

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Lokasi Penelitian**

Lokasi penelitian dilakukan di laboratorium Bidang Tekno Fisika, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Maju – Badan Tenaga Nuklir Nasional (P3TM-BATAN) Yogyakarta.

#### **3.2 Jenis Penelitian**

Penelitian ini termasuk dalam penelitian eksperimen yang dilaksanakan dalam skala laboratorium.

#### **3.3 Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan mulai bulan Mei 2005 sampai dengan bulan Juli 2005 yang dilanjutkan dengan pengolahan data dan penyusunan laporan akhir.

#### **3.4 Variabel Penelitian**

Variabel penelitian adalah sebagai berikut:

1. Jumlah larutan elektrolit  $\text{HNO}_3$  sebesar : 0.00 N dan 0.01 N
2. Tegangan pada saat peristiwa elektrokimia terjadi: 0 Volt, 15 Volt, 25 Volt, dan 35 Volt.
3. Dalam penelitian ini adalah kandungan krom (Cr)

### 3.5 Bahan dan Alat

#### 3.5.1 Bahan

- Sampel limbah penyamakan kulit
- Zeolit Alam
- Aquadest
- HF 48 %, HCl 37 % E. Merck
- $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$
- $\text{NH}_4\text{Cl}$
- Tabung kaca
- Lem kaca

#### 3.5.2 Alat

- Tabung elektrodialisis
- Alat-alat gelas
- Digital multimeter
- Elektroda Fe dan Cu
- Oven
- Timbangan Analitik Sartorius (6 digit dibelakang koma)
- Press untuk membuat membrane
- pH meter merek Jenway
- Peralatan gelas

#### 3.5.3 Aktivasi zeolit

Zeolit alam direndam dengan aquades selama 24 jam, lalu disaring dan dikeringkan pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Zeolit kemudian direndam dengan HF

2.00 M (perbandingan b/v 1:2) selama 15 menit, kemudian dicuci sampai netral dan dikeringkan pada suhu 120 °C selama 3 jam (pembuatan larutan HF 2.00 M yakni larutan HF 48 % diambil sebanyak 70.66 ml dan diencerkan dengan aquadest sampai volume 1 liter). Zeolit selanjutnya dipanaskan dengan HCl pada konsentrasi 0.10 M, pada suhu 130oC selama 60 menit, sambil diaduk dengan pengaduk magnetik, (pembuatan larutan HCl yakni larutan HCl 37 % diambil sebanyak 165.0 ml dan diencerkan dengan aquadest sampai volume 1 liter, dari larutan induk HCl kemudian dibuat konsentrasi 0.10 M). Kemudian zeolit disaring, dinetralkan, dan dikeringkan pada suhu 130oC selama 3 jam. Selanjutnya zeolit direndam dengan NH<sub>4</sub>Cl konsentrasi 1.00 M selama satu minggu sambil diaduk 3 kali sehari, kemudian zeolit dipanaskan pada suhu 90°C selama 2 jam, lalu disaring, dicuci sampai netral dan dikeringkan pada suhu 130oC selama 3 jam (pembuatan larutan NH<sub>4</sub>Cl 2.00 M yakni NH<sub>4</sub>Cl ditimbang sebanyak 107 g dan dilarutkan dengan aquadest sampai volume 1 liter.. Dari larutan induk 2.00 M kemudian dibuat dengan konsentrasi 1.00 M) Sebaliknya pembuatan larutan NH<sub>5</sub>H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> dan sampai proses selanjutnya. Zeolit ini kemudian dikalsinasi pada suhu 400oC selama 5 jam.

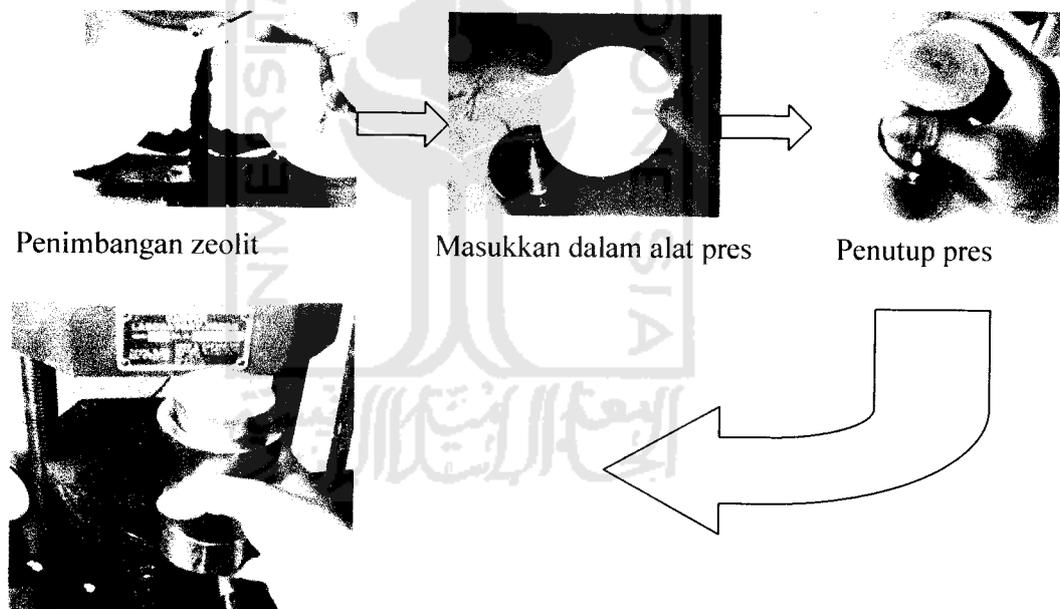
#### **3.5.4 Desain Pembuatan Alat proses Elektro Membran Zeolit**

Rancangan alat elektro membran yang terbuat dari bahan zeolit alam dan bahan kaca dengan penaruhan membran didalamnya, diameter tabung 6.7 cm dan diameter membran zeolit 6.3 cm dimodif sedemikian rupa agar diameter membran dapat dipasang dalam tabung reaktor alat proses elektro membran zeolit. Bentuk

membran dalam alat proses berbentuk bulat, adapun bentuk membran dapat dilihat pada Gambar 3.1 dibawah ini, sebagai berikut:

#### 1. Pembuatan membran zeolit

Proses pembuatan membran dengan menggunakan dari bahan zeolit alam yang telah diaktifasi sesuai dengan fungsi penggunaannya sebagai penukar ion. Zeolit diproses dahulu dengan melalui beberapa tahap antara lain dengan melalui perendaman, pencucian sampai didapatkan zeolit-H yang bermuatan negatif dan zeolit-P yang bermuatan positif. Pada alat proses terpasang dua membran semipermeabel terdiri dari membran zeolit-H dan zeolit-P, berat masing-masing membran tersebut seberat 10 gram dan diameter membran 5,8 cm.



**Gambar 3.1 Pengepresan Zeolit Untuk Pembentukan Membran Zeolit**





**Gambar 3.2 Membran zeolit-H dan Membran zeolit-P yang telah dicetak dengan alat pres dan sudah dikalsinasi dalam suhu 400°C**

Membran yang telah diaktifasi dan dicetak dengan alat pres seberat 3.5 ton Untuk mengaktifkan masing-masing zeolit disamping ini, maka kedua membran zeolit-H dan zeolit-P diaktifkan dengan cara dipanaskan pada suhu 400 °C.

## 2. Pembuatan tabung elektrodialisis

Tabung elektrodialisis dibuat dar bahan kaca dengan diameter 6.7 cm, panjang tabung elektroda ke membran 6.8 cm dan lubang inlet dan outletnya dengan diameter 0.3 cm (untuk koneksi selang).

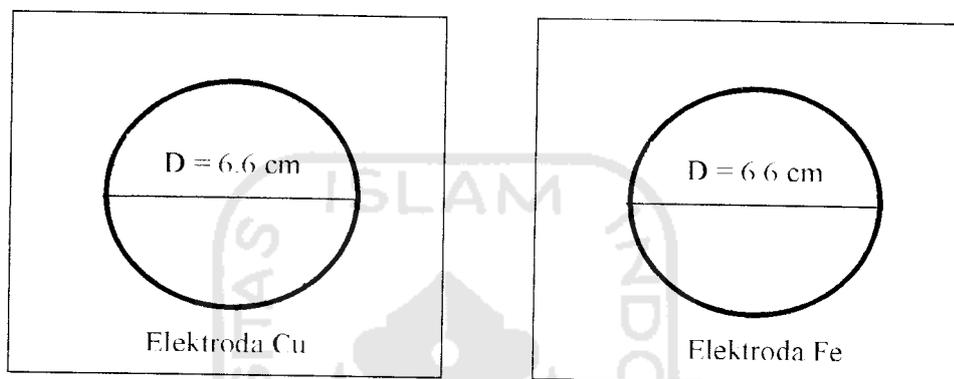


**Gambar 3.2 Tabung elektrodialisis**

Tabung dibuat sebanyak 3 buah untuk disambungkan terhadap membran yang akan di pasang pada alat elektro membran zeolit.

### 3. Pembuatan elektroda katoda dan anoda

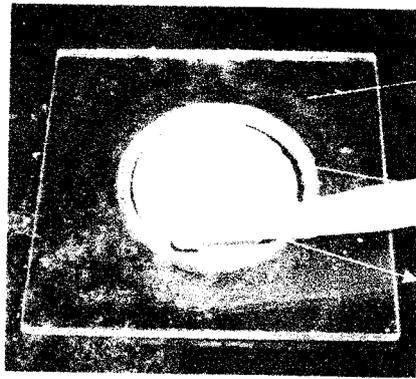
Katoda dibuat dari bahan lempengan tembaga (Cu). tembaga tersebut dibuat berbentuk persegi empat dengan panjang sama sisi dengan panjang 8 cm, ketebalan 1 mm dan elektroda yang berkontak pada tabung dengan diameter 6.7 cm. Sedangkan pada anoda dibuat dari besi (Fe), bentuk dan ukuran dibuat sama dengan ukuran pada katoda.



**Gambar 3.3 Bentuk Pembuatan Elektroda**

### 4. Pemasangan membran zeolit

Telah disiapkan tempat membran kaca yang akan digunakan untuk membran zeolit sebagai media penyaring parameter yang akan diteliti. Membran zeolit berdiameter 5.8 cm ditempatkan pada lubang kaca yang telah disiapkan, agar tidak terjadi pelepasan digunakan bahan perekat lem kaca. Pada sisi membran zeolit terdapat ganjal yang terbuat dari potongan pipa agar tidak mudah lepas dan terhindar adanya kebocoran pada membran zeolit yang akan digunakan.



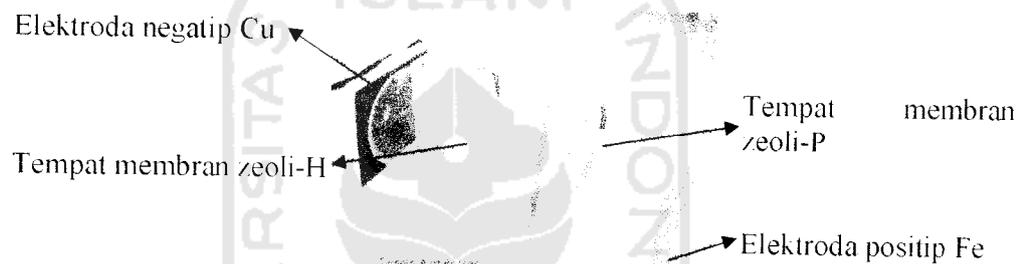
Kaca sebagai media penyambung pada tabung alat elektrolisis

Pipa pvc ditempatkan pada lubang sebagai penmpatan bahan perekat pada membran

Lem kaca untuk bahan perekat pada sisi membran terhadap sisi pipa pvc.

**Gmabar 3.4 Tempat Pemasangan Membran Zeolit**

#### 5. Perakitan tabung elektodialisis



**Gambar 3.5 Desain Alat Proses**

Untuk pemasangan elektroda pada tabung dengan memakai lem kaca secara merata pada tabung agar tidak terjadi kebocoran, sedangkan pemasangan membran zeolit di ujungnya diberi bantalan berupa potongan paralon dan penempelannya dengan lem. Begitupun penyambungan tiap tabung dengan menggunakan lem kaca. Dalam pengujian pengolahan limbah penyamakan kulit ini dilakukan dalam skala laboratorim, dengan variasi tegangan, laruatan elektrolit dan selang waktu pengambilan sampel. Alat proses elektro membran zeolit yang siap digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.4 sebagai berikut :



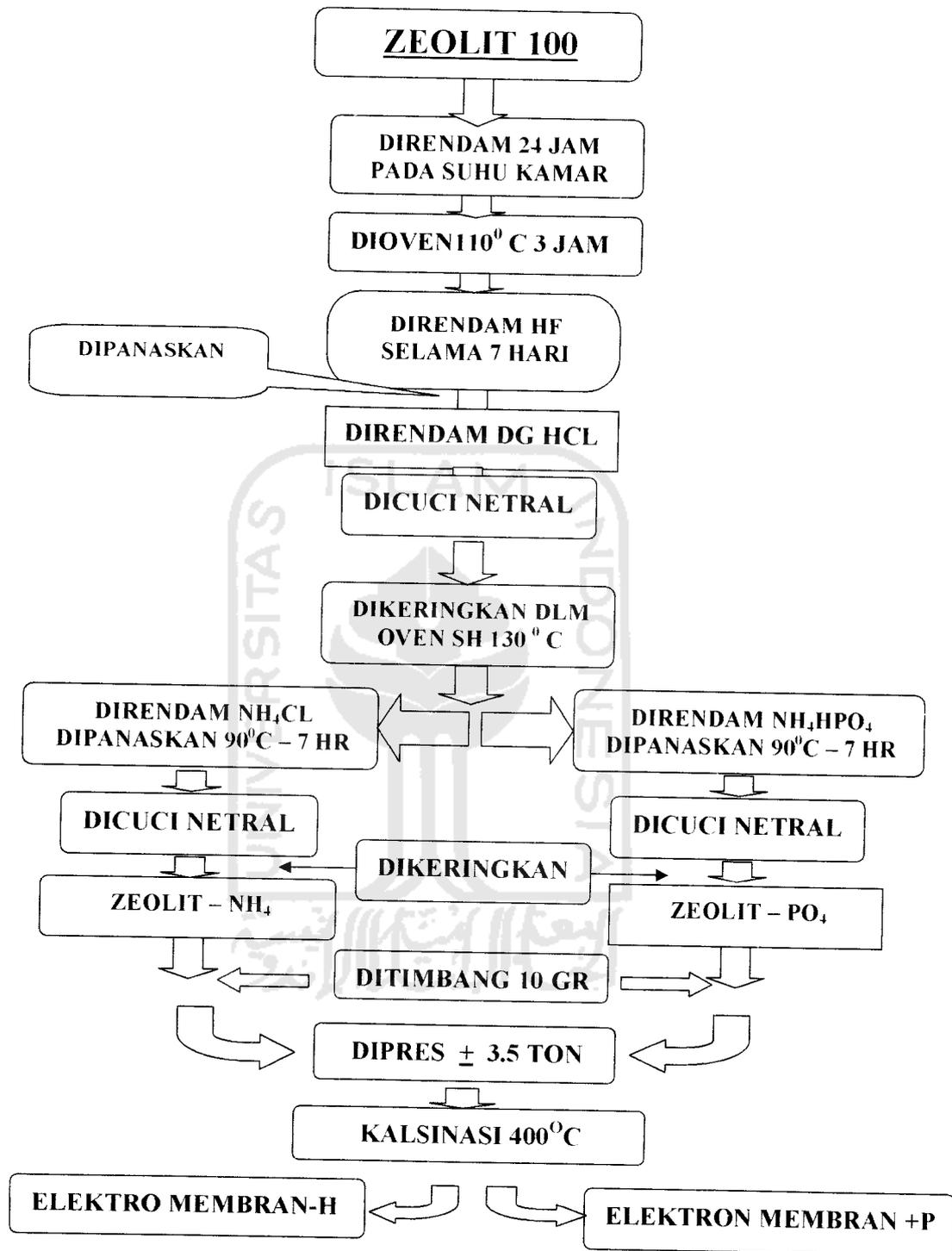
Desain Elektro Membran Zeolit

### Gambar 3.6 Alat Proses Membran Zeolit

Dimana spesifikasi tabung alat proses elektro membran zeolit adalah sebagai berikut :

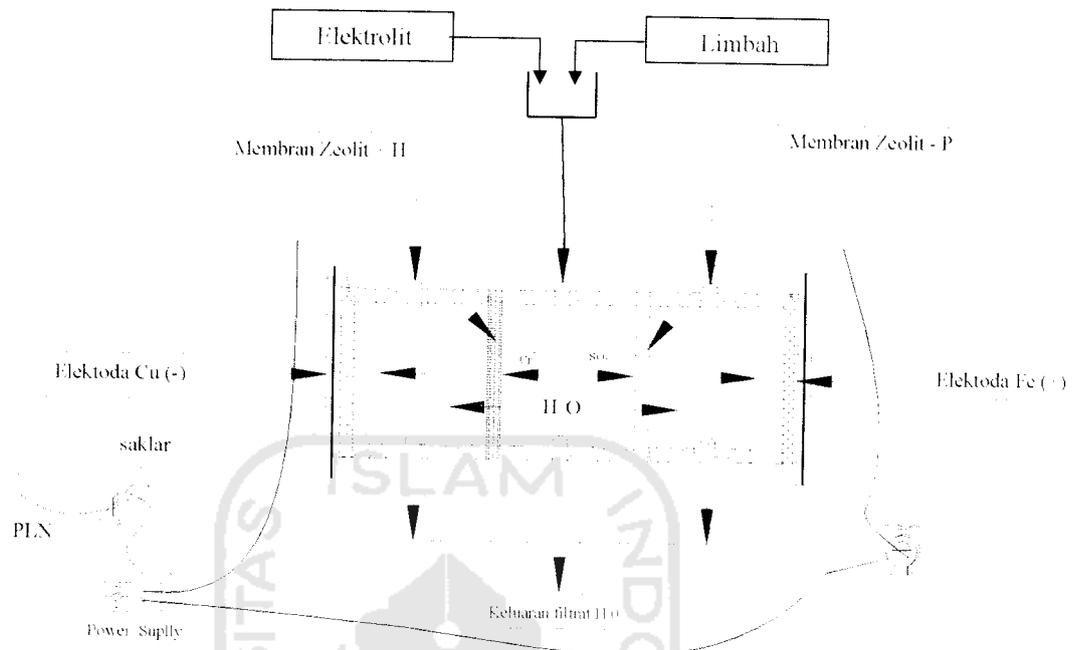
- Diameter tabung 6.7 cm
- Panjang tabung 6.8 cm
- Diameter elektroda 6.6 cm
- Luas tiap tabung  $A = \frac{1}{4} \pi d^2 \times l$
- Berat membran zeolit 10 gram dengan tebal 4.2 mm
- Diameter membran zeolit 6.5 cm
- Tekanan pengepresan 3.5 ton
- Jarak antar masing-masing elektroda dengan membran 6.8 cm
- Jarak antar elektroda negatif (Cu) dengan elektroda positif (Fe) sebesar 21.73 cm
- Kecepatan laju alir input = output 20 ml / 8 menit
- Debit limbah dalam pengujian adalah 500 ml limbah + 500 aquades (aquades + elektrolit)

### 3.5.5 Pembuatan cell elektro membrane padat dari Zeolit-H dan Zeolit-P.



Gambar 3.7 : Diagram Pembuatan Cell Elektro Membrane Zeolit

### 3.5.6 Proses pengolahan limbah penyamakan kulit dengan elektro membran zeolit



**Gambar 3.8 : Alat Elektrodialisis Untuk Pengolahan Limbah Penyamakan kulit menggunakan elektro membran zeolit**

#### Cara Kerja

- 1) Merangkai alat elektrolisis, membran kation (zeolit +H) dan (zeolit -P) dipasang pada pipa PVC
- 2) Memasang slang-slang infuse dan slang keluaran
- 3) Katoda dan anoda dari alat elektrodialisis dihubungkan dengan power supply
- 4) Larutan  $\text{HNO}_3$  dimasukkan (berfungsi sebagai larutan eletrolit penghubung arus) kedalam sel elektrodialisis
- 5) Dialiri arus listrik searah (DC)

- 6) Setelah arus kontak, umpan limbah penyamakan kulit dimasukkan. Melalui elektromembran zeolit, ion Cr akan ditarik oleh elektroda negatif dan menempel pada elektro membran H sedangkan sisanya akan ditarik oleh elektroda Cu sebagai katoda. Ion oksida ( $\text{SO}_4$ ) akan menempel pada elektro membrane-P, sedangkan sisanya ditarik oleh elektroda Fe sebagai anoda.
- 7) Didapatkan keluaran sisa filtrate air ( $\text{H}_2\text{O}$ ) sebagai effluent yang tidak terikat oleh elektro membran atau terjadi penurunan konsentrasi Cr.
- 8) Hasil keluaran alat proses ditampung dalam botol plastic untuk dilakukan analisis logam Cr dengan menggunakan alat analisis Spektrofotometri Serapan Atom.

### 3.6. Metode Pengumpulan Data

Semua data diperoleh dengan pengukuran dan pemeriksaan limbah cair dari penyamakan kulit sebelum proses (limbah awal) dan sesudah melalui alat proses rekayasa pengolahan.

### 3.7. Tahap Pelaksanaan

Tahap Prapenelitian sebagai berikut :

- Merancang alat, menggambar alat, membuat alat proses dan optimasi alat
- Pengaktifan membran zeolit/modifikasi zeolit
- Pengambilan sampel limbah penyamakan kulit

- Uji konsentrasi awal limbah Cr

Tahap Penelitian sebagai berikut

- Pemasangan membran zeolit pada reaktor/alat proses
- Uji penggunaan alat proses
- Pemakaian alat proses
- Pengambilan sampel dari tampungan limbah yang telah melewati alat proses
- Analisa hasil pengolahan alat proses
- Analisa kualitas data dan pembuatan laporan hasil

### 3.8 Analisa Data

Effluent hasil alat proses pengolahan dianalisa di laborat dan untuk mengetahui efisiensi penurunan kadar khrom dari hasil pengolahan alat proses ini, maka :

Perhitungan efisiensi

Kadar Cr dapat diketahui dari hasil analisis menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Besar efisiensi dapat dinyatakan dengan rumus sebagai berikut :

$$E = \frac{C_1 - C_2}{C_1} \times 100\%$$

Dimana :

E = Efisiensi

C<sub>1</sub> = Kadar Cr sebelum pengolahan

C<sub>2</sub> = Kadar Cr setelah pengolahan.