

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Metoda penelitian yang digunakan untuk mempelajari pengambilan logam nikel dari tanah yaitu dengan elektrolisis sampel hasil destruksi dengan elektroda karbon-karbon. Untuk menentukan kadar nikel yang terendapkan dilakukan dengan menimbang elektroda sebelum dan sesudah dilakukan elektrolisis, selisih berat keduanya merupakan berat dari nikel yang terendapkan.

3.1 Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang diambil adalah:

1. Variabel yang dikonstantakan

Berat sampel, volume larutan, potensial, elektroda, kondisi destruksi.

2. Variabel bebas

Lama elektrolisis

3. Variabel yang dinilai

Variabel yang dinilai adalah arus dan kadar nikel yang terendapkan.

3.2 Alat dan Bahan

A. Alat-alat

1. Neraca digital jenis Kern 870
2. Labu Teflon
3. Penangas pasir

4. *Elektroanalizer* dengan elektroda karbon - karbon
5. Termometer 360⁰ C
6. Pipet tetes
7. Ayakan 200 mesh
8. Kompor listrik
9. Multitester
10. Spektrofotometer serapan atom PE 3110
11. *Magnetic stirrer*
12. Mortar porselin
13. Seperangkat alat gelas

B. Bahan-bahan

1. Sampel tanah yang diambil dari pertambangan Soroako, Sulawesi Selatan
2. Larutan asam nitrat teknis
3. Larutan asam klorida teknis
4. Akuades
5. Kertas saring
6. Serbuk nikel klorida teknis
7. Larutan dimetilglioksim (DMG) 1%

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi Sampel

Sampel tanah dijemur pada sinar matahari sampai kering dan digerus dengan mortar porselin sampai diperoleh serbuk halus kemudian disaring dengan ayakan 200 mesh sehingga diperoleh serbuk halus yang berukuran lolos ayakan 200 mesh.

3.3.2 Destruksi Sampel

Sebanyak 4 gram sampel tanah berukuran 200 mesh didestruksi menggunakan 4 mL asam nitrat dan 12 mL asam klorida dalam labu teflon dan dipanaskan dengan penangas pasir sampai pada temperatur 180°C selama 40 menit. Kemudian didinginkan pada suhu kamar dan disaring. Filtrat yang terbentuk dipindahkan pada labu ukur 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

3.3.3 Identifikasi Sampel

Sebanyak 2 mL larutan hasil destruksi dipindahkan pada tabung reaksi. Identifikasi adanya nikel dilakukan dengan meneteskan larutan dimetilglioksim (DMG) 1% ke dalam tabung reaksi yang berisi larutan sampel hasil destruksi kemudian diaduk dan didiamkan.

3.3.4 Penentuan Potensial Dekomposisi Ni

Larutan NiCl_2 0.2 M dielektrolisis pada potensial 0.0 volt sampai 4.0 volt selama 60 menit dengan menggunakan anoda dan katoda karbon larutan blanko yang

merupakan campuran 4 mL asam nitrat, 12 mL asam klorida dan 34 mL akuades juga dielektrolisis pada potensial yang sama dengan NiCl_2 selama 60 menit.

3.3.5 Elektrolisis Sampel

❖ Penentuan Konsentrasi Nikel.

Elektrolisis sampel dengan elektroda karbon dilakukan selama 4 jam pada potensial 2,5 volt, disertai pengukuran harga arus dengan interval waktu 5 menit. Kemudian ditentukan selisih berat katoda sebelum dan sesudah elektrolisis.

❖ Pembuatan Kurva Laju Pengendapan Nikel.

Sebanyak tujuh sampel hasil destruksi dielektrolisis pada potensial 2,5 volt dengan variasi waktu elektrolisis 25 menit, 50 menit sampai 175 menit dengan interval waktu 25 menit.

3.3.6 Pengukuran dengan Spektrometer Serapan Atom

❖ Pembuatan Kurva Standar

Larutan standar NiCl_2 1000 ppm diencerkan sehingga diperoleh larutan encer dengan variasi konsentrasi 0,0 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 1,5 ppm dan 2 ppm. Larutan encer tersebut diukur absorbansinya pada panjang gelombang 232,0 nm.

❖ Penentuan konsentrasi Ni

Hasil destruksi sampel dan produk elektrolisis diukur absorbansinya pada panjang gelombang 232,0 nm untuk logam Ni. Sampel terlebih dahulu diencerkan 1000 kali untuk analisis spektrometri serapan atom. Konsentrasi logam Ni diperoleh dengan mengalurkan absorbansi pada kurva standar.

❖ Pembuatan Kurva Pengendapan Nikel

Sebanyak tujuh larutan sampel sisa elektrolisis dengan variasi waktu diukur absorbansinya pada panjang gelombang 232,0 nm setelah terlebih dahulu diencerkan 1000 kali. Konsentrasi Ni diperoleh dengan mengalurkan pada kurva standar.

Rumus-rumus perhitungan:

$$\text{Kadar nikel dalam sampel tanah (\%)} = \frac{\text{Berat Ni}}{\text{Berat Sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Kadar nikel dalam endapan (\%)} = \frac{\text{Berat nikel yang terendapkan}}{\text{Berat endapan total}} \times 100\%$$

$$\text{dengan, Berat endapan total} = \text{Berat}_{(\text{elektroda} + \text{endapan})} - \text{Berat}_{(\text{elektroda})}$$

$$\text{Efisiensi elektrolisis (\%)} = \frac{\text{Berat nikel yang terendapkan}}{\text{Berat nikel dalam larutan sampel}} \times 100\%$$

$$\text{Rendemen Faraday (\%)} = \frac{Q_{\text{app}}}{Q_{\text{teori}}} \times 100\%$$

$$\text{Dimana, } Q_{\text{app}} = \frac{w \cdot n \cdot F}{Ar Ni} \quad \text{dan} \quad Q_{\text{teori}} = I_{\text{rata-rata}} \times t_{\text{total}}$$