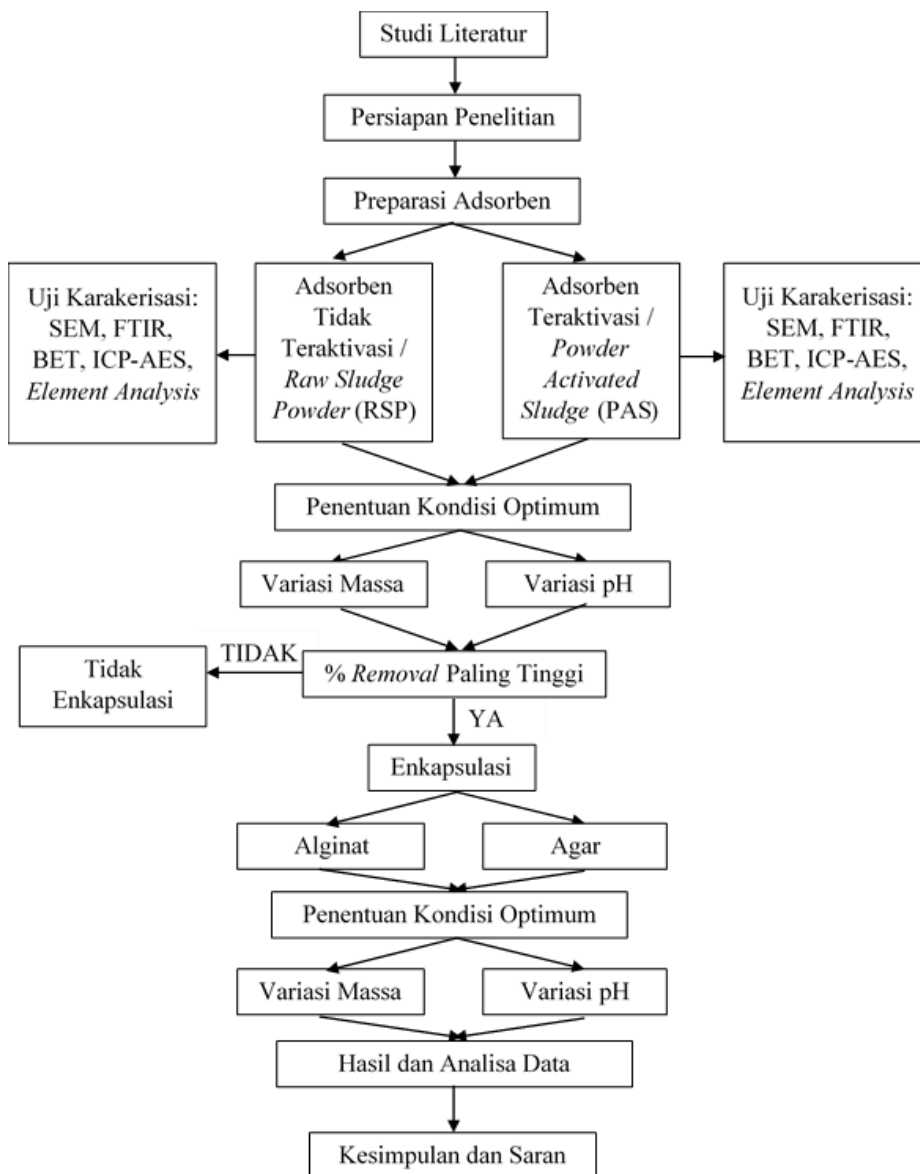


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Secara umum, alur penelitian akan ditampilkan dalam bentuk diagram alir pada Gambar 3.1 sebagai berikut:



Gambar 3.1 Diagram Alir Metode Penelitian

3.2 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada tiga tempat yakni penelitian proses adsorpsi dilakukan di Laboratorium Kualitas Air, Jurusan Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Universitas Islam Indonesia dan penelitian karakteristik adsorben (SEM, BET, ICP-AES, *Element Analysis*) di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation, Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University, Japan*, serta penelitian karakteristik adsorben FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis, Jurusan Ilmu Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Alam.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *Orbital Shaker Rotator* tipe VRN-360 (GEMMY), neraca analitik tipe *Adventurer™ Pro* (Ohaus), *pH indicator strip* (MERCK), *pH meter digital Lutron type PH-201*, Spektrofotometer UV 1601 (SHIMADZU), kertas saring No 1442-110 (WHATMAN™), *glass ware* (PYREX), alu keramik, *shieve shaker*, FT-IR (NICOLET AVATAR 360 IR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) JEOL JSM-7610F, BET (*Surface Area Analyzer* (SAA) BELSORP-mini. BEL Japan Inc., Osaka Jepang), ICP-AES (ICPE-9000 Shimadzu *Plasma Atomic E Mission Spectrophotometer*), *Elemental Analyzer* (MICRO CORDER JM10, J. Science Lab, Co., Kyoto, Jepang) untuk kandungan C, H, O, N, dan partikulat dalam adsorben.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yakni, lumpur PDAM Tirta Binangun, *methylene blue* (C152015) merk millipore dari Merk Co, asam fosfat H_3PO_4 (MERCK), *sodium alginate*, natrium hidroksida NaOH (MERCK), asam nitrat HNO_3 (MERCK), kalsium diklorida $CaCl_2 \cdot H_2O$ (MERCK), agar *food grade* (SWALLOW), *aquadest*.

3.4 Subjek dan Objek Penelitian

Subjek penelitian adalah adsorben dari lumpur PDAM Tirta Binangun Yogyakarta dan asam fosfat sedangkan objek penelitian adalah pewarna tekstil *methylene blue*/ metilen biru (MB).

3.5 Variabel Penelitian

a. Variabel bebas meliputi:

1. Berat adsorben 50, 100, 200, 300, 400 mg per 50 ml larutan MB.
2. Kondisi pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, dan 9.
3. Waktu kontak optimum 15, 30, 60, 90, 120 menit.
4. Konsentrasi zat pewarna 150, 300, 400, 800, dan 1000 ppm.
5. Waktu kontak enkapsulasi 1, 2, 4, 6, 12, 24 jam.

b. Variabel terikat meliputi:

1. Adsorben terbuat dari lumpur PDAM Tirta Binangun Yogyakarta.
2. Konsentrasi asam fosfat sebesar 1 M dengan kuantitas 4 ml tiap 1 g adsorben, berdasarkan penelitian sebelumnya (Siwoyo,2014).
3. Volume larutan pewarna *Methylene Blue* 50 ml.
4. Penelitian menggunakan metode *batch*.
5. *Modeling isotherm* menggunakan *Langmuir* dan *Freundlich*.

3.6 Metode Penelitian

Penelitian adsorpsi dilakukan dengan metode *batch*, dimana pengujian sampel hasil adsorpsi akan diuji dengan menggunakan metode spektrofotometri yang mengacu pada SNI 6989.80:2011.

3.6.1 Preparasi Adsorben

Lumpur hasil pengolahan PDAM dibersihkan terlebih dahulu untuk menghilangkan kotoran dan partikel lain yang tidak diinginkan. Pembersihan dilakukan menggunakan air kran, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu

100 °C. Proses selanjutnya, *sludge* digerus hingga menjadi bubuk atau *powder* dengan menggunakan alu keramik, untuk mendapatkan ukuran 140 *mesh* bubuk lumpur tersebut harus diayak dengan *sieve shaker* dan dilanjutkan pada tahap karakterisasi menggunakan SEM, FTIR, BET, ICP- AES, dan *Element Analysis*



Gambar 3.2 Lumpur Hasil Pengolahan Air PDAM Tirta Binangun Yogyakarta
(Sumber: Data primer, 2016)

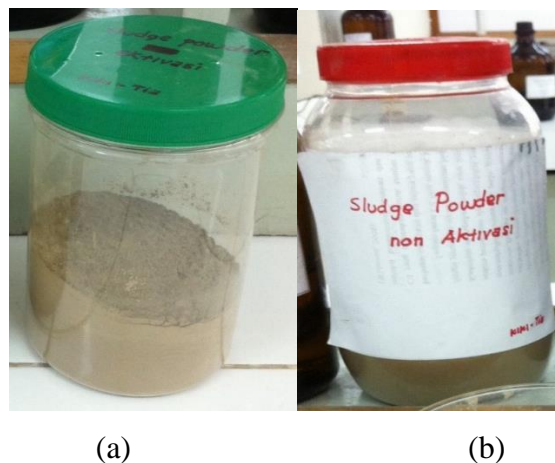
3.6.2 Aktivasi Adsorben

Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya, adsorben tersebut diaktivasi dengan asam fosfat (H_3PO_4) dengan dosis 400 ml asam fosfat untuk 1 g *sludge powder* dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 30 menit. Untuk menetralisasi *sludge powder* yang bersifat asam *sludge* dicuci dengan aquadest hingga memiliki pH netral 7. Namun, pada penelitian ini pencucian dilakukan hingga pH 5,5 karena nilai pH tidak bertambah walaupun telah dilakukan pencucian berulang kali.



Gambar 3.3 Proses Aktivasi Dengan Asam Fosfat 1M
(Sumber: Data primer, 2016)

Pada proses aktivasi, gugus fungsi dari agen aktivator tidak semuanya dapat berikatan dengan gugus yang terkandung pada adsorben sehingga sebagian gugus tersebut akan menempel pada permukaan adsorben. Adanya pencucian dengan menggunakan aquades bertujuan untuk membersihkan gugus agen aktivator yang menempel pada adsorben sehingga pada proses adsorpsi hanya dilakukan oleh adsorben serta data yang diperoleh tidak menjadi bias (Hasan, 2013). Setelah proses ini adsorben dikeringkan dan digerus menjadi bubuk untuk digunakan sebagai adsorben serta dilakukan pengujian untuk mengetahui karakterisasinya dengan menggunakan SEM, FTIR, BET, ICP-AES, dan *Element Analysis*.



Gambar 3.4 Adsorben (a) *Powder Activated Sludge* (PAS); (b) *Raw Sludge Powder* (RSP)

(Sumber: Data primer, 2016)

3.6.3 Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui kandungan unsur yang terkandung dalam adsorben dan ciri-cirinya dari segi fisik. Adsorben yang diujikan untuk mengetahui karakteristiknya adalah *sludge powder* yang teraktivasi dan tidak teraktivasi. Pada pengujian ini akan dilakukan lima pengujian yakni SEM, FTIR, BET, ICP-AES dan *Element Analysis*.

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan untuk mengetahui secara jelas tampak permukaan adsorben dengan gambar perbesaran. Pada penelitian ini pengujian dilakukan di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation*,

Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University, Japan menggunakan instrumen JEOL JSM-7610F dengan perbesaran 15.000 kali.

FT-IR (*Fourier Transform Infra-Red*) dilakukan guna mengetahui gugus fungsi yang terkandung dalam partikel adsorben dan hasil pembacaannya diidentifikasi ada tidaknya penemuan gugus fungsi baru serta kandungan gugus fungsi yang paling banyak. Pada penelitian ini, pengujian dilakukan di Laboratorium Fakultas Matematika dan Ilmu Alam (MIPA), UII, Yogyakarta menggunakan instrumen NICOLET AVATAR 360 IR.

BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) merupakan pengujian karakterisasi adsorben yang bertujuan untuk mengetahui ukuran luas permukaan adsorben dan pori-porinya. Pengujian BET dilakukan di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation, Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University, Japan* menggunakan instrumen *Surface Area Analyzer (SAA) BELSORP-mini*. BEL Japan Inc., Osaka Jepang.

Elemental analysis dilakukan untuk mengetahui kandungan logam yang terdapat dalam adsorben. Pengujian dilakukan di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation, Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University, Japan* menggunakan instrumen *Elemental Analyzer (MICRO CORDER JM10, J. Science Lab, Co., Kyoto, Jepang)* untuk kandungan C, H, O, N, dan partikulat dalam adsorben.

ICP-AES (*Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrofotometry*) adalah jenis spektroskopi emisi yang digunakan untuk mengidentifikasi kandungan logam berat pada sampel yang diuji (Melville dkk, 2014). Pengujian ICP-AES dilakukan di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation, Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University, Japan* menggunakan ICP-AES (*ICPE-9000 Shimadzu Plasma Atomic E Mission Spectrophotometer*).

3.6.4 Pembacaan Sampel

Sampel yang telah dilakukan proses adsorpsi kemudian dibaca mengacu pada SNI 6989.80:2011 dengan metode spektrofotometri dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 655 nm (Weng & Pan, 2006). Pembacaan sampel

dilakukan setelah membuat kurva standar yang dibuat dari 6 konsentrasi MB yakni 2 mg/L; 3 mg/L; 4 mg/L; 5 mg/L; 6 mg/L; dan 7 mg/L.

3.6.5 Penentuan Massa Optimum

Penentuan massa optimum dilakukan dengan menginteraksikan adsorben kedalam larutan MB dengan konsentrasi 300 ppm sebanyak 50 ml pada erlenmeyer 100 ml. Variasi penambahan adsorben sesuai dengan variabel bebas yang telah ditentukan sebelumnya. Adsorben yang ditambahkan dalam proses ini yakni 50, 100, 200, 300, dan 400 mg. Proses adsorpsi dilakukan dengan metode *batch* yang diaduk dengan menggunakan *orbital shaker* pada kecepatan 150 rpm selama 2 jam dengan pH awal 6.



Gambar 3.5 Hasil Pengujian Proses Adsorpsi Variasi Massa.

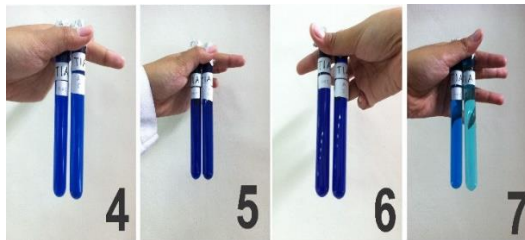
(Sumber: Data primer, 2016)

3.6.6 Penentuan pH Optimum

Penentuan pH dilakukan pada pH 2-9, dimana pengkondisian nilai pH menggunakan larutan HNO_3 0,01 M dan NaOH 0,01 M. Untuk penambahan massa adsorben pada pengujian ini sebesar 200 mg. Selain itu, larutan MB yang digunakan sebanyak 50 ml dengan konsentrasi 300 ppm.



(a)



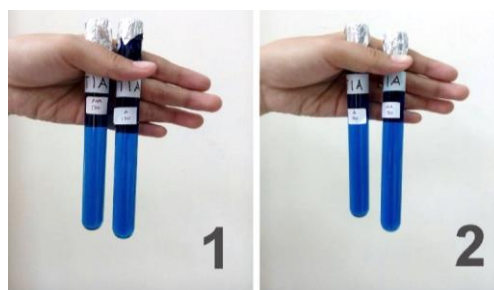
(b)

Gambar 3.6 Hasil Pengujian Adsorpsi Variasi pH (a) 1) pH 3; 2) pH 4; 3) pH 5, (b) 4) pH 6; 5) pH 7; 6) pH 8; 7) pH 9.

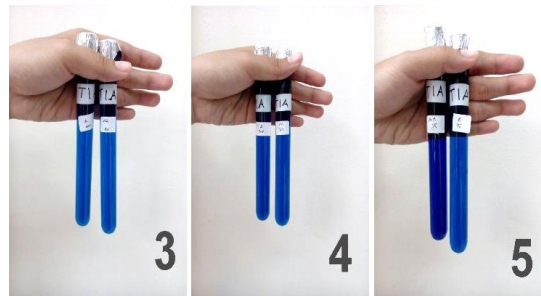
(Sumber: Data primer, 2016)

3.6.7 Penentuan Waktu Optimum

Penentuan waktu optimum dilakukan dengan menginteraksikan 200 mg adsorben kedalam 50 ml larutan MB dengan konsentrasi 300 ppm. Namun, pada pengujian ini terdapat variasi pengadukan (PAS & RSP) yakni menjadi 15, 30, 60, 90, dan 120 menit dan nilai pH terkontrol besarnya 7. Sedangkan variasi waktu pengadukan pada adsorben yang terenkapsulasi (PAS-AG & PAS-AR) adalah 1, 2, 4, 6, 12 dan 24 jam.



(a)



(b)

Gambar 3.7 Hasil Pengujian Adsorpsi Variasi Waktu Adsorben PAS & RSP (a) 1) 120 menit; 2) 90 menit, (b) 3) 60 menit; 4) 30 menit; 5) 15 menit.

(Sumber: Data primer, 2016)

3.6.8 Penentuan Konsentrasi Optimum

Penentuan konsentrasi optimum dilakukan dengan menginteraksikan 200 mg kedalam erlenmeyer 100 ml yang berisi 5 variasi larutan MB dengan konsentrasi yang berbeda yakni 150, 300, 400, 800, dan 1000 ppm sebanyak 50 ml. proses adsorpsi dilakukan dengan metode *batch* dan diaduk selama 2 jam dengan menggunakan *orbital shaker* pada kecepatan 150 rpm.



Gambar 3.8 Hasil Pengujian Adsorpsi Variasi Konsentrasi 1) 400 ppm; 2) 300 ppm, 3) 150 ppm.

(Sumber: Data primer, 2016)

3.6.9 Enkapsulasi *Alginate Gel*

Proses enkapsulasi *alginate gel* terlebih dahulu dilakukan dengan mencampurkan larutan *alginate gel* 3% dengan *sludge powder* teraktivasi sebanyak

2 g (Siswoyo, 2014). Larutan ini diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam kemudian ditetaskan kedalam larutan CaCl 10 %. Butiran yang terbentuk dicuci dengan menggunakan aquades untuk menghilangkan senyawa CaCl yang tidak berikatan di permukaan butiran (Hasan, 2013), kemudian butiran dioven selama ± 2 jam pada suhu 80 °C.



Gambar 3.9 *Alginate Beads*

(Sumber: Data primer, 2016)

3.6.10 Enkapsulasi Agar

Enkapsulasi agar dilakukan dengan mencampurkan 1 g agar dan 2,5 g adsorben yang teraktivasi kedalam 40 ml aquades yang sudah mendidih. Larutan yang telah tercampur kemudian dituang ke sebuah wadah. Untuk memperbesar luasan permukaan adsorben yang terenkapsulasi agar, dilakukan pemotongan terlebih dahulu dengan ukuran 2 mm x 2 mm dan dikeringkan dalam oven selama ± 6 jam pada suhu 50 °C.



Gambar 3.10 *Agar Beads*

(Sumber: *Data primer, 2016*)

3.7 Metode Pengumpulan

Penelitian ini dilakukan untuk mencari konsentrasi larutan MB yang tersisa dari proses adsorpsi pada setiap variasi kondisi dengan menggunakan adsorben *sludge powder* teraktivasi, tidak teraktivasi, terenkapsulasi *alginate gel* maupun agar. Larutan yang telah dilakukan proses adsorpsi akan diuji dengan metode spektrofotometri dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 655 nm. Hasil dari data masing-masing variasi tersebut kemudian akan diolah untuk mengetahui seberapa persentase *removal*-nya dan diplotkan dalam bentuk grafik. Dari grafik tersebut dapat diketahui kondisi optimum setiap variasinya.

3.8 Metode Analisis Data

Data yang telah terkumpul akan dianalisis dengan menggunakan persamaan isoterm *langmuir* dan *freundlich*. Setelah itu, akan dibandingkan isoterm yang paling sesuai dengan proses adsorpsi pada penelitian ini.