

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

Untuk mengetahui pengaruh penambahan EDTA dan DTPA terhadap selektivitas pemisahan logam Ni, Cu, dan Zn pada teknik SLM, pengamatan dilakukan dengan menentukan jumlah logam yang tertransportasi ke fasa penerima. Penambahan EDTA atau DTPA ke fasa umpan diharapkan akan menaikkan selektivitas pemisahan yang terlihat dari perbandingan persen transport tanpa penambahan dan dengan penambahan EDTA atau DTPA. Secara kuantitatif, logam yang tertransportasi ke fasa penerima dianalisa dengan AAS.

#### **3.1 Parameter**

##### **3.1.1 Parameter Berubah**

Konsentrasi EDTA dan DTPA yang ditambahkan pada fasa umpan

##### **3.1.2 Parameter Konstan**

- a. Temperatur
- b. pH
- c. Konsentrasi logam
- d. Volume larutan
- e. Konsentrasi dan komposisi senyawa pembawa
- f. Waktu dan kecepatan pengadukan.

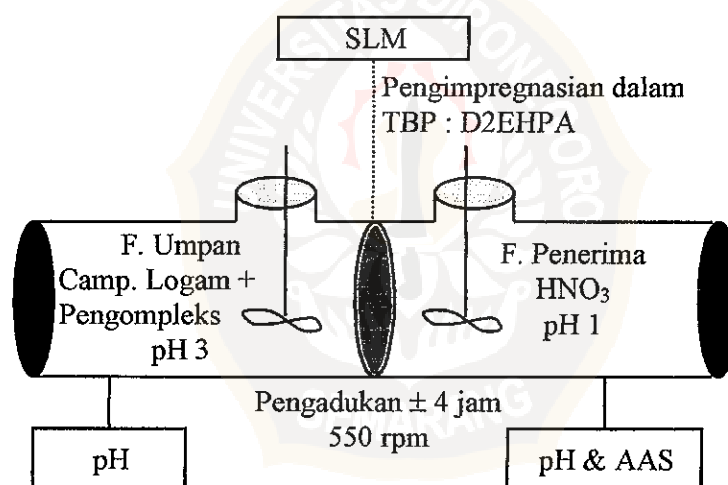
### 3.1.3 Parameter yang dinilai

Persen transpor logam berat pada fasa penerima

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

- Seperangkat sel pemisahan SLM tunggal
- Spektrofotometri Serapan Atom (Perkin Elmer 3110 PC)
- pH meter
- Seperangkat alat destilasi



Gambar 3. 1. Alat SLM

### 3.2.2 Bahan

- a.  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  p.a.
- b.  $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  p.a.
- c.  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  p.a.
- d. D2EHPA Sigma
- e. TBP Sigma
- f. PTFE Whatman
- g.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a
- h. Kerosen
- i. EDTA
- j. DTPA

### 3.3 Metode Kerja

#### 3.3.1 Penyiapan Senyawa Pembawa

- a. Sebanyak 1,36 mL TBP 3,676 M dan 6,92 mL D2EHPA 2,89 M dimasukkan dalam labu takar 25 mL kemudian ditambahkan kerosen sampai batas. Larutan yang didapatkan adalah campuran D2EHPA dan TBP dengan perbandingan konsentrasi 1 : 4 (0,2 M : 0,8 M).
- b. Larutan campuran tersebut digunakan sebagai senyawa pembawa yang kemudian diimpregnasi dalam membran PTFE dengan merendam selama 2 jam.
- c. Membran hasil rendaman dipasang diantara fasa umpan dan fasa penerima.

### 3.3.2 Preparasi Sampel

- a. Sebanyak 10 mL dari masing-masing larutan tembaga sulfat, nikel sulfat dan seng sulfat yang mempunyai konsentrasi 100 ppm dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan ini digunakan sebagai fasa umpan pada pemisahan tanpa penambahan pengompleks.
- b. Larutan fasa umpan untuk pemisahan dengan penambahan pengompleks dibuat seperti langkah sebelum diencerkan sampai tanda batas, sebanyak enam sampel. Masing-masing sampel tersebut ditambah EDTA dengan variasi konsentrasi  $1 \times 10^{-2}$  M;  $1 \times 10^{-3}$  M;  $1 \times 10^{-4}$  M dan DTPA dengan variasi konsentrasi  $2,5 \times 10^{-5}$  M;  $2,5 \times 10^{-4}$  M; dan  $2,5 \times 10^{-3}$  M.
- c. pH setiap sampel diatur mendekati 3 menggunakan  $\text{HNO}_3$  kemudian diambil 10 mL untuk dianalisa dengan AAS guna mengetahui konsentrasi awal sampel.

### 3.3.3 Pemisahan Logam Cu, Ni dan Zn dengan Teknik SLM

- a. Membran yang telah diimpregnasi senyawa pembawa dipasang diantara larutan fasa umpan dan fasa penerima pada perangkat alat SLM.
- b. Sampel yang telah disiapkan kemudian dituangkan ke salah satu gelas menjadi fasa umpan dan pada gelas yang lain dituangkan larutan asam nitrat dengan pH = 1 menjadi fasa penerima.
- c. Kedua fasa tersebut diaduk selama 4 jam dengan kecepatan 550 rpm.
- d. Larutan pada fasa penerima sesudah pengadukan dianalisa dengan AAS untuk mengetahui jumlah logam yang tertransportasi.