

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Sampel, Bahan dan Alat

3.1.1 Sampel

Sampel yang digunakan adalah limbah cuci/cetak foto yang dikumpulkan dari studio foto di lingkungan Tembalang dan limbah laboratorium dari Lab. Kimia Analitik FMIPA UNDIP.

3.1.2 Bahan

- a. AgNO_3
- b. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- c. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$
- d. NaOH (G.R.)
- e. Minyak tanah fraksi 200-220°C
- f. D2EHPA (SIGMA)
- g. TBP (SIGMA)
- h. HCl
- i. HNO_3 (G.R.)
- j. SPAN-80 (sorbitan monoleat) (SIGMA)

3.1.3 Alat

- a. Magnetic stirrer
- b. Peralatan gelas standar
- c. Spektrofotometri Serapan Atom (Perkin Elmer 5100 PC)
- d. pH meter Metrohm

3.2 Metode Kerja

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Diponegoro Semarang, analisis spektroskopi serapan atomik dilakukan di Laboratorium Analisa Kimia dan Fisika Pusat Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.

Larutan umpan adalah logam Ag (dalam bentuk larutan perak nitrat dan perak sulfat 100 ppm), dalam mempelajari pengaruh adanya logam lain ditambah dengan ion logam Cu(II) dan Cr(VI). Emulsi dibuat dengan mencampurkan larutan fasa internal 0,1 M HNO₃ dengan fasa membran (organik) yang terdiri dari pembawa TBP (SIGMA), D2EHPA (SIGMA) atau campurannya dengan zat pengemulsi 10 % SPAN-80 (sorbitan monooleat) (SIGMA) dan diaduk selama 20 menit, lalu didiamkan 3 menit sebelum dicampur dengan fasa umpan. Perbandingan fasa internal dan membran/fasa organik dibuat konstan yaitu 1:1, sedangkan perbandingan fasa emulsi dengan fasa umpan juga dibuat konstan 1:10. Pelarut pembawa yang dipakai adalah minyak tanah. Minyak tanah sebelum digunakan didistilasi dulu dengan menggunakan H₂SO₄ pekat dengan perbandingan

volume 100:1, fraksi yang digunakan sebagai pelarut adalah fraksi dengan titik didih 200-220°C. pH di fasa umpan dan penerima dibuat konstan yaitu 3 dan 1, pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan pH meter Metrohm. Perlakuan fasa umpan ke dalam fasa emulsi dilakukan di dalam gelas beaker dan diaduk dengan kecepatan konstan selama 15 menit dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Fasa umpan diambil setelah didiamkan sekitar 3 menit. Setelah pengadukan diukur pH fasa umpan dan kadar ion logam fasa umpan diukur dengan AAS Perkin Elmer 5100 dan Hitachi. Emulsi dipisahkan dari fasa umpan dan dilakukan tahap deemulsifikasi (pendiaman, pemanasan dan pengadukan). Fasa air hasil deemulsifikasi diukur pH-nya.

3.2.1 Penyiapan ELM (Pembuatan Emulsi)

1. Distilasi kerosen diambil fraksi 200-220°C, fraksi ini digunakan sebagai pelarut TBP-D2EHPA .
2. Fasa organik (TBP:D2EHPA dalam minyak tanah) diaduk dengan kecepatan konstan selama 10 menit sambil ditambahkan surfaktan SPAN-80 sampai mencapai kadar 10 %. Lalu dicampurkan dengan fasa internal 0,1 M HNO₃ dan diaduk selama 20 menit. Hasil pengadukan berupa emulsi w/o dan siap didispersikan ke fasa umpan.

3.2.2 Pengaruh Variabel Pembawa terhadap Persen Pengambilan Perak dari Larutan Perak nitrat

1. Pengambilan perak dari larutan perak nitrat dilakukan dengan pembawa D2EHPA 1 M.
2. Pengambilan perak dari larutan perak nitrat dilakukan dengan pembawa D2EHPA-TBP 1 M (4:1).
3. Pengambilan perak dari larutan perak nitrat dilakukan dengan pembawa TBP 1 M.

3.2.3 Pengaruh Variabel Pembawa terhadap Persen Pengambilan Perak dari Larutan Peraktiosulfat

1. Pengambilan perak dari larutan peraktiosulfat dilakukan dengan pembawa D2EHPA 1 M.
2. Pengambilan perak dari larutan peraktiosulfat dilakukan dengan pembawa D2EHPA-TBP 1 M (4:1).
3. Pengambilan perak dari larutan peraktiosulfat dilakukan dengan pembawa TBP 1 M.

3.2.4 Pengaruh Logam Cu(II) dan Cr(VI) terhadap Persen Pengambilan Perak dari Larutan Perak nitrat

1. Pengambilan perak dari larutan perak nitrat yang mengandung logam Cu(II) dan Cr(VI) masing-masing 10 ppm.

2. Pengambilan perak dari larutan perak nitrat yang mengandung logam Cu(II) dan Cr(VI) masing-masing 25 ppm.

3.2.5 Pengaruh Logam Cu(II) dan Cr(VI) terhadap Persen Pengambilan Perak dari Larutan Peraktiosulfat

1. Pengambilan perak dari larutan peraktiosulfat yang mengandung logam Cu(II) dan Cr(VI) masing-masing 10 ppm.
2. Pengambilan perak dari larutan peraktiosulfat yang mengandung logam Cu(II) dan Cr(VI) masing-masing 25 ppm.

3.2.6 Pengambilan Logam Perak dari Limbahnya (Cuci/Cetak Foto dan Laboratorium)

Hasil kondisi optimal yang diperoleh dari tahap-tahap sebelumnya digunakan untuk melakukan pengambilan perak dari limbah cuci/cetak foto dan laboratorium.

3.2.7 Demulsifikasi

Fasa emulsi yang dikumpulkan didemulsifikasi. Demulsifikasi dilakukan setelah fasa emulsi terpisah dari fasa umpan, lalu fasa emulsi diperlakukan dengan beberapa cara yaitu: pengadukan, pemanasan, dan pendiaman.