

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada Juni-Juli 2013 di Unit Pelaksanaan Teknis Pengujian dan Sertifikasi Mutu Barang Dinas Perindustrian dan Perdagangan Provinsi Riau (UPT-PSMB Disperindag Provinsi Riau).

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Peralatan gelas laboratorium, reaktor elektrokoagulasi, sumber arus listrik searah (*DC Power Supply*), multimeter (voltmeter dan amperemeter), kertas indikator, batang pengaduk, kertas saring Whatman 41, pemanas listrik, *juice extractor*, spektrofotometer serapan atom analisis 700 *Perkin Elmer*.

2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah cair praktikum kimia dasar pada pokok bahasan reaksi kimia, larutan standar timbal 1000 mg/L, larutan standar krom 1000 mg/L, HNO₃ 65 %, HCl 1 N, gas asetilen (C₂H₂), air suling, larutan sari belimbing wuluh 75%.

C. Cara Kerja

1. Uji Pendahuluan

Dilakukan uji fisika terhadap warna dan bau dari limbah cair laboratorium kimia dan selanjutnya dilakukan pengukuran konsentrasi awal timbal (Pb) dan krom (Cr) dalam limbah cair laboratorium kimia tersebut.

a. Pengukuran Kadar Awal Timbal (Pb) pada Sampel

Pada penelitian ini pengukuran kadar Pb dilakukan dengan cara uji timbal (Pb) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) nyala yang mengacu pada SNI 06-6989.8-2004. Prinsip utama metode pengujian ini adalah penambahan asam nitrat yang bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan zat-zat pengganggu yang terdapat dalam sampel air dan air limbah dengan bantuan pemanas listrik, kemudian diukur dengan SSA menggunakan C_2H_2 .

1) Persiapan Sampel

Disiapkan sebanyak 100 mL sampel yang sudah dikocok sampai homogen ke dalam gelas piala lalu ditambahkan sebanyak 1 mL HNO_3 . Kemudian dipanaskan di pemanas listrik sampai larutan sampel hampir kering. Setelah itu diencerkan ke labu ukur 50 mL dengan larutan pengencer hingga tanda batas. Larutan pengencer merupakan larutan yang dibuat dari HNO_3 pekat kemudian dicampur dengan air suling dan ditepatkan pH campuran menjadi pH 2. Setelah itu, saring menggunakan kertas saring Whatman no. 41 (dilakukan secara duplo).

2) Pembuatan Larutan Induk Timbal (Pb) 1000 mg/L

Ditimbang secara cermat 1,598 gram $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Kemudian ditambahkan akuades hingga tanda tera lalu dihomogenkan.

3) Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb) 100 mg/L

Dipipet sebanyak 10 mL larutan induk logam timbal 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL lalu ditepatkan dengan larutan pengencer (terbuat dari campuran asam nitrat pekat dengan akuades sehingga pH campuran menjadi 2) sampai tanda batas.

4) Pembuatan Larutan Standar Kerja Timbal (Pb)

Dipipet 0 mL; 6 mL; 8 mL; 10 mL; 12 mL dan 14 mL larutan baku timbal 100 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL. Lalu ditambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi 0 mg/L; 6 mg/L; 8 mg/L; 10 mg/L; 12 mg/L dan 14 mg/L.

5) Pengujian dan Pembuatan Kurva Kalibrasi

Diukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 283,31 nm. Dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi. Dilanjutkan dengan pengukuran sampel yang sudah dipersiapkan.

b. Pengukuran Kadar Awal Krom (Cr) pada Sampel

Pada penelitian ini pengukuran konsentrasi awal krom (Cr) total dilakukan dengan cara uji kadar krom total sesuai SNI 06-6989.17-2005 dengan spektrofotometri serapan atom (SSA).

1) Persiapan Sampel

Disiapkan sebanyak 100 mL sampel yang sudah dikocok sampai homogen ke dalam gelas piala lalu ditambahkan sebanyak 1 mL asam nitrat. Kemudian dipanaskan di pemanas listrik sampai larutan sampel hampir kering. Setelah itu diencerkan ke labu ukur 50 mL dengan larutan pengencer (pH= 2) hingga tanda batas, lalu saring menggunakan kertas saring Whatman no. 41 (dilakukan secara duplo).

2) Pembuatan Larutan Induk Krom (Cr) 1000 mg/L

Ditimbang secara cermat 2,8288 gram $K_2Cr_2O_7$ lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL. Kemudian ditambahkan akuades hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3) Pembuatan Larutan Standar Krom (Cr) 100 mg/L

Dipipet 10 mL larutan induk krom 1000 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

4) Pembuatan Larutan Standar Krom (Cr) 10 mg/L

Dipipet 10 mL larutan induk krom 100 mg/L dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

5) Pembuatan Larutan Standar Kerja Krom (Cr)

Dipipet 0 mL; 5 mL; 10 mL; 20 mL larutan standar krom (Cr) 10 mg/L dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL. Lalu ditambahkan larutan pengencer sampai tanda tera dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan standar krom (Cr) 0 mg/L; 0,5 mg/L; 1 mg/L; dan 2 mg/L.

6) Pengujian dan Pembuatan Kurva Kalibrasi

Diukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 357,87 nm. Dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.

2. Pengolahan Sampel Menggunakan Elektrokoagulasi dan Filtrasi

a. Metode Elektrokoagulasi

1) Reaktor

Pengoperasian dilakukan dengan sistem *Batch*. Reaktor elektrokoagulasi yang digunakan berkapasitas 2000 mL yang dilengkapi dengan batang pengaduk untuk mengaduk larutan agar konsentrasi koagulan menjadi homogen. Elektroda yang digunakan sebagai anoda dan katoda adalah plat aluminium dengan ukuran 7 cm x 14 cm sebanyak dua lempeng. Luas permukaan efektif untuk anoda pada penelitian ini adalah 0,0028 m² sehingga diperoleh rasio luas permukaan kedua elektroda yaitu anoda dan katoda terhadap volume reaktor sebesar 5,6 m²/m³. Jarak antar elektroda adalah 9 mm. Pada penelitian ini semua elektroda dihubungkan dengan arus listrik yang

berasal dari arus DC, yaitu satu elektroda dihubungkan dengan kutub positif yaitu anoda dan satu elektroda dengan kutub negatif yaitu katoda.

2) Proses Elektrokoagulasi

Limbah cair laboratorium kimia dimasukkan ke dalam reaktor elektrokoagulasi. Diatur pH awal yaitu 4 dengan cara menambahkan HCl 1N, dan diatur kerapatan arus sebesar 50 A/m^2 . Selanjutnya dielektrokoagulasi selama 60 menit.

b. Metode Filtrasi

Hasil elektrokoagulasi difiltrasi (disaring) menggunakan kertas saring Whatman no. 41 dan ditampung menggunakan labu ukur atau erlenmeyer untuk memisahkan flok dengan efluen.

3. Pengujian Kadar Timbal (Pb) dan Krom (Cr) pada Sampel Setelah Diolah dengan Elektrokoagulasi dan Filtrasi

Limbah cair laboratorium kimia yang telah diolah dengan elektrokoagulasi dan filtrasi kemudian diukur kadar logam berat menggunakan SSA yang mengacu pada SNI 06-6989.8-2004 untuk timbal (Pb) dan SNI 06-6989.17-2005 untuk krom (Cr) total seperti yang telah diuraikan pada uji pendahuluan.

4. Pengkelatan Logam dengan Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi*)

Efluen hasil filtrasi dicampur dengan larutan belimbing wuluh dengan konsentrasi 75 % v/v dalam gelas kimia 2000 ml dengan perbandingan volume terhadap sampel yaitu 1:1. Kemudian didiamkan selama 30 menit.

5. Analisa Kadar Akhir Timbal (Pb) dan Krom (Cr) pada Sampel

Filtrat yang telah diolah dengan belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*) kemudian diukur kadar logam berat menggunakan SSA yang tetap mengacu pada SNI 06-6989.8-2004 untuk timbal (Pb) dan SNI 06-6989.17-2005 untuk krom (Cr) total seperti yang telah diuraikan pada uji pendahuluan. Kemudian dihitung persentase (%) penurunannya dan dianalisa keefektifan kombinasi metode ini.

D. Teknik Analisis Data

Penelitian ini dilakukan secara duplo, artinya pengukuran konsentrasi timbal (Pb) dan krom (Cr) total dalam limbah cair laboratorium kimia masing-masing dilakukan sebanyak dua kali, baik sebelum maupun sesudah diolah dengan kombinasi metode elektrokoagulasi, filtrasi dan pengkhelatan menggunakan belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi*). Hasil pengujian yang dilakukan menggunakan SSA disajikan dalam kurva kalibrasi dan regresi linier. Regresi merupakan kurva yang menyatakan hubungan antara dua besaran, hubungan ini dapat berupa garis lurus maupun garis lengkung¹. Hubungan antara dua besaran diatas dapat dilihat pada persamaan dibawah ini:

$$Y = bx + a$$

dengan :

Y= absorbansi;

x = konsentrasi;

b = (slope);

¹Ibnu Ghoib, *Kimia Farmasi Analisis*. (Yogyakarta: 2008). h.31

a = tetapan regresi (intersep).

Untuk mencari nilai a dan b dapat menggunakan persamaan dibawah ini

$$a = \frac{\sum Y - \frac{\sum X \sum Y}{n}}{\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n}}$$

$$b = \frac{\sum XY - \frac{\sum X \sum Y}{n}}{\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n}}$$

Berdasarkan korelasi r dapat dihitung dengan rumus:

$$r = \frac{\sum XY - \frac{\sum X \sum Y}{n}}{\sqrt{(\sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n})(\sum Y^2 - \frac{(\sum Y)^2}{n})}}$$

Harga r +1 menggambarkan korelasi positif sempurna, yakni semua titik percobaan terletak pada suatu garis lurus yang kemiringannya positif. Sedangkan persentase penurunan kadar logam yang diperoleh disajikan menggunakan rumus dibawah ini.

$$\text{Persentase Penurunan Logam} = 100 - \frac{\text{kadar logam setelah pengolahan}}{\text{kadar logam sebelum pengolahan}} \times 100\%$$

Berdasarkan perhitungan diatas, data yang telah diperoleh ditabulasikan ke dalam tabel dibawah ini.

No	Parameter	Sebelum Pengolahan	Setelah Pengolahan		% Penurunan Kadar Logam Pada Sampel
			Elektrokoagulasi + Filtrasi	Belimbing wuluh	
1	Logam Pb				
2	Logam Cr				