

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Variabel Penelitian

3.1.1. Variabel tetap

Variabel tetap dalam penelitian ini adalah temperatur, pH larutan, konsentrasi senyawa pembawa dan larutan logam, volume larutan, waktu dan kecepatan pengadukan.

3.1.2. Variabel Bebas

Variabel bebasnya adalah perbandingan senyawa pembawa campuran TBP dan HDEHP.

3.1.3. Variabel yang Dinilai

Variabel yang dinilai adalah pH fasa umpan dan fasa penerima serta persen transpor logam berat di fasa penerima.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Penelitian ini menggunakan peralatan gelas standar, seperangkat alat SLM, spektrofotometer UV-Vis, pH-meter, neraca analitis dan AAS.

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah kalium dikromat, kromium triklorida, tembaga sulfat, nikel sulfat, besi triklorida, natrium hidrokarbonat, TBP, HDEHP, PTFE, asam

sulfat, asam nitrat, aseton, difenil karbazida, minyak tanah, akuades, limbah laboratorium kimia analitik dan limbah penyamakan kulit PT Sayung Adhimukti.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Preparasi

1. Pembuatan larutan difenilkarbazida

Kristal difenilkarbazida sebanyak 250 mg dilarutkan dalam 50 mL aseton.

Larutan yang sudah disimpan dalam botol berwarna gelap dan tertutup.

2. Pengambilan fraksi dodekan dari minyak tanah

Minyak tanah ditambah $H_2SO_4(p.a)$ dengan perbandingan 100 : 1 dimasukkan dalam tabung distilasi kemudian didistilasi dan diambil fraksi dodekan.

3. Pembuatan larutan TBP 1 M

TBP sebanyak 6,808 mL dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan diencerkan dengan dodekan sampai tanda batas.

4. Pembuatan larutan HDEHP 1 M

HDEHP sebanyak 8,920 mL dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan diencerkan dengan dodekan sampai tanda batas.

5. Pembuatan larutan TBP : HDEHP dengan perbandingan 0,2 : 0,8 M

TBP sebanyak 1,36 mL ditambah 6,920 mL HDEHP dimasukkan dalam labu takar 25 mL dan diencerkan dengan dodekan sampai tanda batas.

6. Destruksi sampel limbah

Limbah laboratorium dan penyamakan kulit ditambah HNO_3 pekat dan H_2SO_4 pekat tetes demi tetes dan dipanaskan sampai didapat larutan yang jernih kemudian disaring.

3.3.2. Pembuatan membran cair berpendukung

Perendaman PTFE dalam senyawa pembawa yang telah dilarutkan dalam dodekan dilakukan selama 2 jam sebelum dipasang diantara fasa umpan dan fasa penerima pada alat SLM.

3.3.3. Pemisahan logam berat dalam larutan simulasi

3.3.3.1. Ekstraksi logam berat

Membran PTFE yang telah direndam dalam senyawa pembawa campuran TBP dan HDEHP dengan perbandingan konsentrasi 1 : 0; 0,2 : 0,8 dan 0 : 1 (M) dipasang pada alat SLM. Fasa umpan diisi dengan larutan simulasi campuran logam 10 ppm yang pH-nya diatur dengan menambahkan H_2SO_4 encer sehingga menjadi pH 3 dan fasa penerima diisi larutan asam nitrat pH 1. Pengadukan dilakukan selama 5 jam dengan kecepatan 550 rpm. Setelah pengadukan pH fasa umpan dan fasa penerima diukur sedangkan konsentrasi logam dianalisa dengan AAS.

3.3.3.2. Pemisahan Cr(VI) dari Cr(III)

Senyawa pembawa yang digunakan pada tahap ini adalah TBP dan HDEHP.

1. Senyawa pembawa TBP

Larutan fasa umpan setelah pengadukan tahap ekstraksi dengan hasil terbanyak dijadikan fasa umpan tahap ini tetapi pH larutan diatur menjadi pH 1 (H_2SO_4). Dan fasa penerimanya berupa larutan NaHCO_3 0,3 M, Kemudian diaduk. Setelah pengadukan pH fasa umpan dan fasa penerima diukur dan konsentrasi logam dianalisa dengan AAS serta Cr(VI) dianalisa dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2. Senyawa HDEHP

Fasa umpan pada kondisi optimum tahap ekstraksi dijadikan fasa umpan tahap ini dengan pH 3 dan fasa penerimanya berupa asam nitrat pH 1 kemudian diaduk. Setelah pengadukan pH fasa umpan dan fasa penerima diukur dan konsentrasi logam dianalisa dengan AAS serta Cr(VI) dianalisa dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.3.4. Pemisahan logam berat dalam limbah laboratorium analitik

Limbah laboratorium analitik sebanyak 100 mL dijadikan fasa umpan. Perlakuan selanjutnya sama dengan perlakuan pada tahap 3.3.3.1 pada hasil terbanyak.

3.3.5 Pemisahan Cr(VI) dari Cr(III) dalam limbah penyamakan kulit

Limbah penyamakan kulit dijadikan fasa umpan dan perlakuan selanjutnya sama dengan tahap 3.3.3.

3.3.6. Penentuan konsentrasi Cr(VI)

Konsentrasi Cr(VI) ditentukan dengan menggunakan difenilkarbazida sebagai zat pengompleks. Larutan hasil perlakuan pada tahap 3.3.3 sampai 3.3.5 diambil 1 mL kemudian ditambah 1 mL H₂SO₄ 3 M dan diencerkan sampai volumenya tepat 25 mL. Larutan hasil pengenceran diambil 10 mL dan ditambah dengan 0,4 mL larutan difenilkarbazida serta dibiarkan selama \pm 5 menit. Kemudian dianalisa dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 540 nm.

