

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1. Metode Penelitian**

Penelitian dilakukan dengan menggunakan sel elektrolisa dan hasil pengamatan selama penelitian diperoleh dengan mengkondisikan sebagai berikut:

- a. Parameter yang dinilai meliputi massa endapan  $\text{PbCr}_2\text{O}_7$  dan  $\text{PbSO}_4$  sesudah elektrolisis
- b. Variabel yang dikendalikan meliputi tekanan (1 atm), konsentrasi larutan Kobalt sulfat (500 ppm), bentuk dan ukuran elektroda, jarak antar elektroda (1 cm), lama elektrolisis (30 menit) serta temperatur (40-50 °C)
- c. Variabel berubah meliputi beda potensial (0; 3,0; 4,5; 6,0; 7,5; 9,0 volt)

#### **3.2. Metode Analisis**

Dalam penelitian ini dilakukan analisis secara kuantitatif, massa endapan dan berat anoda Pb sebelum dan sesudah elektrolisis ditimbang dengan timbangan Mettler AT 200.

### 3.3. Peralatan

- a. Tabung reaksi, gelas ukur, labu takar, pipet tetes, pipet volume, corong gelas, gelas arloji, pengaduk kaca, kertas Whatman no 1, sendok plastik, gelas beaker, sumbat karet dan statif.
- b. Multimeter, timbangan digital (Mettler AT 200), stopwatch LCD Citizen, termometer dan adaptor.

### 3.4. Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah asam asetat, kobalt sulfat, asam sulfat, kalium dikromat, dimana semua dalam kondisi p.a buatan Merck, batang Pb, kawat neklin, aquades, aquabides.

### 3.5. Konstruksi Alat

Batang Pb, kawat neklin dipasang pada tabung reaksi kemudian dihubungkan dengan sumber arus DC dengan kabel kawat. Kedua elektroda dipasang saling sejajar vertikal dengan jarak antar elektroda sejauh 1 cm. Setiap selesai elektrolisis elektroda timbal diganti. Skema alat disajikan pada gambar 1 (lampiran).

### **3.6. Cara Kerja**

#### **3.6.1. Preparasi Larutan**

##### **A. Larutan Kobalt Sulfat 500 ppm**

Setengah gram kristal kobalt sulfat p.a. dilarutkan dengan aquades dalam labu takar 1 L sampai tanda batas.

##### **B. Larutan Kalium Dikromat 0,1 M**

Melarutkan 2,94 gram kristal kalium dikromat p.a. dengan aquades dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

##### **C. Larutan Asam Sulfat 0,1 M**

Sepuluh mililiter aquades ditambah dengan asam sulfat p.a. 0,53 mL kemudian ditambah aquades dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

#### **3.6.2. Penyiapan Elektroda**

Elektroda Pb dari accu bekas dipotong dengan panjang 15 cm dan diampelas sampai mengkilap kemudian ditimbang menggunakan timbangan Mettler AT 200.

#### **3.6.3. Preparasi Larutan Sampel**

Enam puluh mililiter larutan kobalt sulfat 500 ppm ditambah 0,1 mL asam asetat kemudian diaduk supaya homogen.

#### 3.6.4. Elektrolisis Sampel

- a. Batang Pb bersih yang akan ditempatkan pada anoda ditimbang.
- b. Seperangkat alat elektrolisa disusun seperti pada gambar.
- c. Larutan sampel dielektrolisis dengan variasi potensial 0; 3,0; 4,5; 6,0; 7,5; 9,0 volt selama 30 menit.
- d. Batang Pb setelah elektrolisis dibersihkan dan dikeringkan pada suhu  $120^{\circ}\text{C}$  kemudian ditimbang.

#### 3.6.5. Penentuan Massa Endapan

Endapan hasil elektrolisis yang terbentuk pada sel elektrokimia disaring, dicuci dengan aquabides, dikeringkan dan ditimbang menggunakan timbangan Mettler AT 200. Filtrat dibagi dua, filtrat pertama ditambah dengan kalium dikromat dan filtrat kedua ditambah dengan asam sulfat. Endapan yang terbentuk disaring dan dikeringkan kemudian ditimbang menggunakan timbangan Mettler AT 200.

