

## BAB III

### METODA PENELITIAN

Studi pengambilan nikel ini menggunakan resin khelat dimetilglioksim yang dihasilkan dari resin anion basa kuat sebagai penukar ion sintetik dan zat khelat dimetilglioksim. Studi ini dilakukan dengan menggunakan teknik *batch* dan teknik kolom untuk aplikasi pada limbah industri pelapisan logam. Teknik *batch* digunakan untuk menentukan waktu kontak terbaik pembuatan resin khelat, kapasitas resin khelat ( $\text{mg Ni}^{2+}/\text{g}$ ), pengaruh pH *stripping* dan pH larutan sampel ion nikel(II) terhadap kapasitas resin khelat serta pengaruh pH *backwash* terhadap persentase *recovery* ion nikel(II). Ion nikel(II) yang tidak terambil oleh resin khelat dianalisis secara kuantitatif dengan spektrofotometer serapan atom.

#### 3.1 Parameter Penelitian

Beberapa parameter dapat mempengaruhi hasil penelitian ini maka penelitian ini dikondisikan sebagai berikut :

- a. Parameter yang dikonstantakan jenis resin anion, kecepatan pengadukan dan kecepatan alir.
- b. Parameter yang diubah yaitu waktu kontak pembuatan resin khelat, konsentrasi ion nikel(II) yang dikontakkan, pH *stripping*, pH larutan sampel ion nikel(II) dan pH *backwash*.
- c. Parameter yang dinilai yaitu konsentrasi ion nikel(II) dengan analisa kuantitatif menggunakan spektrofotometri serapan atom pada  $\lambda$  232 nm.

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan meliputi: kolom kromatografi (diameter 2cm, panjang 50 cm) dan statif, *stirer* dan motor *PMC*, neraca analitis *Mettler AT 200*, *pH meter Hach EC20*, Spektrofotometer Serapan Atom *PE 3110*, serta peralatan gelas yang biasa dipakai di laboratorium.

### 3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dan memenuhi standar analisis (pa; Merck) meliputi:  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , dimetilglioksim, HCl 37% dan  $\text{NH}_3$  25% sedangkan yang bersifat teknis meliputi: resin anion basa kuat *Lewatit M500* (Bayer), etanol 95%, dan akuades serta limbah industri pelapisan logam\* ( $\text{Ni}^{2+}$  90425,53 ppm;  $\text{Zn}^{2+}$  22,375 ppm;  $\text{Cu}^{2+}$  5 ppm ).

## 3.3 Metoda Kerja

### 3.3.1 Pembuatan larutan induk

Proses pembuatan larutan induk dilakukan sebagai tahap awal penelitian, kemudian larutan tersebut digunakan untuk pembuatan larutan standar dan sampel simulasi.

**Larutan induk nikel(II) 1000 ppm.** Larutan nikel(II) 1000 ppm dibuat dengan melarutkan 4,0488 gram  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dengan akuades sampai tanda batas dalam labu ukur 1000 mL.

**Larutan nikel(II) 100 ppm.** Larutan nikel(II) 100 ppm dibuat dengan mengencerkan 5 mL larutan nikel(II) 1000 ppm dengan akuades sampai tanda batas dalam labu ukur 50 mL.

**Larutan standar nikel(II) 2 dan 5 ppm.** Larutan standar nikel(II) 2 dan 5 ppm dibuat dengan mengencerkan 2 dan 5 mL larutan nikel(II) 100 ppm dengan akuades sampai tanda batas dalam labu ukur 100 mL.

**Larutan dimetilglioksim 1%.** Larutan dimetilglioksim 1% dibuat dengan melarutkan 1,000 gram dimetilglioksim dengan etanol 95% sampai tanda batas dalam labu ukur 100 mL.

**Larutan sampel limbah nikel(II) 5 ppm.** Larutan sampel limbah nikel(II) 5 ppm dibuat dengan proses pengenceran air limbah industri pelapisan logam\* dengan akuades sampai tanda batas dalam labu ukur.

### 3.3.2 Uji penentuan waktu kontak pembuatan resin khelat dimetilglioksim

Pembuatan resin khelat dimetilglioksim untuk uji selanjutnya dilakukan setelah penentuan waktu kontak terbaik pembuatan resin khelat. Sebanyak 25 gram resin anion basa kuat *Lewatit M500* (bentuk CI) ditambah 100 mL dimetilglioksim 1% yang telah ditambah 1 mL  $\text{NH}_3$  25%. Selanjutnya, diaduk dengan *stirer* pada variasi waktu kontak 60, 120, 180 dan 240 menit. Setelah itu, disaring dan resin khelat dipisahkan dari larutannya. Resin khelat dicuci dengan 1 liter akuades lalu dikeringkan pada suhu kamar selama 5 hari. Resin khelat dimetilglioksim siap pakai disimpan dalam kemasan kering dan tertutup.

Resin khelat dimetilglioksim siap pakai ditambah 25 mL larutan ion nikel(II) 250 ppm dan diaduk selama 60 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 232,00 nm untuk serapan maksimum nikel. Waktu kontak terbaik

pada pembuatan resin khelat ditentukan oleh grafik kapasitas resin khelat versus waktu kontak pembuatan.

### **3.3.3 Uji pengaruh konsentrasi ion nikel(II) terhadap kapasitas resin khelat**

Sebanyak 1 gram resin khelat dimetilgliokim siap pakai ditambah 25 mL larutan ion nikel(II) dengan variasi konsentrasi 6, 8, 10, 12 dan 14 ppm dan diaduk selama 60 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 232,00 nm untuk serapan maksimum nikel. Pengaruh konsentrasi ion nikel(II) terhadap kapasitas resin khelat ditentukan oleh grafik kapasitas resin khelat versus konsentrasi ion nikel(II) yang dikontakkan.

### **3.3.4 Uji pengaruh pH *stripping* terhadap kekuatan ikatan gugus khelat dimetilglioksim pada resin khelat dimetilglioksim**

Sebanyak 1 gram resin khelat dimetilglioksim siap pakai ditambah 25 mL HCl dengan variasi pH 5, 4, 3, 2 dan 1 dan diaduk dengan *stirer* selama 5 menit. Selanjutnya, disaring dan resin dipisahkan dari larutannya. Resin ditambah dengan 25 mL larutan ion nikel(II) 50 ppm dan diaduk selama 60 menit. Setelah itu, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 232,00 nm untuk serapan maksimum nikel. Pengaruh pH *stripping* terhadap kekuatan ikatan gugus khelat dimetilglioksim pada resin khelat ditentukan oleh grafik kapasitas resin khelat versus pH *stripping*.

### 3.3.5 Uji pengaruh pH pada pengambilan ion nikel(II) terhadap kapasitas resin khelat

Sebanyak 1 gram resin khelat dimetilglioksim siap pakai ditambah 50 mL larutan ion nikel(II) 5 ppm dengan variasi pH 10, 9, 8, 7, 6, 5 dan 4 dan diaduk dengan *stirer* selama 60 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 232,00 nm untuk serapan maksimum nikel. Pengaruh pH pada pengambilan ion nikel(II) terhadap kapasitas resin khelat ditentukan oleh grafik kapasitas resin khelat versus pH larutan sampel ion nikel(II).

### 3.3.6 Uji pengaruh pH *backwash* terhadap persentase *recovery* ion nikel(II)

Sebanyak 1 gram resin khelat dimetilglioksim siap pakai ditambah 50 mL larutan ion nikel(II) 5 ppm pada pH terbaik pengambilan ion nikel(II) dan diaduk dengan *stirer* selama 60 menit. Selanjutnya, disaring dan resin dipisahkan dari larutannya.

Resin ditambah 50 mL larutan HCl dengan pH 5, 4, 3, 2 dan 1 dan diaduk dengan *stirer* selama 5 menit. Selanjutnya, disaring dan masing-masing filtrat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 232,00 nm untuk serapan maksimum nikel. Pengaruh pH *backwash* terhadap persentase *recovery* ion nikel(II) ditentukan oleh grafik persentase *recovery* ion nikel(II) versus pH *backwash*.

### 3.3.7 Aplikasi teknik kolom pada pengambilan ion nikel(II) dari limbah industri pelapisan logam

Sebanyak 5 gram resin khelat dimetilglioksim siap pakai dibuat *slurry* dalam 50 mL akuades lalu dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam kolom kromatografi, diameter 2 cm dan panjang 50 cm, yang telah diisi sedikit *glasswool* di dasarnya. Akuades dialirkan ke dalam kolom untuk memadatkan fasa diam. Akuades selalu dijaga minimum pada tinggi 5 mm dari atas permukaan fasa diam dalam kolom.

Kolom pertukaran ion diatur kecepatan alirnya pada 2 mL/menit dengan akuades. Selanjutnya disiapkan larutan sampel ion nikel(II) 5 ppm yang diperoleh dari pengenceran limbah industri pelapisan logam. Sebanyak 300 mL larutan sampel ion nikel(II) 5 ppm yang telah diatur pada pH terbaik pengambilan ion nikel(II) dimasukkan sedikit demi sedikit pada tinggi larutan sekitar 15 cm.

Tetes larutan yang telah melewati kolom ditampung dalam tabung reaksi sebanyak 2 mL (20 tetes) setiap menit selanjutnya dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 232,00 nm untuk serapan maksimum nikel pada interval menit tertentu. Proses pengambilan ion nikel(II) dengan teknik kolom dijelaskan dengan kurva *breakthrough* yaitu konsentrasi ion nikel(II) yang tidak terambil versus waktu alir larutan yang telah melewati kolom pada kecepatan alir konstan.