar.

Cara kerja:

1. Menghidupkan alat
 - a. Hubungkan alat spectronic 20 dengan aliran listrik 220 volt.
 - b. Nyalakan alat.
 - c. Biarkan selama 15 menit untuk pemanasan (warming up).
2. Mempersiapkan larutan.
 - a. Membuat larutan CrO_4^{2-} standar dengan konsentrasi 10^{-3} M.
 - b. Membuat larutan: 6 ml larutan CrO_4^{2-} + 10 ml larutan NaOH 0,1 N kemudian diencerkan dengan H_2O sehingga volumenya menjadi 25 ml.

3. Mengatur panjang gelombang, alat disetel pada 340 nm.
 4. Atur skala % T = 0 (A = 100) dengan memutar kiri depan dan tempat sampel dalam keadaan kosong dan tertutup rapat. (Gambar f)
 5. Masukkan tabung larutan blanko/pembanding.
 6. Atur skala % T = 100 (A = 0).
 7. Keluarkan larutan blanko.
 8. Masukkan tabung larutan CrO_4^{2-} yang telah dipersiapkan.
 9. Catat % T dan A yang ditunjuk pada alat.
 10. Ulangi cara kerja diatas untuk panjang gelombang 345, 350 dan seterusnya sampai 420 nm.
- b.2. Mencari kurva standar hubungan antara c dan A.
1. Mempersiapkan larutan.
 - a. Membuat larutan : 1 ml larutan CrO_4^{2-} + 10 ml NaOH 0,1 N kemudian encerkan dengan H_2O sehingga volumenya menjadi 25 ml.
 - b. Ulangi percobaan (a) dengan volume 2 ml, 3 ml, 4 ml, 5 ml dan 6 ml.
 2. Mengatur panjang gelombang, distel pada 370 nm (panjang gelombang maksimum)
 3. Atur skala % T = 0 (A = 100) dengan memutar tombol kiri depan dan tempat sampel dalam keadaan kosong dan tertutup rapat. (Gambar f)
 4. Masukkan larutan blanko atau pembanding.
 5. Atur skala % T = 100 (A = 0)
 6. Masukkan tabung larutan yang telah dipersiapkan.
 7. Catat % T dan A yang ditunjukkan pada alat.
 8. Ulangi cara kerja diatas untuk setiap larutan yang

telah dipersiapkan dengan 2 - 3 kali percobaan.

b.3. Proses reduksi limbah krom.

1. Limbah krom sebanyak 200 ml yang telah mengalami uji pendahuluan dimasukkan ke dalam beker glass yang telah tersusun sel di dalamnya.
2. Limbah krom ditambah H_2SO_4 pekat untuk mengatur kondisi pH reduksi yang diinginkan dalam percobaan.
3. Kedua elektroda dihubungkan dengan arus searah dengan $V = 12$ volt selama waktu yang diinginkan dalam percobaan.
4. Setiap 15 menit volumenya diambil 50 ml untuk dianalisa.
5. Hasil setiap proses reduksi diendapkan melalui proses pengendapan sesuai dengan kondisi masing-masing..

b.4. Proses pengendapan $Cr(OH)_3$

1. Hasil setiap proses reduksi dipindahkan ke dalam beker gelas yang lain, ditambah air kapur ($Ca(OH)_2$) sampai mencapai kondisi pH pengendapan yang diinginkan.
2. Setelah mencapai pH yang diinginkan, hasil proses pengendapan disaring untuk memisahkan filtrat dan endapan.
3. Kadar $Cr(VI)$ yang belum tereduksi ditentukan dengan menggunakan spectronic 20.

b.5. Mencari kadar sesudah dan sebelum tereduksi.

1. Mempersiapkan larutan

a. Membuat larutan : 1 ml sampel + 10 ml NaOH

0,1N kemudian diencerkan dengan H_2O sampai volume 25 ml.

- b. 5 ml filtrat dari hasil pengendapan + 10 NaOH diencerkan dengan H₂O sampai volumenya menjadi 25 ml. Setiap filtrat dari hasil proses pengendapan dilakukan seperti cara kerja di atas.
2. Mengatur panjang gelombang, distel pada 370 nm (panjang gelombang maksimum)
 3. Atur skala % T = 0 (A = 100) dengan memutar tombol kiri depan dan tempat sampel dalam keadaan kosong dan tertutup rapat.
 4. Masukkan larutan blanko atau pembanding.
 5. Atur skala % T = 100 (A = 0)
 6. Masukkan tabung larutan yang telah dipersiapkan.
 7. Catat % T dan A yang ditunjukkan pada alat.
 8. Ulangi cara kerja diatas untuk setiap larutan yang telah dipersiapkan dengan 2 - 3 kali percobaan.

Resin yang digunakan dalam percobaan : Dowex HCR-5
(Bentuk H⁺)

Sifat fisik dan kimia:

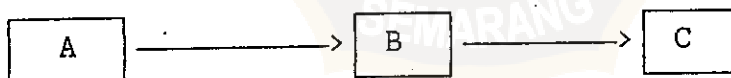
- bentuk fisik : butiran keras
- Keutuhan : min. 93 %
- Kapasitas pengikatan air: 50 % - 56 %
- Berat jenis : 50 lbs/cu ft
- Kapasitas minimal pertukaran ion :
 - : 4,8 Meg/g resin kering
 - : 1,8 Meg/g resin basah
 - : 3,90 Kgr/cu ft sebagai CaCO₃

- Ukuran standar basah: 16 Mesh : 2 %
- 40 Mesh : 6 %
- 50 Mesh : 1 %

Siklus operasi resin bentuk H^+ :

- batas regenerasi : tergantung kejenuhan dan kapasitas yang diperlukan
- Regeneran : 4 % - 10 % H_2SO_4
: 2 % - 8 % HCl
- Kecepatan alir regenerasi : 0,5 - 2,0 gpm/cu ft
- Air yang digunakan: 40 - 100 gal/cu ft
- Untuk pembilasan
- Kecepatan air pembilasan : Sebanding dengan kecepatan saat operasi

Tingkat-tingkat proses pembuangan pabrik adalah sebagai berikut:



Keterangan:

- A : buangan I larutan bekas setelah digunakan untuk proses pelapisan krom (bak masih ada di dalam bangunan pabrik)
- B : buangan II, limbah pabrik sudah masuk saluran pembuangan limbah (sudah ada di luar bangunan pabrik)
- C : buangan III, limbah sudah masuk ke selokan dan bercampur dengan limbah lainnya/

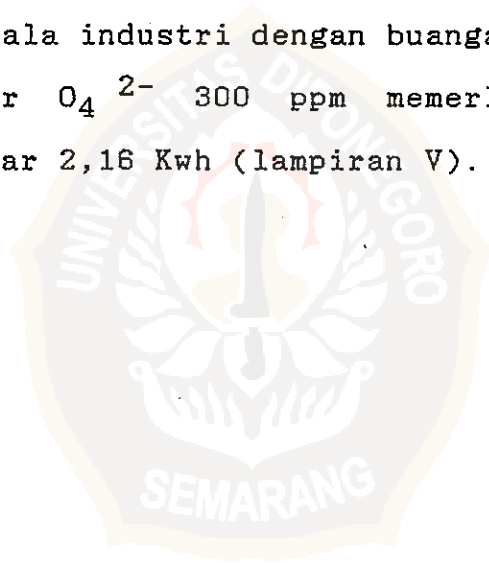
Sampel diambil dari tingkat B.

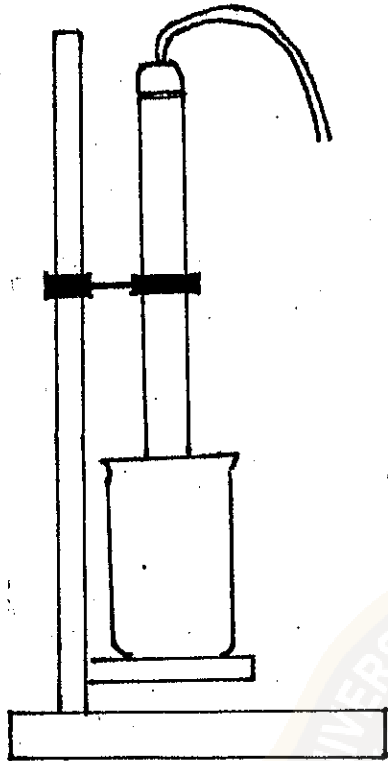
3.2 Hasil dan analisa hasil

1. Hasil percobaan untuk Cr O_4^{2-} standar dapat dilihat pada tabel IV dan tabel V.
2. Hasil percobaan elektrolisa dapat dilihat pada tabel VI dan VII.
3. Hasil percobaan reduksi CrO_4^{2-} menjadi Cr^{3+} dapat dilihat pada tabel VII sampai XII.
4. Efisiensi arus dan perkiraan skala industri.

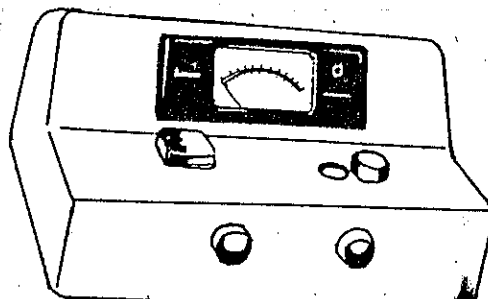
Efisiensi arus yang didapatkan berdasarkan data optimum (tabel X), ternyata memberikan hasil bahwa % arus yang terpakai adalah 1,71% (lampiran IV).

Perkiraan skala industri dengan buangan 1000 lt. dan kadar Cr O_4^{2-} 300 ppm memerlukan tenaga listrik sebesar 2,16 Kwh (lampiran V).

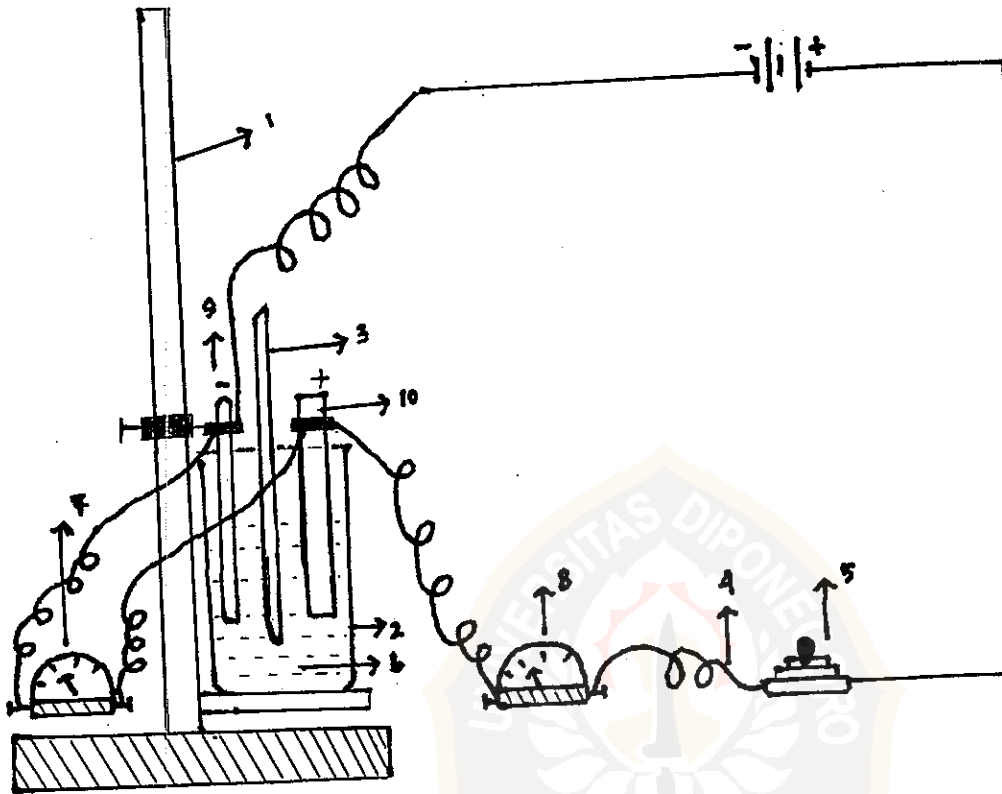




Gambar e gambar kolom berisi resin penukar kation



Gambar f gambar spectronic 20



- | | |
|---------------------|------------------|
| 1. Klem dan statif | 6. Limbah krom |
| 2. Beker Glass | 7. Voltmeter |
| 3. Pengaduk gelas | 8. Ampermeter |
| 4. Penjepit listrik | 9. Batang karbon |
| 5. Tahanan geser | 10. Besi bekas |

Gambar g gambar rangkaian alat elektrolisa pengolah limbah Cr (VI)