

## **BAB III METODOLOGI PENELITIAN**

Penelitian ini merupakan percobaan pada teknologi elektrokoagulasi untuk menyisihkan  $\text{Ca}^{2+}$ , dimana dengan melakukan variasi konsentrasi awal  $\text{Ca}^{2+}$  dan kecepatan pengadukan. Pada penelitian ini jenis metodologi yang digunakan adalah metodologi kuantitatif, dimana penelitian dilakukan dengan cara mengumpulkan data, analisa data, dan menampilkan data dalam bentuk kuantitatif untuk dibandingkan berdasarkan nilai efisiensi peniyisihan  $\text{Ca}^{2+}$ . Analisa yang dilakukan yaitu analisa kesadahan air dengan uji titrimetri EDTA dan analisa massa elektroda.

### **3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan**

Penelitian skripsi ini dilakukan di Laboratorium Sains Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Brawijaya yang dilaksanakan pada bulan April 2017 hingga Juli 2017.

### **3.2 Variabel Penelitian**

#### **3.2.1 Variabel Bebas**

Vriabel bebas pada penelitian ini yakni :

1. Variasi konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$  yaitu 200, 300, dan 400 ppm.
2. Variasi kecepatan pengadukan, yaitu 0, 125,250 ppm dan 375 rpm.

#### **3.2.2 Variabel Kontrol**

Variabel kontrol pada penelitian ini adalah :

1. Pelat elektroda yang digunakan, yaitu Al-Al
2. Tegangan listrik 20 V
3. Suhu ruang
4. Tekanan atmosferik
5. Jarak antar plat 1,5 cm
6. Ukuran pelat masing-masing 4 x 10 cm dan pelat terendam sebesar 3,5 x4 cm

### **3.3 Alat dan Bahan Penelitian**

#### **3.3.1 Alat Penelitian**

1. Neraca analitik
2. *Beaker glass* 250 mL
3. Erlenmeyer
4. Labu ukur
5. Pipet ukur 2 mL

6. Pipet ukur 10 mL
7. Pipet volume 10 mL
8. Gelas ukur 50 mL
9. Gelas ukur 100 mL
10. Buret
11. Statis
12. *Power supply* Dekko PS 305 QS
13. Multimeter
14. *Stopwatch*
15. *Conductivity meter* Schott Lab 960 Set. Dengan ketelitian 0,001
16. *pH meter* Schott HandyLab pH 11 dengan ketelitian 0,001
17. *Hotplate* dan *Magnetic stirrer*
18. *Oven*

### 3.3.2 Bahan Penelitian

1. Pelat elektroda Alumunium
2. *Aquades*
3. Padatan  $\text{CaCl}_2$  *Pro Analysis* dengan kemurnian 99%
4. Padatan  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  (*Disodium etylenediaminetetraacetate*) *Pro Analysis*
5. Indikator EBT (*Eriochrome Black T*) *Pro Analysis* dengan kemurnian 99%
6. Padatan  $\text{NaOH}$  1 N
7.  $\text{HCl}$  1 M *ProAnalysis* dengan kemurnian 99%
8.  $\text{NaOH}$  1 M *ProAnalysis* dengan kemurnian 99%
9. *Aseton Technical Grade*

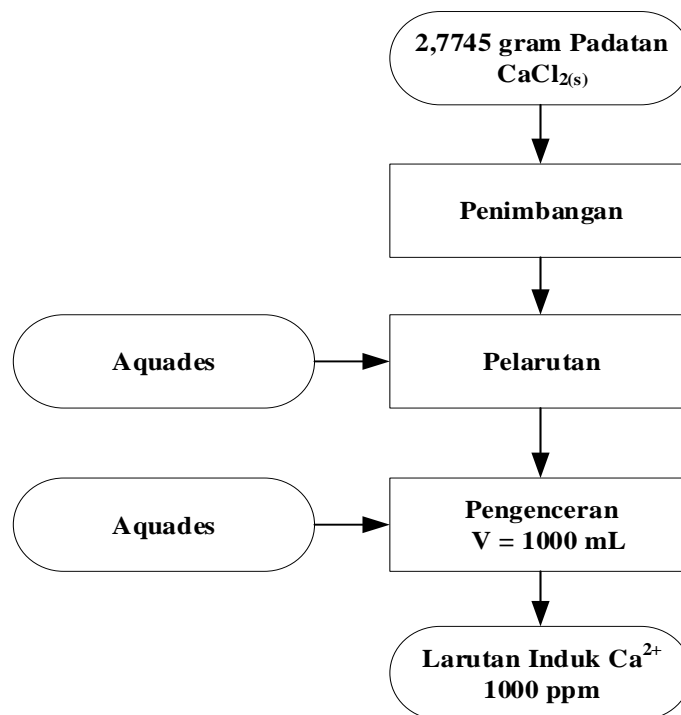
### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Proses Pembuatan Larutan induk $\text{Ca}^{2+}$ dengan Konsentrasi 1000 ppm

Proses pembuatan larutan induk  $\text{Ca}^{2+}$  dengan konsentrasi 1000 ppm digunakan sebagai larutan sintesis air Sungai Brantas pada proses elektrokoagulasi pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1.  $\text{CaCl}_{2(s)}$  *Pro Analysis* ditimbang sebanyak 2,7745 g
2. Pelarutan  $\text{CaCl}_{2(s)}$  dalam *beaker glass*
3. Pengenceran  $\text{CaCl}_{(l)}$  dengan *aquades* di dalam labu ukur hingga volumenya mencapai 1000 mL

Berikut ini diagram alir pada proses pembuatan larutan induk  $\text{Ca}^{2+}$  dengan konsentrasi 1000 ppm :



Gambar 3.1. Diagram alir proses pembuatan larutan induk  $\text{Ca}^{2+}$  dengan konsentrasi 1000 ppm

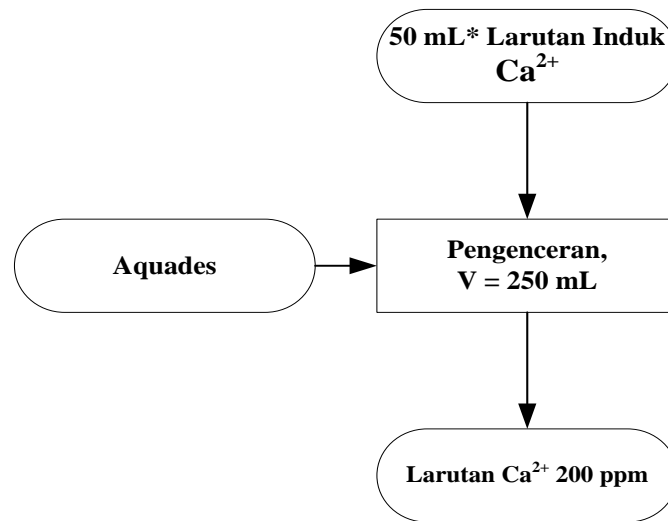
### 3.4.2 Pembuatan larutan sampel $\text{Ca}^{2+}$

Pembuatan larutan sampel  $\text{Ca}^{2+}$  dilakukan dengan proses pengenceran dengan tahapan sebagai berikut :

1. Larutan induk  $\text{Ca}^{2+}$  1000 ppm 50 mL diencerkan menggunakan aquades untuk konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$  200 ppm
2. Larutan  $\text{Ca}^{2+}$  dilarutkan dengan aquades hingga volume 250 mL.
3. Prosedur 1-2 dilakukan ulang untuk membuat larutan sintetis konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$  300, dan 400 ppm.

Volume larutan baku yang diambil sesuai dengan persamaan pengenceran sebagai berikut:

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$



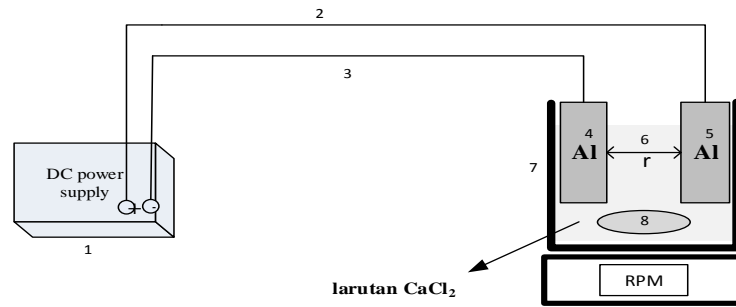
Gambar 3.2. Diagram alir proses pengenceran larutan Ca<sup>2+</sup>

\* Prosedur diulangi untuk konsentrasi larutan Ca<sup>2+</sup> 300 dan 400 ppm dengan volume larutan induk 75 dan 100 mL.

### 3.4.3 Rangkaian Sistem Elektrokoagulasi

Berikut ini adalah rangkaian sistem elektrokoagulasi :

1. Pelat alumunium dipotong dengan ukuran 4x10 cm
2. Pelat alumunium disambungkan ke *power supply* menggunakan penjepit listrik
3. Jarak antar pelat alumunium diatur sejauh 1,5 cm
4. Luas pelat alumunium yang terendam dalam larutan CaCl<sub>2</sub> sebesar 3,5 x 4 cm



Gambar 3.3. Rangkaian alat elektrokoagulasi

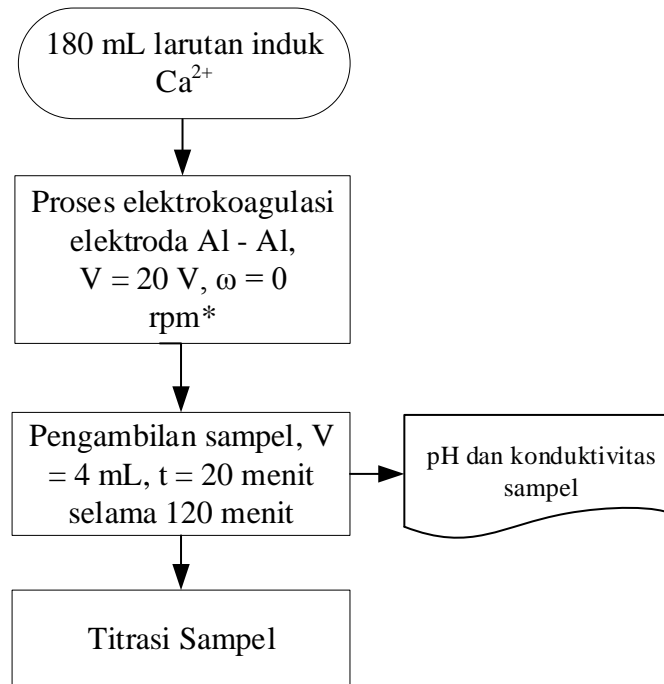
Keterangan :

- |                               |   |
|-------------------------------|---|
| 1. <i>Power Supply</i>        | 5. Kutub katoda (elektroda Al)                    |
| 2. Kabel muatan positif       | 6. Jarak antar elektroda ( $r = 1,5 \text{ cm}$ ) |
| 3. Kabel muatan negatif       | 7. <i>Beaker Glass</i>                            |
| 4. Kutub anoda (elektroda Al) | 8. <i>Magnetic Stirrer</i>                        |

#### 3.4.4 Proses Elektrokoagulasi

Proses elektrokoagulasi pada penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Menuangkan 180 mL larutan induk  $\text{Ca}^{2+}$  ke dalam *beaker glass* 250 mL
2. Pelat alumunium dimasukkan ke dalam larutan  $\text{Ca}^{2+}$
3. *Power supply* dihidupkan dengan voltase output 20 V dengan kecepatan pengadukan 0 rpm (tanpa pengadukan)
4. Pengambilan sampel dilakukan setiap interval waktu 20 menit selama 120 menit sebanyak 4 mL dengan menggunakan pipet ukur.
5. Dilakukan pengujian pH pada sampel
6. Dilakukan titrasi pada sampel dengan  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  0,01 M
7. Prosedur 1-5 diulangi untuk kecepatan pengadukan sebesar 125, 250, dan 375 rpm.



\*Prosedur diulangi untuk  $\omega = 125, 250$  dan  $375$  rpm

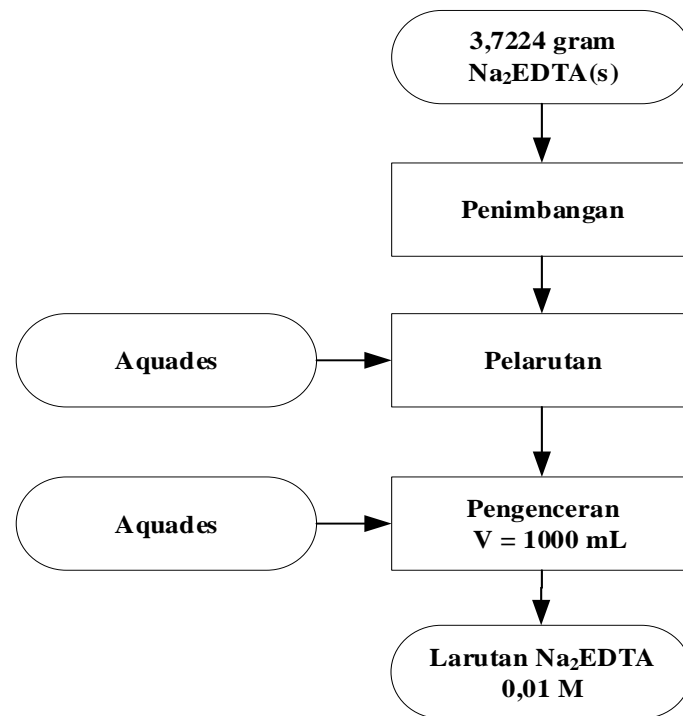
Gambar 3.4. Diagram alir proses elektrokoagulasi

### 3.4.5 Analisa Kesadahan

#### 3.4.5.1 Pembuatan Larutan Na<sub>2</sub>EDTA 0,01 M

Proses pembuatan larutan EDTA 0,01 M sebagai berikut :

1. Serbuk Na<sub>2</sub>EDTA ditimbang sebanyak 3,7224 g
2. Serbuk Na<sub>2</sub>EDTA dilarutkan menggunakan aquades ke dalam gelas beaker
3. Pengenceran dengan menggunakan aquades sampai volume 1000 mL



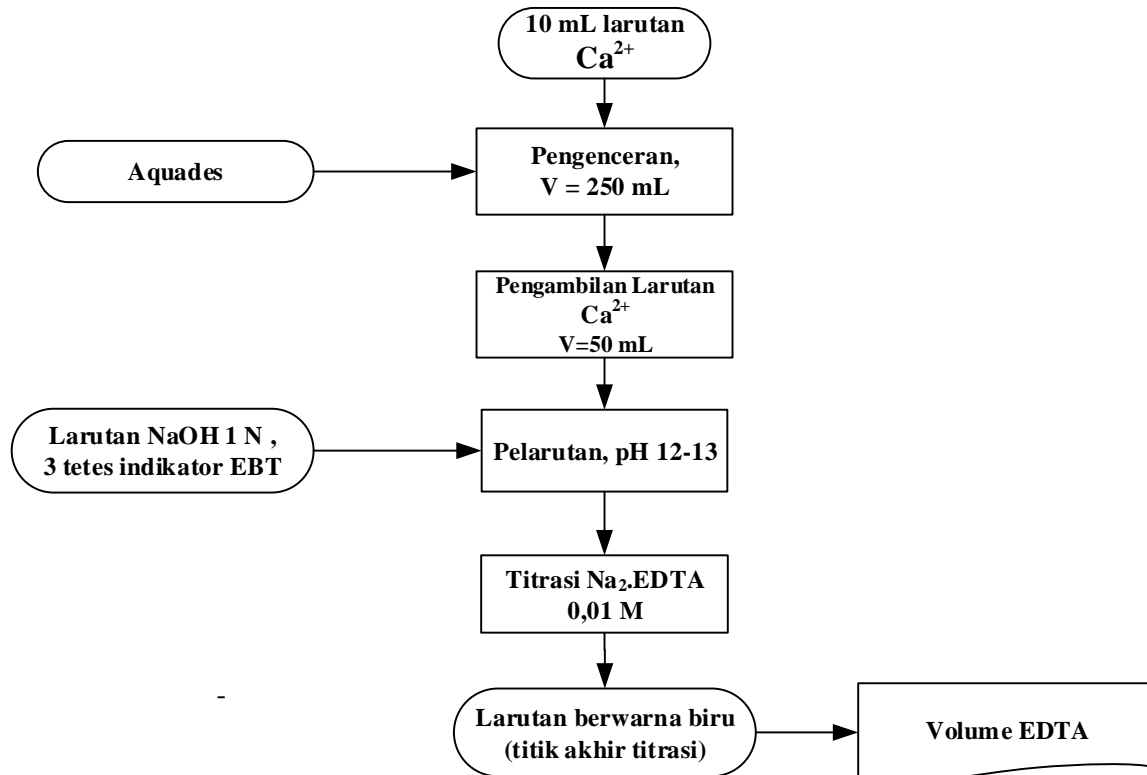
Gambar 3.5. Diagram Alir Pembuatan Na<sub>2</sub>.EDTA 0,01 M

#### 3.4.5.2 Titrasi Larutan Standar Ca<sup>2+</sup>

Berikut ini tahapan titrasi larutan standar Ca<sup>2+</sup> :

1. Pengambilan 10 mL larutan Ca<sup>2+</sup> dan masukkan ke dalam labu ukur 250 mL
2. Pengenceran dengan aquades hingga volume mencapai 250 mL
3. Larutan diambil 50 mL untuk dilakukan proses titrasi
4. Penambahan larutan NaOH 1 N hingga dicapai pH 12 sampai 13 untuk aktivasi dari indikator EBT
5. Penambahan indikator EBT sebanyak 3 tetes ke dalam larutan
6. Lakukan titrasi dengan larutan standar Na<sub>2</sub>EDTA 0,01 M hingga terjadi perubahan warna merah keunguan menjadi biru

\*prosedur (3) hingga(6) diulang sebanyak 2 hingga 3 kali



Gambar 3.6. Diagram alir proses titrasi larutan  $\text{Ca}^{2+}$  1000 ppm

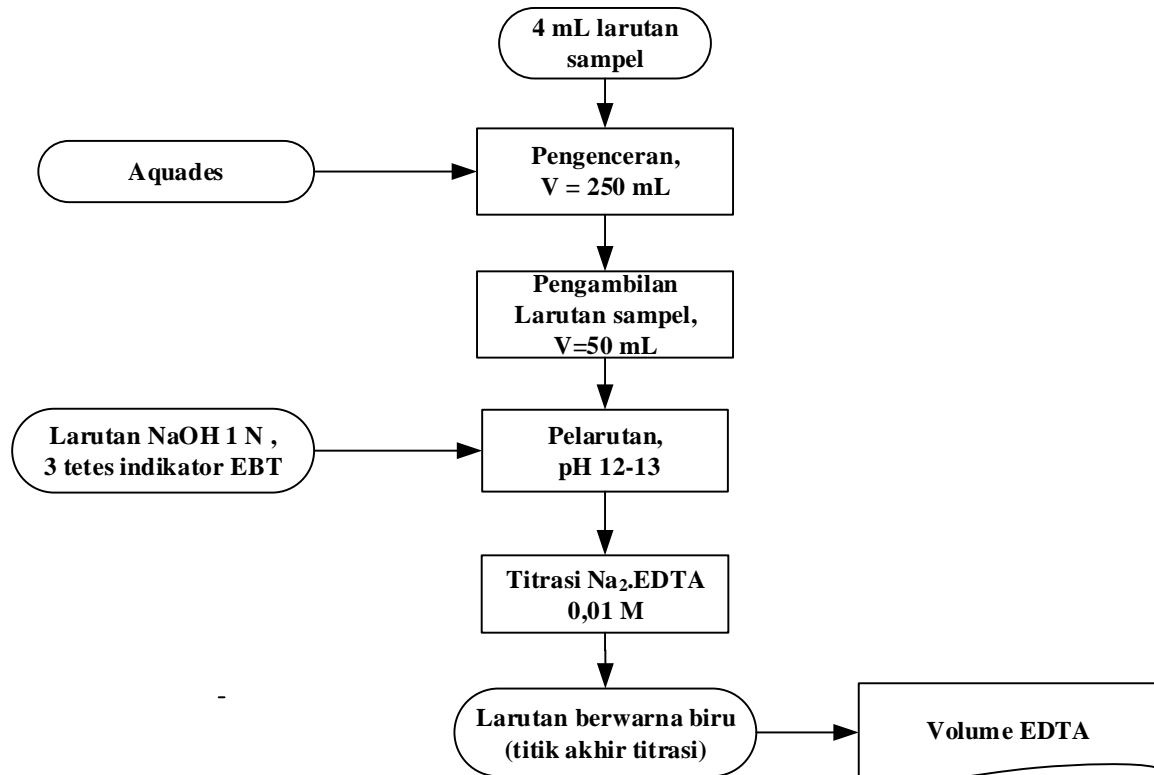
### 3.4.5.3 Titrasi Sampel

Berikut ini tahapan titrasi larutan sampel  $\text{Ca}^{2+}$  :

1. Pengambilan sampel 4 mL larutan sampel sebelum dan sesudah proses elektrokoagulasi dan masukkan ke dalam labu ukur 250 mL
2. Pengenceran dengan aquades hingga volume mencapai 250 mL
3. Pengambilan larutan sampel 50 mL untuk dilakukan proses titrasi sampel
4. Penambahan larutan NaOH 1 N hingga dicapai pH 12 sampai 13
5. Penambahan indikator EBT sebanyak 3 tetes ke dalam larutan
6. Titrasi dengan larutan standar  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  0,01 M hingga terjadi perubahan warna merah keunguan menjadi biru

\*prosedur (3) hingga(6) diulang sebanyak 2 hingga 3 kali



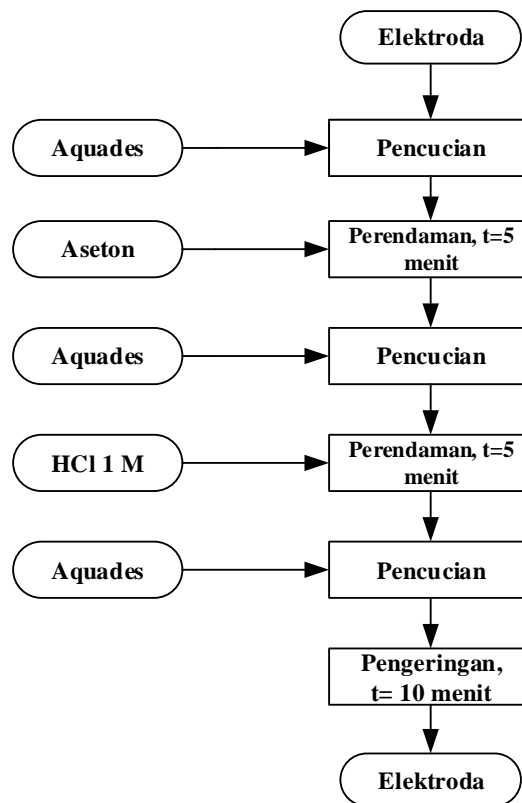


Gambar 3.7. Diagram alir proses titrasi sampel

### 3.5 *Pre-treatment* Elektroda

Berikut ini merupakan tahapan *pre-treatment* elektroda sebelum digunakan untuk proses elektrokoagulasi :

1. Pencucian elektroda dengan aquades
2. Pembilasan elektroda menggunakan aseton selama 5 menit
3. Pencucian elektroda dengan aquades
4. Perendaman elektroda dengan HCl 1 M selama 5 menit
5. Pencucian elektroda dengan aquades
6. Pengeringan elektroda di dalam oven 105-110°C selama 10 menit

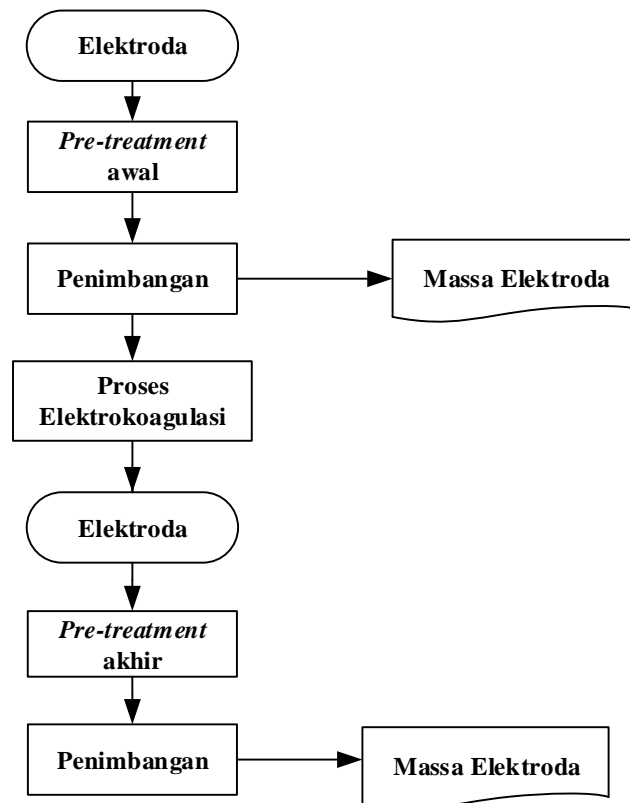


Gambar 3.8. Diagram Alir *Pre-Treatment* Elektroda

### 3.6 Analisis Massa Elektroda

Analisa elektroda dilakukan dengan tahapan sebagai berikut:

1. Dilakukan *pre-treatment* awal sebelum proses elektrokoagulasi
2. Penimbangan massa elektroda awal sebelum proses elektrokoagulasi
3. Pengambilan elektroda setelah dilakukan proses elektrokoagulasi
4. Dilakukan *pre-treatment* akhir setelah proses elektrokoagulasi
5. Penimbangan massa elektroda akhir setelah proses elektrokoagulasi hingga mencapai massa konstan



Gambar 3.9. Diagram Alir Analisis Massa Elektroda

### 3.7 Analisis Konduktivitas

Analisis konduktivitas dan pH dilakukan pada sampel sebelum dan setelah dilakukan proses elektrokoagulasi dengan menggunakan *conductivity meter* untuk analisis konduktivitas dan *pH meter* untuk analisis pH. Pengukuran konduktivitas dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui konduktivitas listrik dengan menggunakan variasi konsentrasi awal  $\text{Ca}^{2+}$  dan kecepatan pengadukan. Pengukuran pH bertujuan untuk mengetahui ada atau tidaknya perubahan pH selama proses elektrokoagulasi.

### 3.8 Metode Pengukuran Konsentrasi Ion Kalsium

Penyisihan kesadahan ion kalsium menggunakan metode pengukuran berupa Titrimetri EDTA (*Ethylene Diamine Tetra Acetic*). Pengukuran titrasi EDTA dilakukan setelah ditambahkan NaOH hingga pH larutan menjadi 12-13. Indikator yang sering digunakan yakni indikator *Eriochrome Black T* (EBT) yang akan memberikan perubahan warna dari merah keunguan menjadi biru. Berikut merupakan persamaan perhitungan titrasi untuk menentukan kesadahan ion kalsium (SNI,2004) :

$$\text{Kadar kalsium} \left( \frac{\text{mg}}{\text{L}} \right) = \frac{1000}{V_{\text{Cu}}} \times V_{\text{EDTA}} \times M_{\text{EDTA}} \times 40$$

Keterangan :

$V_{Cu}$  = volume larutan contoh uji (mL)

$V_{EDTA}$  = volume rata-rata larutan baku  $Na_2EDTA$  untuk titrasi kesadahan total (mL)

$M_{EDTA}$  = molaritas larutan baku  $Na_2EDTA$  untuk titrasi (mmol/mL)

Berikut ini adalah persamaan untuk menghitung efisiensi penyisihan ion kalsium :

$$\% \text{ efisiensi} = \frac{\text{konsentrasi } Ca^{2+} \text{ awal} - \text{konsentrasi } Ca^{2+} \text{ akhir}}{\text{konsentrasi } Ca^{2+} \text{ awal}} \times 100\%$$