

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Penetapan Parameter

Penelitian dilakukan dengan menerapkan parameter kerja, sebagai berikut:

- a. Parameter tetap, meliputi :
 - Faktor elektroda, yaitu sepasang elektroda karbon, berdiameter 0,7 cm dan panjang 5,5 cm, dipasang pada sel elektrolisis dengan jarak antar elektroda 1 cm dan tercelup sedalam 3 cm dalam elektrolit.
 - Elektrolit, yaitu 100 mL limbah perendaman PCB model dengan pH 5,5.
 - Waktu elektrolisis 80 menit pada elektrolisis di bawah variasi potensial eksternal.
 - Potensial listrik eksternal 2,0 V pada elektrolisis di bawah variasi waktu elektrolisis.
 - Kondisi ruang, yaitu pada temperatur ruang ($\pm 30^{\circ}\text{C}$) dan tekanan ruang ($\pm 1\text{ atm}$).
- b. Parameter berubah, meliputi:
 - Potensial listrik eksternal 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; dan 3,0 V
 - Waktu elektrolisis 40, 60, 80, 100, dan 120 menit
- c. Parameter yang dinilai meliputi massa endapan dan nilai d difraktogram endapan hasil elektrolisis.

3.2. Metode Analisis

Endapan hasil elektrolisis dianalisis secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis kualitatif meliputi pengamatan visual warna endapan dan perbandingan nilai d difraktogram standar dengan endapan yang dihasilkan untuk menentukan jenis senyawa yang terbentuk. Analisis kuantitatif meliputi penentuan massa endapan.

3.3. Peralatan

- a. Alat gelas yang digunakan meliputi labu takar pyrex (100 mL), gelas beker pyrex (100, 250, dan 1000 mL), erlenmeyer pyrex (100 dan 250 mL), gelas ukur pyrex (25 dan 100 mL), pengaduk gelas, cawan gelas, corong gelas, pipet tetes, dan botol vial (50 mL).
- b. Multimeter Sanwa YX-360 TRE, pH-meter digital Orion seri 201, neraca analitis Mettler AT 200, termometer, dan catu daya.
- c. Instrumen XRD-6000 Shimadzu X-Ray Diffractometer.

3.4. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah PCB, feri klorida (teknis), dinatrium EDTA (p.a), akuades, amonia 21 % (p.a), natrium hidroksida (teknis) dan larutan alkohol 95 % (teknis).

3.5. Desain Alat

Gelas beker (250 mL) berisi 100 mL elektrolit dihubungkan dengan catu daya melalui sepasang elektroda. Elektroda berupa batang karbon, dipasang pada tempat yang telah disiapkan dan diatur ukuran maupun jaraknya. Elektroda diposisikan pada ketinggian tertentu dari permukaan dasar gelas beker, sehingga tidak seluruh permukaan elektroda tercelup dalam elektrolit. Kedudukan ini dipertahankan untuk elektrolisis selanjutnya. Desain sel elektrolisis digambarkan pada Lampiran 15.

3.6. Cara Kerja

3.6.1. Preparasi

- a. Larutan feri klorida, dibuat dengan melarutkan 10,82 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 mL akuades.
- b. Larutan dinatrium EDTA 0,25 M, dibuat dengan melarutkan 9,3 g $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 mL akuades.
- c. Larutan alkohol 0,2 %, dibuat dengan mengencerkan 5 mL larutan alkohol 95 % menjadi 500 mL larutan. Sebanyak 100 mL larutan tersebut diencerkan hingga 500 mL.
- d. Larutan NaOH pH 10, dibuat dengan melarutkan sejumlah NaOH dalam akuades dan diencerkan hingga pH 10.

- e. Larutan limbah model merupakan sistem $\text{CuCl}_2\text{-FeCl}_2\text{-FeCl}_3$, dibuat dengan cara melarutkan tembaga permukaan PCB dalam larutan (a). Larutan tersebut dicampur dengan larutan pada preparasi (b), kemudian diencerkan dengan akuades hingga 1 L.

3.6.2. Elektrolisis

Sebanyak 100 mL larutan limbah model yang telah ditambahkan larutan amonia hingga pH 5,5, digunakan sebagai elektrolit. Batang karbon dari baterai bekas digunakan sebagai elektroda.

3.6.3. Penanganan hasil^[4]

Endapan hasil elektrolisis dicuci dan direndam selama ± 5 menit dalam larutan NaOH pH 10. Selanjutnya, endapan dicuci dan direndam selama ± 10 menit dalam larutan alkohol 0,2 %. Endapan dikeringkan dalam oven pada temperatur $70 - 80$ °C. Endapan disimpan dalam wadah tertutup.

3.6.4. Analisis Endapan

Massa katoda sebelum dan sesudah elektrolisis, serta endapan yang terbentuk ditimbang menggunakan neraca analitik. Endapan dikarakterisasi dengan analisis XRD.