

Optimasi Kondisi Proses Pengendapan Hidroksida Logam - Logam Berat Kromium Dan Nikel secara Bertingkat Dalam Limbah Cair Elektroplating

Hayu Sanjaya Radix Kristyaka

SMA Negeri 1 Pulau Petak Kapuas, Kalimantan Tengah, Indonesia

Abstrak : Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum yang meliputi pH, suhu, waktu, dan kecepatan pengadukan proses pengendapan hidroksida logam-logam berat kromium (Cr) dan nikel (Ni) dalam limbah cair electroplating. Sehingga dapat meminimalkan konsentrasi logam-logam berat kromium dan nikel dalam limbah cair electroplating sebelum dibuang ke lingkungan. Sampel limbah cair dalam gelas beker diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan konstan sambil ditambahkan larutan amonia 10% secara berlahan-lahan dengan variasi pH : 7; 7,5; 8; 8,5; 9; 9,5; 10; 10,5; dan 11. Larutan ditambah pH buffer kemudian disamakan volumenya hingga 200 ml, setelah itu didiamkan selama 24 jam kemudian filtrat dan endapan dipisahkan. Filtrat dianalisis kandungan sisa Cr dan Ni menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA). Untuk mengetahui kondisi optimum lainnya dilakukan variasi suhu, waktu serta kecepatan pengadukan proses pengendapan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa Kondisi pH optimum pengendapan logam berat Cr dicapai pada pH 9 dengan % pengendapan sebesar 79,013% sedangkan Ni pada pH 9,5 dengan besarnya Ni yang terendapkan sebesar 99,71 %. Suhu pengendapan optimum untuk Cr dan Ni dicapai pada suhu 100 °C dengan % pengendapan Cr sebesar 50,304% dan Ni sebesar 97,891%. Waktu pengendapan optimum untuk Cr adalah 60 menit dengan jumlah pengendapan sebesar 45,542 % sedangkan kondisi waktu pengendapan optimum Ni selama 40 menit dengan % pengendapan sebesar 99,633%. Kecepatan pengadukan proses pengendapan Cr dan Ni adalah sebesar 800 rpm dengan jumlah Cr yang mengendap sebesar 63,493 % sedangkan Ni sebesar 98,531%.

Kata kunci: *elektroplating, pengendapan, logam-logam berat kromium dan nikel*

Pendahuluan

Limbah memang menjadi salah satu masalah dalam pembangunan sektor industri di Indonesia. Masalah tersebut menyebabkan kemerosotan dan kerusakan lingkungan hidup. Kerusakan lingkungan antara lain disebabkan oleh limbah yang mengandung bahan berbahaya dan beracun (B3) yang dibuang ke lingkungan. Menurut Kementerian Negara Lingkungan Hidup, diperkirakan beban pencemaran limbah B3 akan meningkat dari 200.000 ton pada tahun 1990, menjadi sekitar 1 juta ton pada tahun 2010. Untuk itu, pemerintah telah membuat Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 85 Tahun 1999 tentang pengelolaan limbah bahan berbahaya dan beracun (B3). Pemanfaatan limbah adalah salah satu upaya untuk mengurangi volume, konsentrasi, dan tingkat bahaya yang menyebar di lingkungan. Ada beberapa cara pemanfaatan limbah, antara lain : penggunaan kembali (*reuse*), daur ulang (*recycle*), dan perolehan kembali (*recovery*) (Sahat M. Panggabean, 2000 : 131).

Di Indonesia banyak sekali berdiri industri-industri dengan berbagai bidang produksi, salah satu diantaranya adalah industri elektroplating (penyepuhan), yaitu industri pelapisan logam dengan menggunakan ion-ion logam lain yang bertujuan untuk memanipulasi sifat suatu logam tertentu dengan metode elektrolisis. Proses elektroplating banyak dibutuhkan oleh industri penghasil benda-benda logam, diantaranya industri komponen elektronika, peralatan listrik, peralatan permesinan, peralatan dapur, dan sebagainya. Saat ini kebutuhan penggunaan logam-logam berlapis hasil industri elektroplating banyak dibutuhkan karena selain sifat logam-logam tersebut menjadi tahan karat, lebih mengkilap, juga memiliki tampilan yang lebih baik jika dibandingkan dengan logam-logam yang tidak dilapis.

Dalam setiap proses produksi selalu dihasilkan limbah, begitu juga dalam industri elektroplating. Limbah yang dihasilkan dalam industri elektroplating berasal dari air pembilas baik yang digunakan untuk mencuci minyak dan lemak pada logam yang akan dilapis, bilasan setiap tahap pengerjaan logam, maupun bilasan tahap akhir proses elektroplating. Pada bilasan tahap akhir proses elektroplating terkandung beberapa logam-logam alkali, asam-asam kuat, dan logam-logam berat antara lain Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, dan Zn. (Evi. A, Sri. W, Agustini. R., 2004 : 28).

Limbah cair elektroplating berbahaya jika terjadi kontak dengan tubuh manusia, karena dapat menyebabkan iritasi pada kulit, selaput lendir, selaput mata dan saluran pernafasan, selain itu jika tertelan dapat menyebabkan mual, pusing-pusing, lemas, bahkan sampai terjadinya kematian. Namun demikian, jika logam-logam berat berbahaya yang ada dalam limbah buangan tersebut dihilangkan terlebih dahulu maka tidak akan mencemari lingkungan.

Pemisahan logam-logam berat dalam limbah elektroplating dapat dilakukan dengan cara mengambilnya dari limbah cair tersebut. Metode pemisahan yang dapat digunakan antara lain dengan metode adsorpsi, elektrodialisis, ekstraksi logam, osmosis balik, kromatografi penukar ion, membran cair, pengendapan dan sebagainya.

Pengendapan merupakan salah satu metode pemisahan unsur-unsur logam yang terlarut yang banyak digunakan. Pengendapan dilakukan dengan mengubah ion logam yang akan dipisahkan menjadi suatu fasa baru yaitu dalam bentuk padatan (endapan). Pengendapan ini terjadi karena ion logam tersebut berada dalam bentuk persenyawaan dimana harga hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga hasil kali kelarutan (K_{sp}) senyawa tersebut. Hasil kali kelarutan (K_{sp}) adalah hasil kali konsentrasi ion-ion dalam larutan jenuh pada suhu tertentu setelah masing-masing konsentrasi dipangkatkan dengan koefisiennya menurut persamaan ionisasi senyawanya. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi proses pengendapan, yaitu : pH larutan, suhu pengendapan, konsentrasi pengendap, waktu pengendapan, dan kecepatan pengadukan (Sukarsono dkk., 1966 : 55).

Untuk mendapatkan endapan logam yang terlarut dalam air limbah dapat dilakukan dengan beberapa metode pengendapan yaitu pengendapan sulfat, karbonat, fosfat, bikromat, dan hidroksida. Pengendapan hidroksida merupakan salah satu cara untuk memisahkan atau mengambil ion-ion logam yang terdapat dalam limbah cair dengan cara menambahkan larutan amonium hidroksida (NH_4OH), kalsium hidroksida [$\text{Ca}(\text{OH})_2$], atau natrium hidroksida (NaOH) ke dalam sampel limbah cair yang terdapat ion-ion logam sehingga terbentuk endapan hidroksida logam $\text{M}(\text{OH})_n$. Pengendapan hidroksida dilakukan secara bertingkat dengan melakukan variasi pH larutan. Pada proses pengendapan dengan larutan hidroksida diperlukan kondisi pH pengendapan yang baik agar ion-ion logam yang terdapat di dalam filtrat dapat mengendap secara maksimum (konsentrasi tinggi). Selain itu kondisi suhu larutan, waktu pengadukan, serta kecepatan pengadukan juga berpengaruh terhadap proses pengendapan logam-logam berat tersebut.

Berdasarkan uraian tersebut di atas maka penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum pada proses pengendapan ion-ion logam yang terlarut dalam limbah elektroplating terutama logam kromium dan nikel yang merupakan logam terbanyak yang ada dalam limbah tersebut.

Metode Penelitian

Pada penelitian ini subyek penelitian ini adalah logam-logam berat nikel dan kromium dalam limbah cair industri elektroplating, sedangkan obyek penelitian ini adalah optimasi pada proses pengendapan logam-logam berat nikel dan kromium sebagai senyawa hidroksidanya. Variabel terikatnya merupakan volume sampel limbah dan konsentrasi reagen NH_3 , sedangkan variabel bebasnya berupa pH, suhu, waktu, dan kecepatan pengadukan pada proses pengendapan.

Prosedur Penelitian

1. Pembuatan larutan reagen

a. Larutan NH_3 10 %

Diambil larutan NH_3 25 % sebanyak 40 ml kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 ml dengan cara ditambah aquades hingga volumenya tepat 100 ml.

b. Larutan Standar Cr dan Ni

Larutan Cr 1000 ppm sebanyak 100 μl diambil kemudian dimasukkan ke dalam gelas ukur kemudian ditambah aquades hingga volumenya 2 ml (larutan induk). Dari larutan induk diambil masing-masing sebanyak 50 μl , 100 μl , 150 μl , 200 μl , 250 μl kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 5 ml, masing-masing ditambah larutan HNO_3 0,1 M sebanyak 500 μl , dan ditambah aquades hingga volumenya tepat 5 ml sehingga konsentrasinya masing-masing adalah 0,5 ppm, 1 ppm, 1,5 ppm, 2 ppm, dan 2,5 ppm.

Langkah tersebut diulangi untuk pembuatan larutan standar Ni namun untuk membuat larutan induk menggunakan larutan Ni 100 ppm

2. Penentuan pH optimum proses pengendapan
 - a. Sampel limbah sebanyak 100 ml diambil kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 200 ml
 - b. Dilakukan pengadukan dengan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan konstan selama 15 menit sambil ditambahkan larutan NH_3 10% secara berlahan-lahan hingga pH masing-masing 7; 7,5; 8; 8,5; 9; 9,5;10; 10,5; dan 11.
 - c. Masing-masing larutan ditambah larutan pH buffer yang sesuai dengan pH larutan hingga pHnya tidak berubah kemudian ditepatkan hingga volume 200 ml kemudian didiamkan selama 24 jam.
 - d. Endapan dan filtrat dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring.
 - e. Filtrat hasil penyaringan kemudian dianalisis konsentrasi sisa Cr dan Ni menggunakan SSA
3. Penentuan suhu optimum proses pengendapan
 - a. Sampel limbah sebanyak 100 ml diambil kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 200 ml
 - b. Dilakukan pengadukan dengan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan konstan selama 15 menit sambil ditambahkan larutan NH_3 10% secara berlahan-lahan hingga pH optimum kemudian masing-masing larutan dipanaskan dengan variasi suhu 25°C , 40°C , 60°C , 80°C , dan 100°C
 - c. Larutan didiamkan selama 24 jam.
 - d. Filtrat dan endapan dipisahkan dengan cara disaring.
 - e. Larutan dianalisis konsentrasi Cr menggunakan SSA
 - f. Langkah a sampai e dilakukan untuk penentuan Ni
4. Penentuan waktu optimum proses pengendapan
 - a. Sampel limbah sebanyak 100 mL diambil kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 200 ml
 - b. Dilakukan pengadukan dan pemanasan dengan pengaduk magnetik dengan suhu optimum dan kecepatan konstan sambil ditambahkan larutan NH_3 10% secara berlahan-lahan hingga pH optimum dengan variasi waktu pengadukan masing-masing 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit
 - c. Filtrat dan endapan dipisahkan dengan cara disaring.
 - d. Larutan dianalisis konsentrasi Cr menggunakan SSA
 - e. Langkah a sampai d dilakukan untuk penentuan Ni
5. Penentuan kecepatan pengadukan optimum
 - a. Sampel limbah sebanyak 100 mL diambil kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 200 ml

- b. Dilakukan pemanasan dengan suhu dan waktu optimum sambil ditambahkan larutan NH_3 10% secara berlahan-lahan hingga pH optimum sambil dilakukan pengadukan dan dengan variasi kecepatan pengadukan masing-masing : 200, 400, 600, 800, dan 1000 rpm
- c. Larutan didiamkan selama 24 jam.
- d. Filtrat dan endapan dipisahkan dengan cara disaring.
- e. Larutan dianalisis konsentrasi Cr menggunakan SSA
- f. Langkah a sampai e dilakukan untuk penentuan Ni

Hasil Penelitian Dan Pembahasan

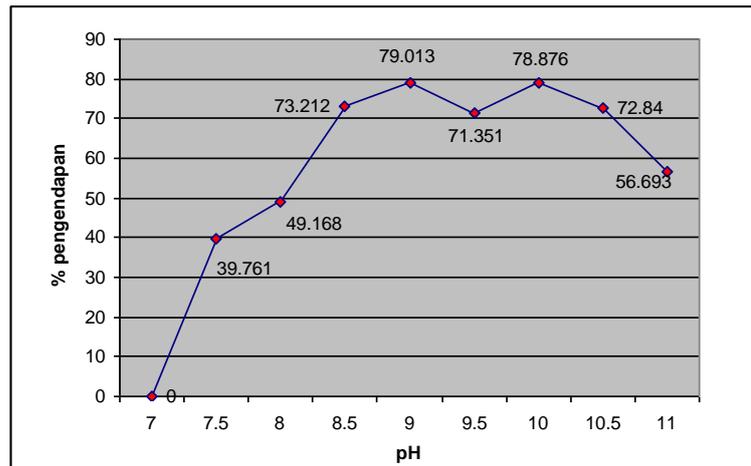
Optimasi pH Pengendapan

Data analisis filtrat hasil pengendapan bertingkat pada masing-masing pH yang berupa konsentrasi dan % pengendapan kromium dan nikel dapat dilihat pada tabel 1

Tabel 1. Hasil Pengamatan Konsentrasi Kromium dan Nikel dalam Filtrat Hasil Pengendapan Hidroksida Secara Bertingkat Dengan Variasi pH

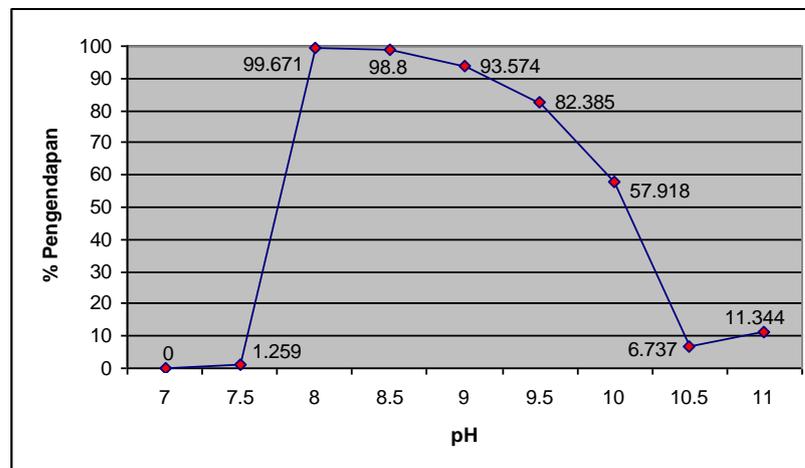
pH	Cr			Ni		
	C _{sis} a (ppm)	C _m engendap (ppm)	%Pengendapan	C _{sis} a (ppm)	C _m engendap (ppm)	%Pengendapan
7	5.103	0	0	5.166	0	0
7.5	3.074	2,056	39.761	5.101	0,065	1.259
8	2.594	2,509	49.168	0.91	4,256	82.385
8.5	1.367	3,736	73.212	0.332	4,843	93.574
9	1.071	4,032	79.013	0.062	5,104	98.8
9.5	1.462	3,641	71.351	0.017	5,149	99.671
10	1.078	4,025	78.876	2.714	2,452	57.918
10.5	1.386	3,717	72.84	4.818	0,348	6.737
11	2.21	2,893	56.693	4.85	0,316	6,116

Dari hasil penelitian diketahui bahwa jumlah logam berat kromium awal sebesar 5,103 ppm sedangkan logam berat nikel adalah sebesar 5,166 ppm. Setelah dilakukan tahap penentuan kondisi pH pengendapan optimum dapat diketahui kondisi pH optimum untuk mengendapkan logam berat kromium adalah pada pH 9 dengan jumlah Cr yang mengendap sebanyak 4,032 ppm atau dengan % pengendapan sebesar 79,013 %. Endapan kromium(III)hidroksida ($\text{Cr}(\text{OH})_3$)berwarnahijaukeabu-abuan. Grafik hubungan antara % pengendapan dengan pH pengendapan Cr dapat dilihat pada gambar1



Gambar 1. Grafik Hubungan Antara pH Pengendapan Terhadap % Pengendapan Kromium

Nikel mulai mengendap pada pH 7,5 hingga mencapai nilai pengendapan yang maksimum pada pH 9,5 dengan jumlah nikel yang mengendap sebanyak 5,149 ppm atau dengan nilai % pengendapan sebesar 99,671%. Endapan nikel(II)hidroksida $Ni(OH)_2$ berwarna hijau. Grafik hubungan antara % pengendapan dengan pH pengendapan Ni dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Grafik Hubungan Antara pH Pengendapan Terhadap % Pengendapan Nikel

Optimasi Suhu Pengendapan

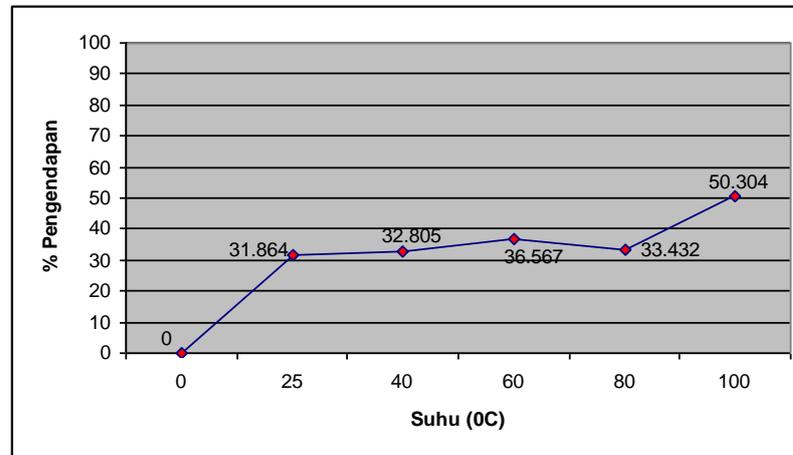
Hasil pengamatan konsentrasi kromium dan nikel dalam filtrat hasil pengendapan hidroksida secara bertingkat dengan variasi suhu dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil Pengamatan Konsentrasi Kromium dan Nikel Dalam Filtrat Hasil

Pengendapan Hidroksida Secara Bertingkat Dengan Variasi Suhu

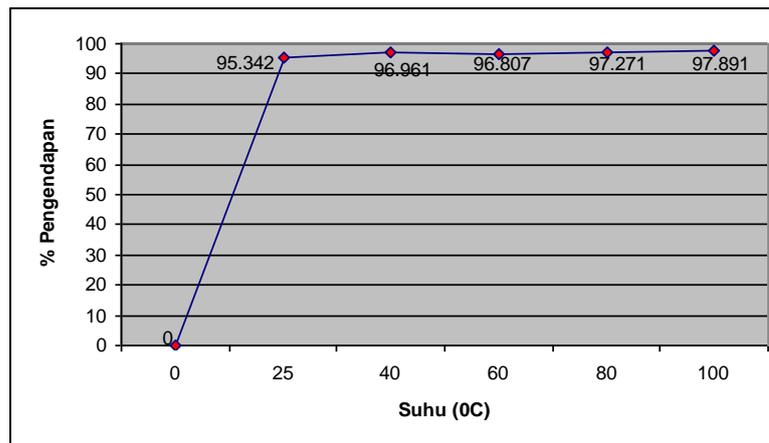
Suhu (°C)	Cr			Ni		
	C _{sis} a (ppm)	C _m engendap (ppm)	%Pengendapan	C _{sis} a (ppm)	C _m engendap (ppm)	%Pengendapan
25	3.477	1,626	31.864	0.236	4,236	95.342
40	3.429	1,674	32.805	0.165	5,001	96.807
60	3.237	1,866	36.567	0,157	5,009	96,961
80	3,397	1,706	33,432	0,141	5,025	97,271
100	2.536	2,567	50.304	0.109	5,057	97.891

Pada tahap ini, kromium mengendap paling besar pada saat suhu 100⁰C dengan konsentrasi sebesar 2,567 ppm atau dengan % pengendapan sebesar 50,304%. Grafik hubungan antara suhu pengendapan dengan % pengendapan Cr dapat dilihat pada gambar 3.



Gambar 3. Grafik Hubungan Antara Suhu Pengendapan Terhadap % Pengendapan Kromium

Pada tahap ini nikel juga mengendap paling baik pada suhu 100 °C yaitu dengan konsentrasi sebesar 5,057 ppm atau dengan % pengendapan sebesar 97,981%.Grafik hubungan antara suhu pengendapan dengan % pengendapan Ni dapat dilihat pada gambar 4.



Gambar 4. Grafik Hubungan Antara Suhu Pengendapan Terhadap % Pengendapan Nikel

4. Optimasi Waktu Pengendapan

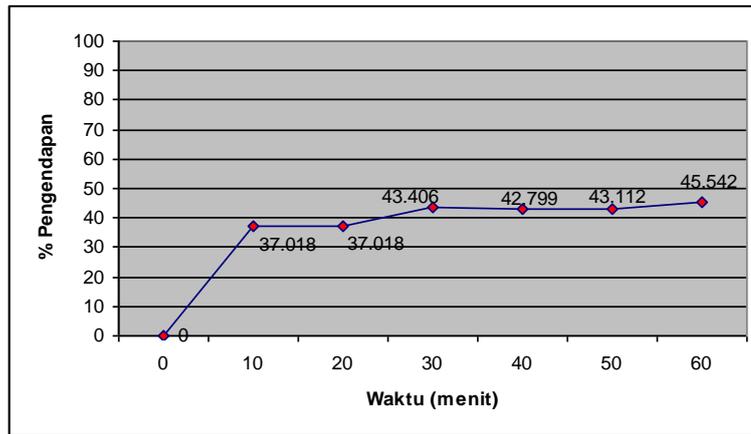
Hasil pengamatan konsentrasi kromium dan nikel dalam filtrat hasil pengendapan hidroksida secara bertingkat dengan variasi waktu pengendapan dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Pengamatan Konsentrasi Kromium dan Nikel Dalam Filtrat Hasil

Pengendapan Hidroksida Secara Bertingkat Dengan Variasi Waktu

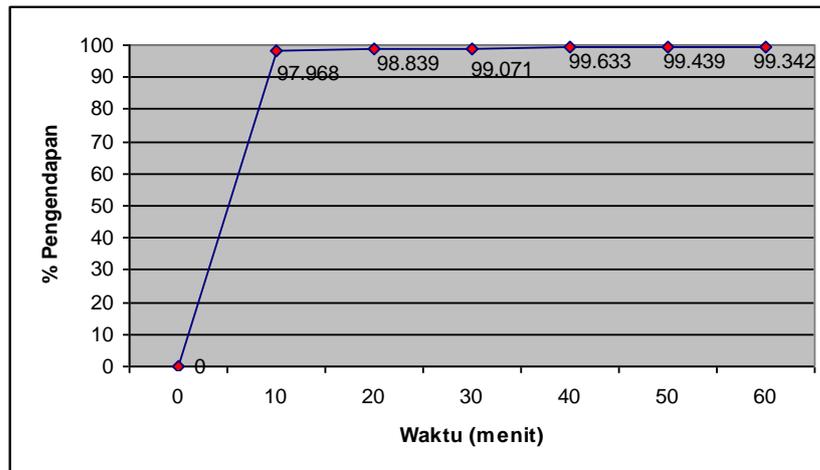
Waktu (Menit)	Cr			Ni		
	C _{sisia} (ppm)	C _{mengendap} (ppm)	% Pengendapan	C _{sisia} (ppm)	C _{mengendap} (ppm)	% Pengendapan
10	3.214	1,889	37.018	0.105	5,061	97.968
20	3.214	1,889	37.018	0.06	5,106	98.839
30	2.888	2,215	43.406	0.048	5,118	99.071
40	2.919	2,184	42.799	0.019	5,147	99.633
50	2.903	2,2	43.112	0.029	5,137	99.439
60	2.779	2,324	45.542	0.034	5,132	99.342

Kromium mengendap paling baik setelah dilakukan pengadukan dan pemanasan selama 60 menit dengan konsentrasi sebesar 2,324 ppm atau sebesar 45,542% dari konsentrasi awal dalam limbah. % Grafik hubungan antara waktu pengendapan dengan % pengendapan Cr dapat dilihat pada gambar 5.



Gambar 5. Grafik Hubungan Antara Waktu Pengendapan Terhadap % Pengendapan Kromium

Nikel mengendap paling baik setelah dilakukan proses pengendapan selama 40 menit dengan jumlah Ni yang mengendap sebanyak 5,147 ppm atau dengan % pengendapan sebesar 99,633%. Grafik hubungan antara waktu pengendapan dengan % pengendapan Ni dapat dilihat pada gambar 6.



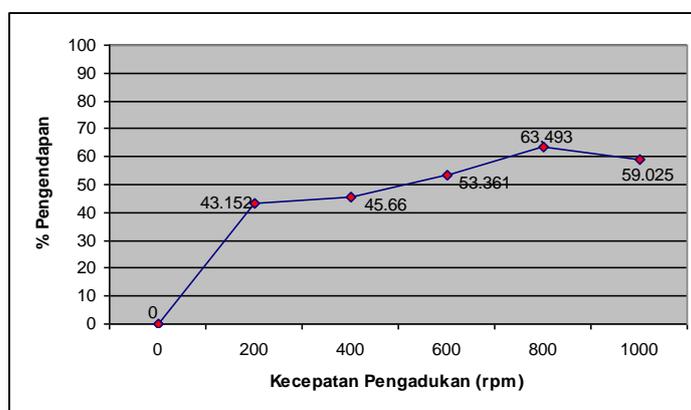
Gambar 6. Grafik Hubungan Antara Waktu Pengendapan Terhadap % Pengendapan Nikel

Optimasi Kecepatan Pengadukan

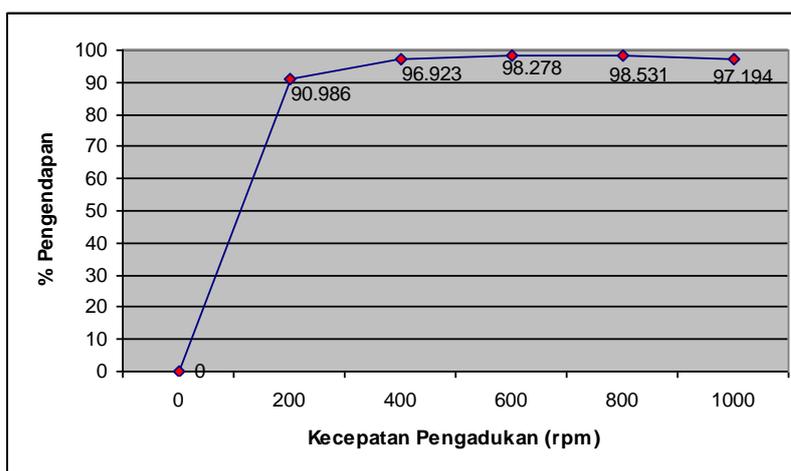
Data hasil penentuan kecepatan pengadukan optimal proses pengendapan terhadap logam berat kromium dan nikel dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Pengamatan Konsentrasi Kromium dan Nikel dalam Filtrat Hasil Pengendapan Hidroksida Secara Bertingkat dengan Variasi Kecepatan Pengadukan

Kec. Pengadukan (rpm)	Cr			Ni		
	C _{sis} (ppm)	C _{mengendap} (ppm)	%Pengendapan	C _{sis} (ppm)	C _{mengendap} (ppm)	%Pengendapan
200	2,901	2,202	43,152	0,46	4,706	90,986
400	2,773	2,33	45,66	0,159	5,007	96,923
600	2,38	2,723	53,361	0,089	5,007	98,278
800	1,863	3,24	63,493	0,075	5,091	98,531
1000	2,091	3,012	59,025	0,145	5,021	97,194



Gambar 7. Grafik Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan Terhadap % Pengendapan Kromium



Gambar 8. Grafik Hubungan Antara Kecepatan Pengadukan Terhadap % Pengendapan Nikel

Pada proses ini Cr mengendap paling baik pada saat dilakukan pengadukan dengan kecepatan sebesar 800 rpm dengan konsentrasi sebesar 3,24

ppm atau dengan % pengendapan sebesar 63,493%. Grafik hubungan antara kecepatan pengadukan dengan % pengendapan Cr dapat dilihat pada gambar 7.

Nikel mengendap paling baik setelah dilakukan proses pengendapan dengan kecepatan pengadukan sebesar 800 rpm dengan konsentrasi sebanyak 5,091 ppm atau dengan % pengendapan sebesar 98,531%. Grafik hubungan antara kecepatan pengadukan dengan % pengendapan Cr dapat dilihat pada gambar 7.

B. Pembahasan

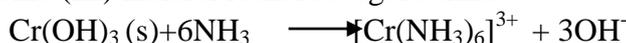
Optimasi pH Pengendapan

Pengendapan hidroksida merupakan cara pemisahan logam-logam berat dengan cara menambahkan ion hidroksi sehingga membentuk endapan hidroksida logam dimana harga hasil kali konsentrasi ion-ionnya melebihi harga hasil kali kelarutan (K_{sp}) senyawa tersebut. Pada proses pengendapan secara hidroksida konsentrasi ion hidroksil memegang peranan yang sangat penting. Hal ini disebabkan karena hasil kali konsentrasi ion hidrogen dan hidroksil adalah konstan ($K_w = 10^{-14}$), dengan demikian pembentukan endapan logam hidroksida tergantung pada pH larutan. Untuk memisahkan logam-logam berat dapat dilakukan pengendapan secara bertingkat dengan memvariasikan perlakuan pH. Pengendapan hidroksida secara bertingkat terhadap limbah cair dengan kandungan logam-logam berat dapat dilakukan dengan cara 100 ml limbah cair dalam gelas beker diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan kecepatan pengadukan konstan sambil ditambahkan larutan amonia 10% secara berlahan-lahan dengan variasi pH : 7; 7,5; 8; 8,5; 9; 9,5; 10; 10,5; dan 11. Kemudian larutan ditambah larutan buffer kemudian disamakan volumenya hingga 200 ml, setelah itu dibiarkan selama 24 jam agar semua endapan yang terbentuk mengendap di permukaan larutan untuk mempermudah penyaringan. Setelah itu filtrat dan endapan disaring menggunakan kertas saring sehingga endapan dan filtrat terpisahkan. Filtrat dianalisis kandungan sisa kromium dan nikel menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

Penggunaan larutan amonia 10% bertujuan untuk memperoleh hasil endapan yang baik serta dapat lebih mudah mengatur pH larutan jika dibandingkan dengan penggunaan ion hidroksi atau reagen lain dengan konsentrasi yang lebih pekat dan variasi pH disini bertujuan untuk mengetahui pH optimum untuk mengendapkan logam-logam berat Cr dan Ni. Pada pH 7 endapan belum terbentuk, endapan baru mulai terbentuk pada pH 7,5 hingga mencapai pengendapan yang maksimum untuk logam berat Cr pada pH 9 dengan terbentuknya endapan kromium(III)hidroksida $[Cr(OH)_3]$ yang berwarna abu-abu melalui reaksi sebagai berikut :



Pada kondisi diatas pH 9, Cr cenderung melarut kembali karena sifat amfoterik yang dimilikinya dengan membentuk senyawa kompleks heksaaminokromat(III) melalui reaksi sebagai berikut :



Hal ini dapat terjadi karena kelebihan reagen pengendap NH_3 yang menyebabkan endapan yang telah terbentuk melarut kembali dengan membentuk senyawa kompleks heksaaminokromat(III). Sedangkan pada saat kondisi pH optimum terjadi reaksi kesetimbangan :



Dengan persamaan tetapan kesetimbangan :

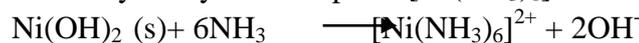
$$K_{sp} \text{Cr(OH)}_3 = [\text{Cr}^{3+}] \times [\text{OH}^-]^3$$

Pada 9 Endapan terbentuk sudah maksimal karena nilai K_{sp} dari senyawa Cr(OH)_3 sebesar 7×10^{-31} dapat dilampaui oleh nilai dari hasil kali ion-ion penyusunnya ($[\text{Cr}^{3+}] \times [\text{OH}^-]^3$) yaitu sebesar $8,064 \times 10^{-19}$ dengan kata lain, pada kondisi tersebut larutan telah lewat jenuh sehingga Cr mengendap maksimal. Pada kondisi dibawah pH 9 memang telah mulai terbentuk endapan namun kurang maksimal karena konsentrasi ion hidroksil lebih sedikit dibandingkan pada pH 9 yang mempengaruhi perhitungan hasil kali ion-ion penyusunnya. Namun Jika penambahan ion hidroksil dilanjutkan yang menyebabkan kenaikan pH justru dapat menyebabkan sebagian endapan melarut kembali sebagai akibat terbentuknya senyawa kompleks.

Nikel mulai mengendap pada pH 7,5 hingga mencapai nilai pengendapan maksimum pada pH 9,5 dengan jumlah nikel yang mengendap sebanyak 5,149 ppm atau dengan nilai % pengendapan sebesar 99,671 % dengan terbentuknya endapan nikel(II)hidroksida Ni(OH)_2 berwarna hijauberdasarkan reaksi :



Pengendapan dapat terjadi karena nilai hasil kali ion-ion penyusun senyawa tersebut ($[\text{Ni}^{2+}] \times [\text{OH}^-]^2$) adalah sebesar $3,257 \times 10^{-18}$ telah dapat melampaui nilai K_{sp} senyawa Ni(OH)_2 tersebut yaitu sebesar $8,7 \times 10^{-19}$. Pada pH diatas 9,5 nikel cenderung melarut kembali karena kelebihan zat pengendap yang menyebabkan terbentuknya senyawa kompleks $[\text{Ni(NH}_3)_6]^{2+}$ berdasarkan reaksi :



Perbedaan kondisi pH optimum antara Cr dan Ni disebabkan karena perbedaan K_{sp} antara Cr(OH)_3 dan Ni(OH)_2 , meskipun keduanya sama-sama mulai mengendap pada pH yang sama namun Cr(OH)_3 dapat lebih dahulu mencapai kondisi kelewat jenuhannya, kondisi dimana hasil kali kelarutan ion-ion penyusunnya mampu melampaui nilai K_{sp} nya dibandingkan dengan senyawa Ni(OH)_2 . Hubungan antara K_{sp} dengan pH adalah dengan perubahan pH maka konsentrasi ion hidroksil juga berubah sehingga mempengaruhi nilai hasil kali kelarutan atau hasil kali ion-ion penyusunnya. Dalam sampel limbah konsentrasi Cr dan Ni adalah tetap, namun dengan variasi pH maka besarnya hasil kali kelarutan dapat berubah sebanding dengan perubahan pH atau dengan konsentrasi ion hidroksil.

Optimasi Suhu Pengendapan

Pada penentuan suhu optimum proses pengendapan logam-logam berat Cr dan Ni dilakukan dengan cara: 100 ml sampel limbah cair dalam gelas beker

diaduk dan dipanaskan menggunakan pengaduk magnetik yang dilengkapi pemanas dengan variasi suhu sebesar 25, 40, 60, 80, dan 100 °C sambil ditambahkan larutan amonia 10% hingga pH optimum yaitu pH 9 untuk Cr dan pH 9,5 untuk Ni. Setelah terbentuk endapan kemudian didiamkan selama 24 jam setelah itu filtrat dan endapan dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring kemudian filtrat hasil penyaringan dianalisis kandungan sisa logam-logam Cr dan Ni menggunakan SSA. Tujuan dilakukannya variasi suhu adalah untuk mengetahui kondisi suhu optimum proses pengendapan logam-logam berat Cr dan Ni.

Dari hasil pengamatan dapat dilihat bahwa dengan kenaikan suhu menunjukkan kecenderungan peningkatan jumlah yang mengendap terhadap logam berat kromium maupun nikel. Pengendapan Cr dan Ni paling baik dilakukan pada saat kondisi suhu 100 °C dengan besarnya konsentrasi pengendapan Cr sebesar 2,567 ppm atau dengan nilai % pengendapan sebesar 50,304 % sedangkan Ni sebesar 5,057 ppm atau dengan nilai % pengendapan sebesar 97,891 %.

Pengaruh perubahan suhu terhadap proses pengendapan adalah dengan bertambahnya suhu reaksi maka kelarutan akan meningkat, hal ini disebabkan karena dengan menaikkan suhu berarti menambah energi sehingga gerakan partikel semakin cepat dan semakin mudah reaktan mencapai ion logam yang ada sehingga reaksi yang berlangsung lebih sempurna. Pada tahap awal pembentukan kristal endapan terjadi pembentukan inti-inti endapan dengan cepat karena energi yang cukup besar yang disebabkan oleh tingginya suhu larutan. Inti-inti ini makin lama makin tumbuh, pada saat inti-inti tersebut tumbuh terbentuk lagi inti-inti baru, karena pertumbuhan inti-inti lama lebih cepat maka kebanyakan ion ditarik oleh inti lama untuk pertumbuhannya sehingga semakin sedikit ion yang tersedia untuk pertumbuhan inti baru sehingga inti tetap sedikit dan ion-ion yang berlebih hanya menumbuhkan inti yang sedikit itu menjadi kristal yang butirannya lebih besar. Semakin banyak endapan dengan bentuk kristal kasar lebih memudahkan dalam proses penyaringan.

Optimasi Waktu Pengendapan

Pada tahap optimasi waktu pengendapan ini dilakukan dengan cara 100 ml sampel limbah cair dalam gelas beker diaduk dan dipanaskan menggunakan pengaduk magnetik yang dilengkapi pemanas dengan suhu optimum 100 °C dan variasi kecepatan pengadukan konstan sambil ditambahkan larutan amonia 10% secara berlahan-lahan hingga pH optimum yaitu pH 9 untuk Cr dan pH 9,5 untuk Ni dengan variasi waktu pengadukan masing-masing selama 10, 20, 30, 45, 50, dan 60 menit. Setelah terbentuk endapan kemudian filtrat dan endapan dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring kemudian filtrat hasil penyaringan dianalisis kandungan sisa logam-logam Cr dan Ni menggunakan SSA

Dalam setiap reaksi pengendapan selalu diperlukan waktu untuk melakukan kontak antara unsur yang diendapkan dengan reagen pengendapnya sehingga pada saat tertentu dapat bereaksi sempurna. Semakin lama waktu pengendapan akan semakin banyak jumlah endapan yang diperoleh karena semakin banyaknya waktu kontak antara zat pengendap dengan ion logam pada larutan. Pada proses pengendapan Cr diperoleh hasil pengendapan paling baik setelah dilakukan proses pengadukan selama 60 menit dengan jumlah Cr yang mengendap sebesar 2,324 ppm atau dengan nilai % pengendapan sebesar 45,542 %. Dari data yang diperoleh menunjukkan semakin lama waktu pengendapan maka semakin besar pula jumlah Cr yang mengendap, hal ini disebabkan karena semakin lama waktu pengadukan maka semakin banyak kontak antara reagen pengendap dengan logam berat Cr sehingga reaksi dapat berlangsung dengan sempurna. Sedangkan untuk penentuan waktu pengendapan optimum Ni menunjukkan waktu optimal proses pengendapan Ni adalah selama 40 menit dengan konsentrasi Ni yang mengendap sebanyak 5,147 ppm atau dengan % pengendapan sebesar 99.633 %. Dari kurva hubungan antara konsentrasi sisa Ni vs waktu pengendapan dapat dilihat semakin banyak waktu yang digunakan semakin berkurang konsentrasi sisa dalam filtrat atau semakin banyak Ni yang mengendap hingga mencapai titik maksimum pada saat 40 menit. Penambahan waktu pengendapan justru berpengaruh terhadap berkurangnya konsentrasi Ni yang mengendap, hal ini disebabkan karena pada tahap pertumbuhan kristal endapan dengan semakin lama waktu pengadukan maka bentuk endapan ukurannya justru menjadi lebih kecil dan halus bahkan dapat membentuk sistem koloid sehingga endapan menjadi sulit untuk disaring dalam proses penyaringan.

Optimasi Kecepatan Pengadukan

Dalam proses pengendapan, kecepatan pengadukan sangat berpengaruh dalam proses reaksi antara ion logam Cr dan Ni dengan reagen pengendap NH_3 . Penentuan kecepatan pengadukan optimum proses pengendapan dapat dilakukan dengan cara 100 ml limbah cair dipanaskan dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik dengan suhu optimum ($80\text{ }^{\circ}\text{C}$) serta dilakukan pengadukan dengan variasi kecepatan pengadukan masing-masing sebesar 200, 400, 600, 800, dan 1000 rpm sambil ditambahkan reagen pengendap amonia secara berlahan-lahan hingga pH optimum yaitu pH 9 untuk pengendapan Cr dan pH 9,5 untuk pengendapan Ni. Setelah terjadi endapan kemudian endapan dan filtrat dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring kemudian filtratnya dianalisis kandungan sisa Cr dan Ni menggunakan SSA. Tujuan dilakukannya variasi kecepatan pengadukan ini adalah untuk mengetahui berapakah kecepatan pengadukan yang paling baik dalam proses pengendapan logam-logam berat kromium dan nikel dalam limbah cair.

Kecepatan pengadukan sangat berpengaruh terhadap kecepatan dan hasil reaksi karena semakin cepat pengadukan maka akan semakin besar jumlah tumbukan antar molekul sehingga makin banyak zat pengendap yang bereaksi

dengan ion logam sehingga reaksi dapat berlangsung lebih cepat serta lebih merata sehingga didapatkan endapan dengan bentuk yang baik. Baik Pada proses pengendapan Cr maupun Ni, endapan paling banyak diperoleh pada saat kecepatan pengadukan sebesar 800 rpm. Dari grafik yang diperoleh dapat dilihat bahwa semakin cepat proses pengadukan menunjukkan kecenderungan semakin banyak pula endapan yang terbentuk hingga mencapai titik maksimum kecepatan pengadukan yaitu pada saat kecepatannya mencapai 800 rpm. Pada kecepatan diatas 800 rpm menunjukkan penurunan besarnya konsentrasi endapan, hal ini dikarenakan flok-flok endapan yang telah terbentuk hancur dan menjadi terlarut kembali karena tumbukan antar partikel yang terlalu keras yang disebabkan oleh kecepatan dan tekanan yang terlalu besar.

Kesimpulan

Hasil penelitian tentang optimasi kondisi proses pengendapan hidroksida logam-logam berat kromium dan nikel dalam limbah cair electroplating secara bertingkat diperoleh hasil sebagai berikut :

1. pH optimum pengendapan logam berat kromium yaitu pada kondisi pH 9 Sedangkan untuk pengendapan logam berat nikel pada pH 9,5
2. Suhu optimum proses pengendapan logam berat kromium yaitu pada suhu 100 °C Sedangkan untuk pengendapan logam berat nikel pada suhu 100 °C
3. Waktu optimum proses pengendapan logam berat kromium yaitu selama 60 menit. Sedangkan untuk pengendapan logam berat nikel selama 40 menit
4. Kecepatan pengadukan optimum proses pengendapan logam berat kromium yaitu sebesar 800 rpm. Sedangkan untuk pengendapan logam berat nikel sebesar 800 rpm.

Daftar Rujukan

- R. A. Day, Jr, A. L. Underwood (1986). *Analisis Kimia Kuantitatif*, edisi kelima. Jakarta : Erlangga
- Lide, D.R. (2002-2003). *Handbook of Chemistry and Physic*. New York : Boca Rator London.
- Kristian H Sugiyarto. (2004). *Kimia Anorganik III*. Yogyakarta : FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Siti Sulastri M, Si. dan Susila Kristianingrum M, Si. (2003). *Kimia Analisis Instrumen*. Yogyakarta: FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Heryando Palar. (1994). *Pencemaran & toksikologi logam berat*. Jakarta : PT.Rineka Cipta
- Harrizal Rivai. (1995). *Asas Pemeriksaan Kimia*. Jakarta : Universitas Indonesia
- S. M. Khopkar. (2002). *Konsep Dasar Kimia Analit*. Jakarta : Universitas Indonesia
- Segal, B. G. (1980). *Chemistri Eypirement and Theory 2ndEedition*. New York : Boca Rator London.

- Evi. A, Sri. W, Agustini. R. (2004). *Perolehan Kembali Cu dari LimbahElektroplating Menggunakan Reaktor Unggun Terfluidasi*. Vol 6. Jawa Barat : Universitas Pasundan.
- Sahat. M. Panggabean. (2000). *Pengambilan kembali logam berat seng dari air limbah industri*. Yogyakarta : BATAN
- Ahmad Shoiful. (2005). *Adsorpsi Logam Berat Krom dalam Limbah Cair Elektroplating Menggunakan Zeolit*. Yogyakarta : BATAN
- Dani. G. S, Saeful. H, Deni Juanda. A. S, Efrizon. U. (1993) *Pengaruh Suhu Pemanasan dan Tingkat Perolan Terhadap Kecepatan Pertumbuhan Butir dan Pengintian Zirkaloy-4*. Yogyakarta : BATAN
- Indra Suryawan dan Kasilani. N. (1997). *Kajian reaksi campuran torium dan uranil nitrat dengan pereaksi ammonium hidroksida*. Yogyakarta : BATAN
- Lailatul Hasanah (2007). *Optimasi Proses Pembuatan Oksida Logam Tanah Jarang dari Pasir Senotim dan Analisis Produk dengan Spektrometer Pendar Sinar-X*. Yogyakarta : FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta.
- Roekmijati. W. S, Praswasti. P. D. K, dan Yulianti. (2006) *Presipitasi bertahap logam berat limbah cair industry pelapisan logam menggunakan larutan soda kaustik*. Jakarta : Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- Sukarman Amijoyo. (1981). *Pengaruh pH Final dan Waktu Kontak pada Sifat-Sifat Ammonium Diuranat*. Yogyakarta : BATAN
- Svehla, Ph.D. , D.Sc. , F. R. I. C (1985). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro Dan Semi Makro*. Edisi ke Lima Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka
- W. Harjadi. (1990). *Ilmu Kimia analitik Dasar*. Jakarta : PT Gramedia