

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Desember 2014 sampai Maret 2015, di Laboratorium Kimia Dasar Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung. Analisis pH, Konduktivitas (DHL), Total Dissolved Solid (TDS), Spektrofotometer UV-Vis, dan *Ion Chromatography* (IC) dilakukan di UPT LTSIT Universitas Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi alat-alat gelas, rangkaian alat elektrolisis (*power supply*) dengan elektroda yang digunakan batang karbon sebagai elektroda, rangkaian alat destilasi, pemanas listrik, neraca analitik, magnetik stirer dan spin bar, sumber listrik, lemari asam, *stopwatch*, spektrofotometer UV-Vis, *Ion Chromatography* (IC), konduktometer dan pH meter.

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan adalah limbah cair sisa pembuatan garam dapur yang dikenal dengan air tua (*bittern*) yang diperoleh dari berbagai daerah di Jawa penghasil garam. Untuk uji pendahuluan menghitung *recovery* dan parameter elektrolisis optimum air brom yang diperoleh menggunakan bahan kimia *Sodium Bromide (extra pure Ph Eur, Bp, USP, JP)*. Untuk membedakan serapan absorbansi antara bromin dan klorin menggunakan natrium klorida (NaCl). Untuk mengecek pH larutan digunakan pH *Paper Indicator Universal*, NaOH sebagai bahan untuk mengurangi kelebihan ion-ion divalen seperti Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , dan Sr^{2+} ditambahkan agar dapat dipisahkan dengan cara pengendapan (Sun *et al.*, 2013), kertas saring untuk menyaring endapan magnesium hidroksida, dan untuk membuat larutan menggunakan pelarut air bebas mineral akuades.

C. Prosedur Penelitian

1. Percobaan dengan Variasi Potensial

Percobaan ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh potensial terhadap efektifitas proses elektrolisis yang berlangsung, serta menentukan potensial optimumnya. Percobaan dimulai dengan memasukan natrium bromida 5% ke dalam corong pisah, elektroda karbon, kemudian mengatur potensial untuk masing-masing percobaan. Pada percobaan ini digunakan variasi potensial 3, 5, 7, 10, dan 15 volt dengan waktu kontak ditentukan 60 menit. Lapisan bawah hasil

elektrolisis dipisahkan, yang kemudian dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

2. Percobaan dengan Variasi Waktu Kontak

Percobaan ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh waktu kontak terhadap efektifitas proses elektrolisis yang berlangsung, serta menentukan waktu kontak optimumnya. Percobaan dimulai dengan memasukan natrium bromida 5% ke dalam corong pisah, elektroda karbon, kemudian menentukan waktu kontak untuk masing-masing percobaan. Pada percobaan ini digunakan variasi waktu kontak 15, 30, 45, 60, dan 90 menit dengan potensial optimum yang telah diperoleh pada percobaan (1). Lapisan bawah hasil elektrolisis dipisahkan, yang kemudian dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3. Percobaan dengan Variasi Konsentrasi Ion Bromida

Percobaan ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi ion bromida terhadap efektifitas proses elektrolisis yang berlangsung, serta menentukan konsentrasi minimum ion bromida, disesuaikan pada limbah garam (*bittern*). Konsentrasi ion bromida dibuat dengan variasi 2, 5, 10, 15, dan 25 ppm. Pada percobaan ini menggunakan potensial optimum yang telah diperoleh pada percobaan (1) dan waktu kontak optimum yang diperoleh pada percobaan (2). Lapisan bawah hasil elektrolisis dipisahkan, yang kemudian dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

4. Pemisahan Bromin Hasil Elektrolisis

Percobaan ini dilakukan untuk mempelajari bagaimana pengaruh potensial terhadap pemisahan bromin hasil elektrolisis dengan menggunakan perangkat alat destilasi sederhana. Percobaan dimulai dengan memasukan natrium bromida 10% ke dalam corong pisah, elektroda karbon, kemudian mengatur potensial untuk masing-masing percobaan. Pada percobaan ini digunakan variasi potensial 2, 3, 5, 7, dan 10 volt dengan waktu kontak ditentukan 60 menit. Hasil destilasi ditentukan secara gravimetri.

5. Analisis Sampel Air Tua (*Bittern*)

Sampel air tua (*bittern*) dilakukan analisis pH, Konduktivitas (DHL), Total Dissolved Solid (TDS) dan konsentrasi ion bromida diukur menggunakan instrumen *Ion Chromatography* (IC). Kelebihan ion-ion divalen seperti Ca^{2+} , Mg^{2+} , Ba^{2+} , dan Sr^{2+} ditambahkan NaOH agar dapat dipisahkan dengan cara pengendapan (Sun *et al.*, 2013). Sampel air tua (*bittern*) dilakukan elektrolisi menggunakan parameter-parameter optimum yang telah diperoleh dari percobaan sebelumnya yaitu potensial, waktu kontak, dan konsentrasi. Hasil elektrolisis dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

6. Percobaan Menghitung *Recovery* Ion Bromida

Kelayakan suatu metode yang digunakan harus diuji dengan salah satu parameter kelayakan metode yaitu akurasi (kecermatan). Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Percobaan ini dilakukan dengan metode penambahan baku (*standard addition method*). Sampel air tua (*bittern*) yang telah diketahui konsentrasinya, kemudian ditambahkan larutan ion bromida dengan konsentrasi tertentu. Kemudian larutan dielektrolisis dengan menggunakan parameter-parameter optimum yang telah diperoleh dari percobaan sebelumnya. Konsentrasi ion bromida ditentukan dengan mengukur kadar ion bromida secara menggunakan spektrofotometer UV-Vis kemudian konsentrasi dihitung menggunakan perhitungan hukum Lambert-Beer dan analisis kuantitatif ditentukan dengan instrumen *Ion Chromatography* (IC). *Recovery* ion bromida dapat dihitung dengan menggunakan rumus pada persamaan (1).