

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

- pH-meter Orion 201
- Spektrofotometri Hanna Instrumen Model 309
- Kolom kromatografi diameter dalam 5 mm dengan pengatur kecepatan alir
- Stopwatch/arloji
- Peralatan gelas

3.1.2 Bahan

- Akuades
- $K_2Cr_2O_7$ p.a.
- H_2SO_4 p.a.
- Sekam Padi yang diambil dari penggilingan padi di daerah Tembalang,
- Difenilkarbazida p.a.
- Aseton p.a.

3.1.3 Parameter penelitian

- Parameter yang dikonstankan : konsentrasi influen, ukuran kolom, ukuran adsorben.
- Parameter bebas : pH influen, kecepatan alir.
- Parameter yang dinilai : konsentrasi Cr^{6+} sisa.

3.2 Metode Kerja

3.2.1 Pembuatan Abu Sekam Padi

Sekam padi yang telah dicuci dengan air sebanyak 3 – 4 kali dikeringkan, kemudian diabukan pada temperatur 300 °C selama 2 jam. Abu yang terbentuk diayak untuk mendapatkan ukuran 0,425 - 0,625 mm (35 – 25 mesh). Abu sekam padi yang diperoleh kemudian disimpan dalam botol tertutup untuk digunakan kemudian.

3.2.2 Pembuatan Larutan Induk Cr⁶⁺ 1000 ppm

Kristal K₂Cr₂O₇ seberat 2,829 g dilarutkan dengan akuades dalam labu takar 1000 mL. Larutan yang telah dibuat disimpan dalam wadah tertutup dan berwarna coklat.

3.2.3 Pembuatan Larutan Cr⁶⁺ 10 ppm

Larutan induk Cr⁶⁺ 1000 ppm sebanyak 10 mL diencerkan dengan akuades dalam labu takar 1000 mL hingga tanda batas.

3.2.4 Pembuatan Larutan Difenilkarbazida

Kristal Difenilkarbazida sebanyak 250 mg dilarutkan dalam 50 mL aseton. Larutan yang sudah jadi disimpan dalam botol berwarna gelap dan tertutup.

3.2.5 Pembuatan Kolom Kromatografi

Abu sekam seberat 0,4 g direndam dalam akuades selama 2 jam sambil sekali-kali diaduk. Abu sekam padi dalam keadaan basah dimasukkan ke dalam kolom dan dihomogenkan dengan cara mengetuk dinding kolom. Kolom yang sudah jadi berisi abu sekam padi sepanjang 50 mm.

3.2.6 Studi Pengaruh pH Influen terhadap Adsorpsi Cr^{6+} oleh abu sekam padi

Larutan Cr^{6+} dengan konsentrasi 10 ppm diatur pH-nya, sehingga diperoleh larutan dengan pH masing-masing 1,0; 2,0; 3,0; 4,0. Masing-masing larutan tersebut kemudian dialirkan ke dalam kolom yang terpisah dengan kecepatan alir konstan $1 \text{ mL}\cdot\text{menit}^{-1}$. Pengukuran konsentrasi sisa Cr^{6+} dalam larutan efluen dilakukan untuk setiap fraksi efluen. Setiap fraksi efluen mengandung larutan sebanyak 2 mL.

3.2.7 Studi Pengaruh Kecepatan Alir terhadap Adsorpsi Cr^{6+} oleh Abu Sekam Padi

Larutan Cr^{6+} 1 ppm dengan pH optimum dilewatkan pada kolom dengan kecepatan alir yang bervariasi. Kecepatan alir diatur dengan variasi 1,0; 1,5 dan $2,0 \text{ mL}\cdot\text{menit}^{-1}$. Larutan efluen dikumpulkan setiap 2 mL dan ditentukan konsentrasi Cr^{6+} yang tersisa dalam setiap fraksi efluen tersebut.

3.2.8. Penentuan Konsentrasi Cr^{6+} Dalam Setiap Fraksi Efluen

Larutan efluen sebanyak 2 mL diambil 1 mL ditambah dengan H_2SO_4 3 M 1 mL kemudian diencerkan sampai 25 mL dengan akuades. Hasil pengenceran tersebut diambil 10 mL dan direaksikan dengan Difenilkarbazida sebanyak 0,4 mL kemudian didiamkan selama 5 – 10 menit untuk penyempurnaan pembentukan kompleks. Setelah terbentuk kompleks berwarna, absorbansi diukur dengan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm.