

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Metode Penelitian**

Metode penelitian yang digunakan adalah metode kuantitatif. Metode kuantitatif adalah metode memperoleh data berupa angka dari hasil eksperimen. Pada penelitian ini variasi perlakuan yang digunakan bertujuan untuk penyisihan Cr(VI) dengan metode elektrokoagulasi.

#### **3.2 Waktu dan Tempat Pelaksanaan**

Kegiatan penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Sains dan Laboratorium Teknik Bioproses Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Brawijaya Malang dan dilaksanakan pada bulan Maret - April 2017.

#### **3.3 Variabel Penelitian**

##### **3.3.1 Variabel bebas**

Variabel bebas pada penelitian ini adalah:

1. Variasi jenis pasangan elektroda berupa Al/Al dan Fe/Al
2. Variasi jarak antar elektroda masing-masing yaitu 0,3 cm, 0,6 cm, 0,9 cm, 1,2 cm, dan 1,5 cm.

##### **3.3.2 Variabel kontrol**

Variabel kontrol pada penelitian ini adalah:

1. Tegangan listrik yang digunakan sebesar 30 V
2. Waktu proses elektrokoagulasi selama 60 menit
3. Konsentrasi awal larutan Cr(VI) sebesar 120 ppm
4. Kecepatan pengadukan sebesar 50 rpm

### **3.4 Alat dan Bahan Penelitian**

#### **3.4.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: *power supply* menggunakan *Dekko PS 305 QS* ketelitian 0,001, kabel dan penjepit listrik, neraca digital ohaus ketelitian 0,0001, pH meter menggunakan *Schott Handylab* ketelitian 0,001, *conductivity meter* menggunakan *Schott Lab 960 Set* ketelitian 0,001, *magnetic stirrer*, *multimeter digital*, spektrofotometer UV-Vis menggunakan *Mcasys*, *stopwatch*, dan alat gelas seperti beaker glass, labu ukur, pipet ukur, dan erlenmeyer.

#### **3.4.2 Bahan**

Bahan yang digunakan antara lain  $K_2Cr_2O_7$  p.a.  $\geq 99,5\%$  (e Merck), pengompleks 1,5-*diphenylcarbazine* p.a., HCl p.a. 37% (e Merck), aseton teknis,  $H_3PO_4$  p.a. 85% (e Merck), akuades, pelat elektroda Al, dan pelat elektroda Fe. Ukuran pelat elektroda yang digunakan sebesar 4 cm x 10 cm dengan ukuran elektroda yang tercelup dalam larutan 4 cm x 3,5 cm.

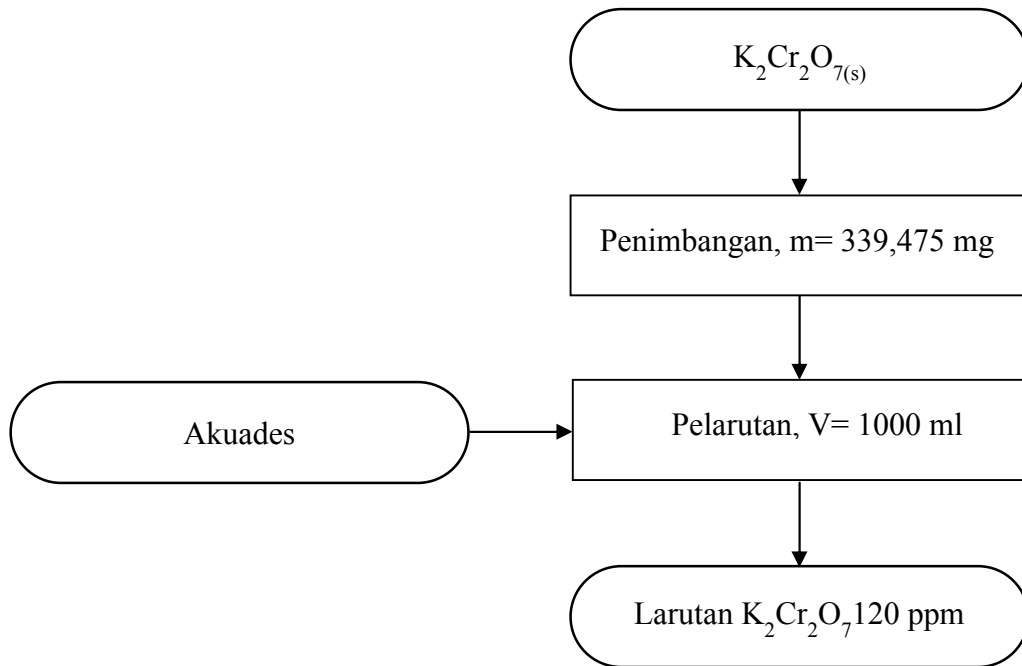
### **3.5 Prosedur Penelitian**

#### **3.5.1 Proses Pembuatan Limbah Sintetis Cr(VI) 120 ppm**

Proses pembuatan limbah sintetis Cr(VI) dengan konsentrasi sebesar 120 ppm sebagai sampel air limbah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Penimbangan  $K_2Cr_2O_{7(s)}$  sebanyak 339,475 mg.
2. Pelarutan  $K_2Cr_2O_{7(s)}$  dengan akuades.
3. Penambahan akuades hingga volumenya mencapai 1000 ml.

Diagram alir pada proses pembuatan limbah sintetis Cr(VI) adalah sebagai berikut:



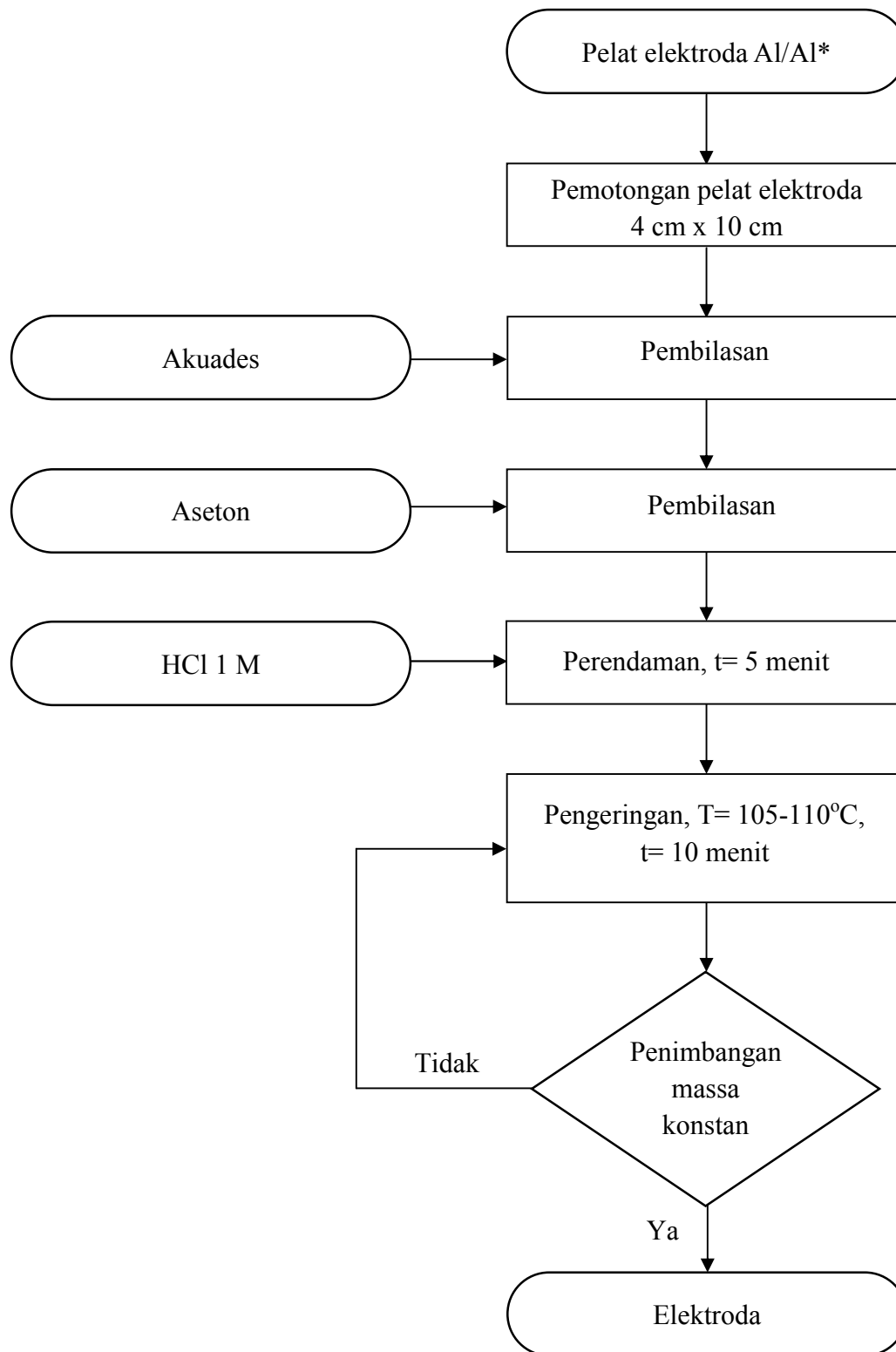
Gambar 3.1 Diagram alir proses pembuatan limbah sintetis Cr(VI)

### 3.5.2 Proses Perlakuan Awal Elektroda

Proses pretreatment elektroda adalah sebagai berikut (Tyagi dkk, 2014):

1. Pelat Al/Al masing-masing dipotong menjadi ukuran 4 cm x 10 cm.
2. Pembilasan masing-masing elektroda dengan akuades.
3. Pembilasan masing-masing elektroda dengan aseton.
4. Perendaman masing-masing elektroda dengan HCl 1 M selama 5 menit.
5. Pengeringan dengan menggunakan oven suhu 105-110°C selama 10 menit.

Diagram alir proses perlakuan awal elektroda sebagai berikut:



\*Prosedur diulangi untuk jenis elektroda Fe/Al dan diulang hingga mencapai massa konstan

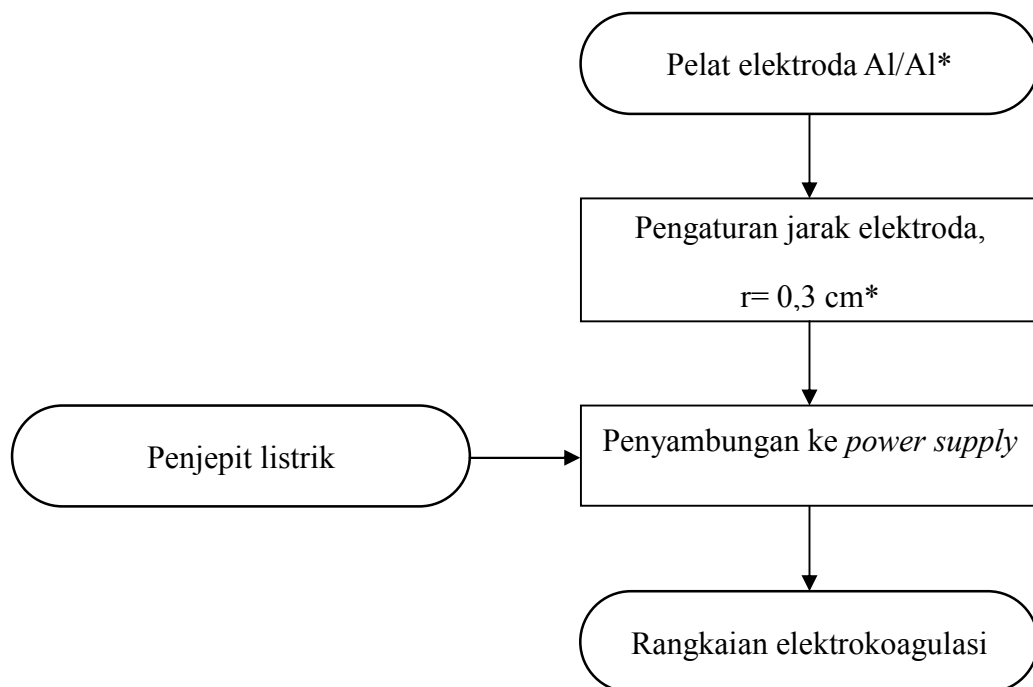
Gambar 3.2 Diagram alir proses perlakuan awal elektroda

### 3.5.3 Perangkaian Sistem Elektrokoagulasi

Perangkaian sistem elektrokoagulasi adalah sebagai berikut:

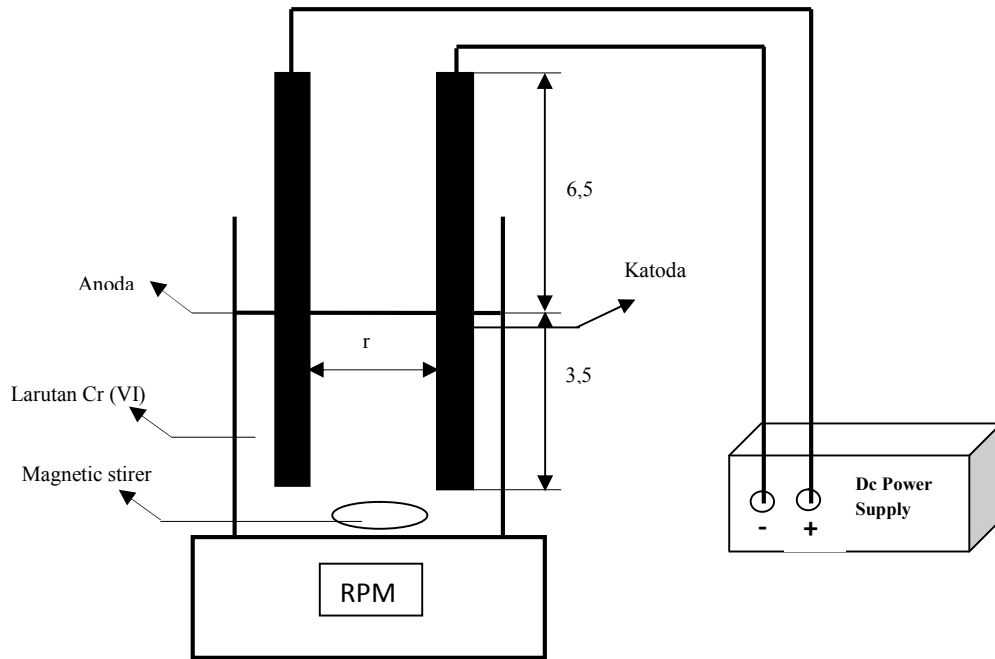
1. Pelat Al/Al yang sudah dilakukan proses pretreatment elektroda diatur jarak antar elektroda sebesar 0,3 cm.
2. Penyambungan elektroda ke *power supply* dengan  $V= 30$  volt menggunakan penjepit listrik.
3. Prosedur 1-3 diulangi untuk jenis elektroda Fe/Al dan jarak antar elektroda 0,6 cm, 0,9 cm, 1,2 cm dan 1,5 cm.

Diagram alir perangkaian sistem elektrokoagulasi adalah sebagai berikut:



\*Prosedur diulangi untuk jenis elektroda Fe/Al dan jarak antar elektroda sebesar 0,6 cm, 0,9 cm, 1,2 cm, dan 1,5 cm

Gambar 3.3 Diagram alir perangkaian sistem elektrokoagulasi



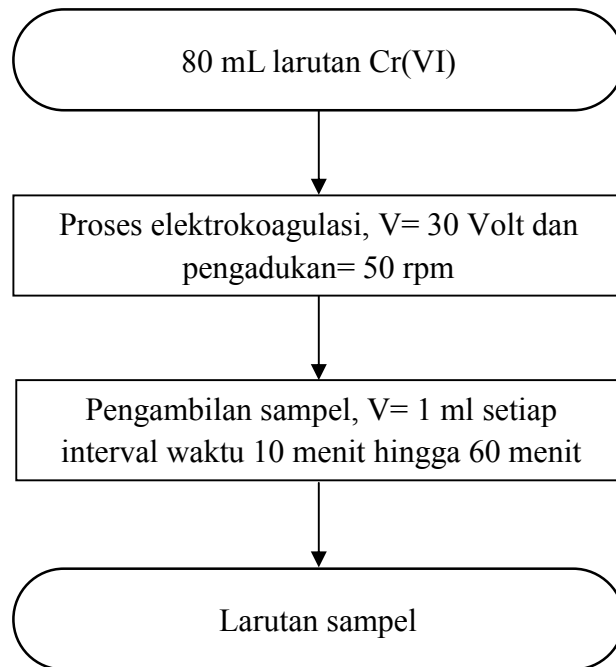
Gambar 3.4 Rangkaian alat elektrokoagulasi.

### 3.5.4 Proses Elektrokoagulasi

Proses elektrokoagulasi pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pengambilan 80 mL larutan Cr(VI) 120 ppm ke dalam gelas beaker 100 mL.
2. Pelat elektroda Al/Al berukuran 4 cm x 10 cm dimasukkan ke dalam larutan Cr(VI) dengan jarak antar elektroda 0,3 cm.
3. *Power supply* dihidupkan dengan voltase 30 V dengan pengadukan 50 rpm dan dilakukan selama 60 menit.
4. Sampel diambil sebanyak 1 ml setiap interval waktu 10 menit.
4. Prosedur 1-4 diulangi untuk jenis elektroda Fe/Al dan jarak antar elektroda 0,6 cm, 0,9 cm, 1,2 cm dan 1,5 cm.

Diagram alir dari proses elektrokoagulasi adalah sebagai berikut:



\*semua prosedur diulang untuk elektroda Fe/Al dan jarak antar elektroda 0,6 cm, 0,9 cm, 1,2 cm, 1,5 cm

Gambar 3.5 Diagram alir proses elektrokoagulasi

### 3.5.5 Pengukuran pH Larutan

Pengukuran pH larutan dilakukan pada saat proses elektrokoagulasi menit 0, 10, 20, 30, 40, 50 dan 60. Pada pengukuran pH larutan dapat dilakukan dengan menggunakan pH meter.

### 3.5.6 Pengukuran Konduktivitas

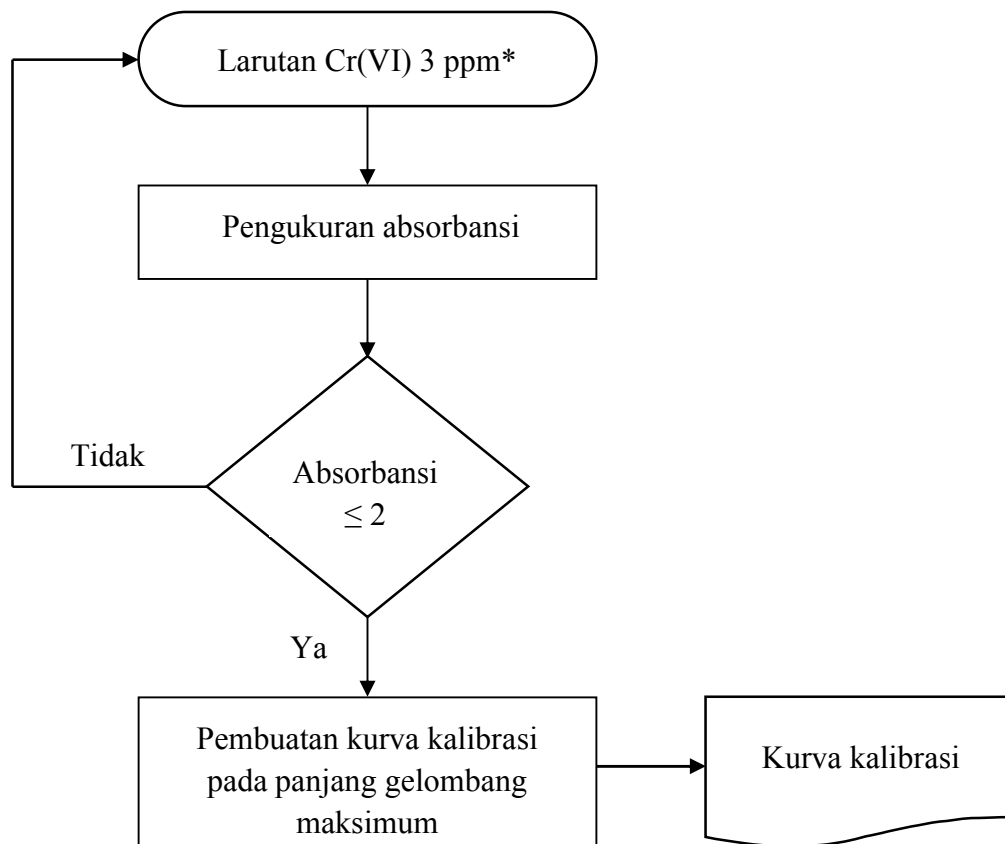
Pengukuran konduktivitas dilakukan pada saat proses elektrokoagulasi menit 0, 10, 20, 30, 40, 50 dan 60 bersama dengan pengukuran pH larutan. Pada pengukuran konduktivitas dengan menggunakan *conductivity meter*.

### 3.5.7 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Proses pembuatan kurva kalibrasi pada spektrofotometer Uv-Vis menggunakan metode APHA 3500-Cr b dilakukan sebelum analisa kadar Cr(VI) sampel yaitu sebagai berikut:

1. Pembuatan larutan baku Cr(VI) dibuat dengan konsentrasi sebesar 0 ppm, 0,5 ppm, 1, ppm, 1,5 ppm, 2 ppm, 2,5 ppm dan 3 ppm.
2. Pengukuran absorbansi larutan baku pada rentang panjang gelombang 520-560 nm agar mengetahui panjang gelombang absorbansi maksimum yang dihasilkan (absorbansi  $\leq 2$ ).
3. Pembuatan kurva kalibrasi pada panjang gelombang maksimum dengan konsentrasi larutan Cr(VI) yang memiliki absorbansi  $\leq 2$ .

Diagram alir pembuatan kurva kalibrasi sebagai berikut:



\*Jika absorbansi larutan Cr(VI) yang dihasilkan lebih dari 2 maka dilakukan pengukuran absorbansi pada konsentrasi larutan Cr(VI) lain yaitu 0,5 ppm, 1 ppm, 1,5 ppm, 2 ppm dan 2,5 ppm.

Gambar 3.6 Diagram alir proses pembuatan kurva kalibrasi

### 3.5.8 Analisa Kadar Cr(VI)

Sampel hasil elektrokoagulasi dianalisis menggunakan metode APHA 3500-Cr b untuk menentukan kandungan Cr(VI). Prinsipnya adalah menambahkan suatu pengompleks



*diphenylcarbazide* pada pH asam sehingga akan memberikan warna violet. Proses analisa kadar Cr(VI) pada sampel sebagai berikut:

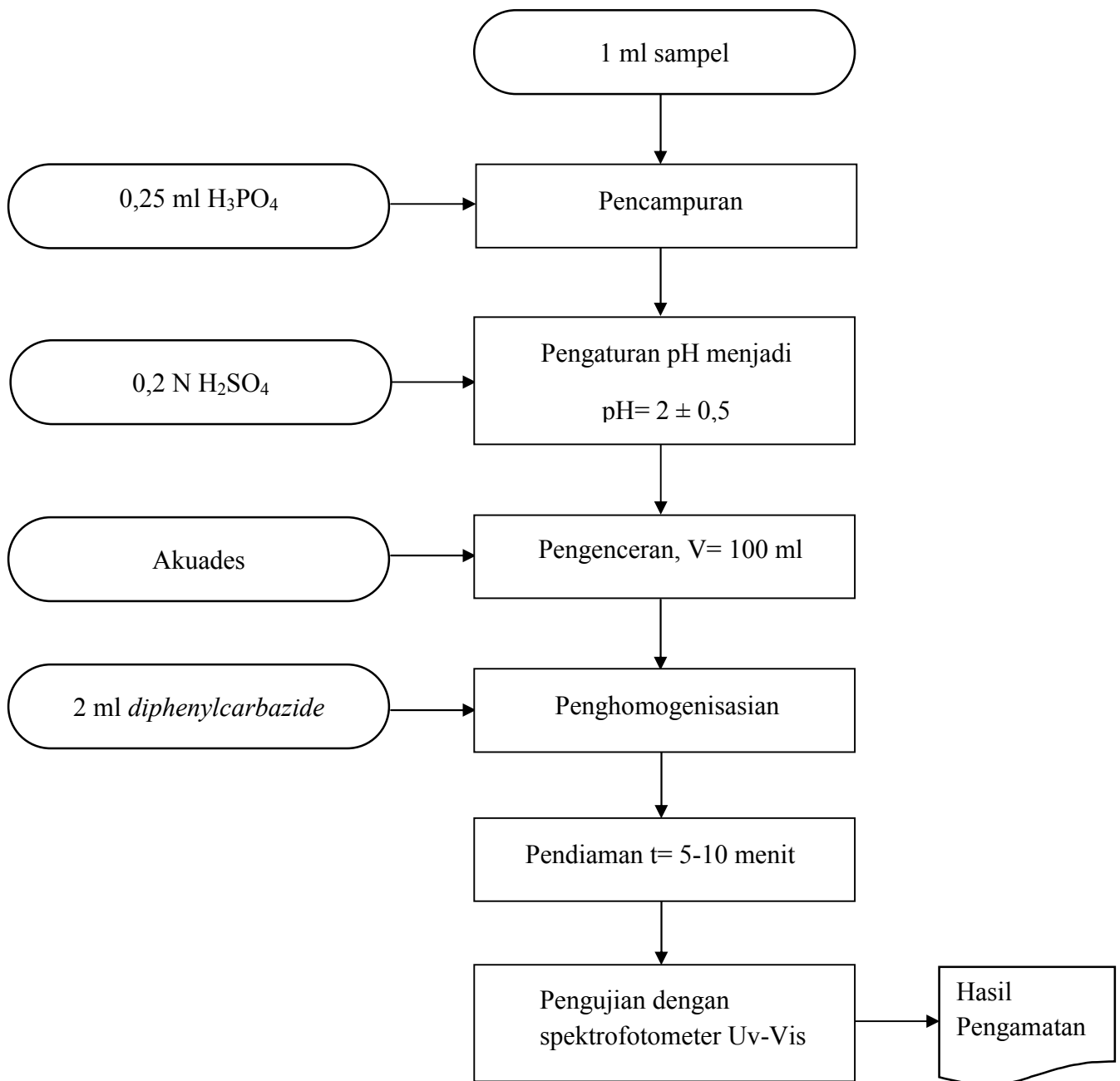
1. Pencampuran 1 ml larutan sampel dengan 0,25 ml H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.
2. Pengaturan pH= 2 ± 0,5 dengan penambahan 0,2 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ke dalam larutan.
3. Pengenceran larutan hingga volume menjadi 100 ml.
4. Penambahan 2 ml larutan *diphenylcarbazide* sebagai pengompleks
5. Pendiaman larutan selama 5-10 menit hingga warna larutan menjadi konstan.
6. Pengujian menggunakan spektrofotometer Uv-Vis dengan panjang gelombang 530-540 nm.

Data yang dihasilkan berdasarkan metode ini adalah konsentrasi Cr(VI) yang merujuk pada kurva kalibrasi. Konsentrasi Cr(VI) yang terbaca pada Uv-Vis merupakan konsentrasi Cr(VI) setelah mengalami pengenceran. Oleh karena itu, konsentrasi Cr(VI) yang terbaca pada Uv-Vis perlu dihitung dengan faktor pengenceran untuk mendapatkan konsentrasi Cr(VI) sebenarnya yang terdapat pada sampel. Perhitungan efisiensi penyisihan Cr(VI) dari larutan sintetis menggunakan persamaan sebagai berikut (Verma dkk, 2013):

$$CRE(\%) = \frac{C_o - C_f}{C_o} \times 100 \quad (3.1)$$

dimana CRE adalah efisiensi penyisihan Cr(VI) dalam %, C<sub>o</sub> adalah konsentrasi awal Cr(VI) dalam mg/L dan C<sub>f</sub> adalah konsentrasi akhir Cr(VI) dalam mg/L.

Diagram alir proses analisa kadar Cr(VI) adalah sebagai berikut:



Gambar 3.7 Diagram alir analisa kadar Cr(VI)

### 3.5.9 Pengukuran Perubahan Massa Pelat Elektroda

Pengukuran massa pelat elektroda dengan menggunakan neraca analitik. Pada pengukuran perubahan massa pelat elektroda dilakukan dengan menghitung selisih massa pelat elektroda sebelum dan sesudah proses elektrokoagulasi. Sebelum proses penimbangan, elektroda terlebih dahulu dibersihkan dan dikeringkan.