

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Metode yang diterapkan dalam penelitian adalah metode pemisahan dengan teknik SLM. Teknik tersebut melingkupi fasa umpan yang mengandung campuran ion logam Pb(II), Ni(II), Cu(II), Fe(II), Zn(II), Ag(I), dan fasa penerima yang berupa larutan HNO₃ 1 M. Membran berpori PTFE sebagai pendukung diimpregnasi dengan larutan senyawa pembawa D2EHPA yang juga berperan sebagai membran cair. Variabel yang dinilai adalah konsentrasi ion logam dalam fasa umpan dan penerima serta pH larutan umpan. Adapun variabel bebas yang digunakan adalah konsentrasi D2EHPA dan jenis ion tanding (nitrat dan klorat). Secara kuantitas, kadar ion logam sisa dalam fasa umpan setelah proses pemisahan diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS).

3.1 Bahan dan Alat

3.1.1. Bahan

Bahan yang disebut di bawah ini merupakan bahan pro analis kecuali untuk bahan yang disebut secara khusus.

- AgNO₃
- Pb(NO₃)₂
- CuSO₄ · 5H₂O
- ZnSO₄ · 7H₂O
- NiSO₄ · 6H₂O

- $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
- HNO_3
- H_2SO_4
- NaOH
- Kerosen (teknik)
- D2EHPA (SIGMA)
- membran PTFE (Whatman)

3.1.2 Alat

- Peralatan gelas laboratorium
- Destilator
- Seperangkat sel pemisahan SLM tunggal
- Spektrofotometri Serapan Atom (Perkin Elmer 5100 PC)
- pH meter Metrohm.

3.2 Cara Kerja

3.2.1. Preparasi

Larutan D2EHPA 0,5; 1,0 dan 1,5 M dibuat berturut-turut dengan melarutkan 16,78; 33,56 dan 50,36 mL D2EHPA ke dalam fraksi dodekan 200 - 220 °C hasil destilasi kerosen.

Fasa umpan dibuat dengan mencampurkan masing-masing 10 mL 100 ppm $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, AgNO_3 , $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ke dalam labu takar 100 mL kemudian diencerkan dengan akuades.

Fasa umpan dengan penambahan ion tanding dibuat dengan mencampurkan masing-masing 10 mL 100 ppm $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, AgNO_3 , $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$,

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ke dalam labu takar 100 mL ditambah dengan NaNO_3 (atau NaClO_3) 1 M sebanyak 5 mL kemudian diencerkan dengan akuades. Adapun fasa penerima adalah larutan HNO_3 1 M

3.2.2. Pengaturan pH

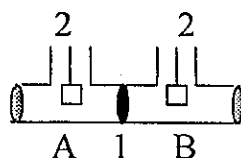
Pada pengaturan pH ditambahkan HNO_3 pekat pada fasa umpan setetes demi setetes hingga dicapai pH 3. Sedangkan fasa penerima diatur pH-nya hingga mencapai pH 1.

3.2.3. Penyiapan membran

Membran PTFE direndam dalam fraksi dodekan 200 – 220 °C selama 8 jam kemudian diangkat dan dimasukkan ke dalam larutan D2EHPA 0,5 M selama 2 jam. Pada 5 menit terakhir dilakukan penggetaran dengan alat getar. Perlakuan yang sama diterapkan pada D2EHPA konsentrasi 1; 1,5 M.

3.2.4. Proses pengadukan

Membran PTFE yang sudah diimpregnasi dengan larutan D2EHPA diletakkan diantara bejana A dan B yang berturut-turut berisi fasa umpan dan fasa penerima seperti gambar di bawah.



Gambar 3.1 Skema sel pemisahan SLM; membran (1); pengaduk gelas (2)

Setelah itu dilakukan pengadukan selama 5 jam. Perlakuan yang sama diterapkan pada setiap proses pemisahan. Untuk pemisahan bertahap, setelah pengadukan selama 5 jam, fasa penerima diambil dan digantikan dengan fasa penerima pH 1 yang baru, kemudian pengadukan dilanjutkan kembali selama 5 jam.

3.2.5. Pengukuran pH

Setelah fasa umpan dan fasa penerima melalui proses pengadukan, dilakukan pengukuran pH dengan alat pHmeter.

3.2.6. Analisa AAS

Kandungan ion logam sisa dalam fasa umpan sesudah proses pemisahan diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (*Atomic Absorbance Spectrometry*, AAS)

