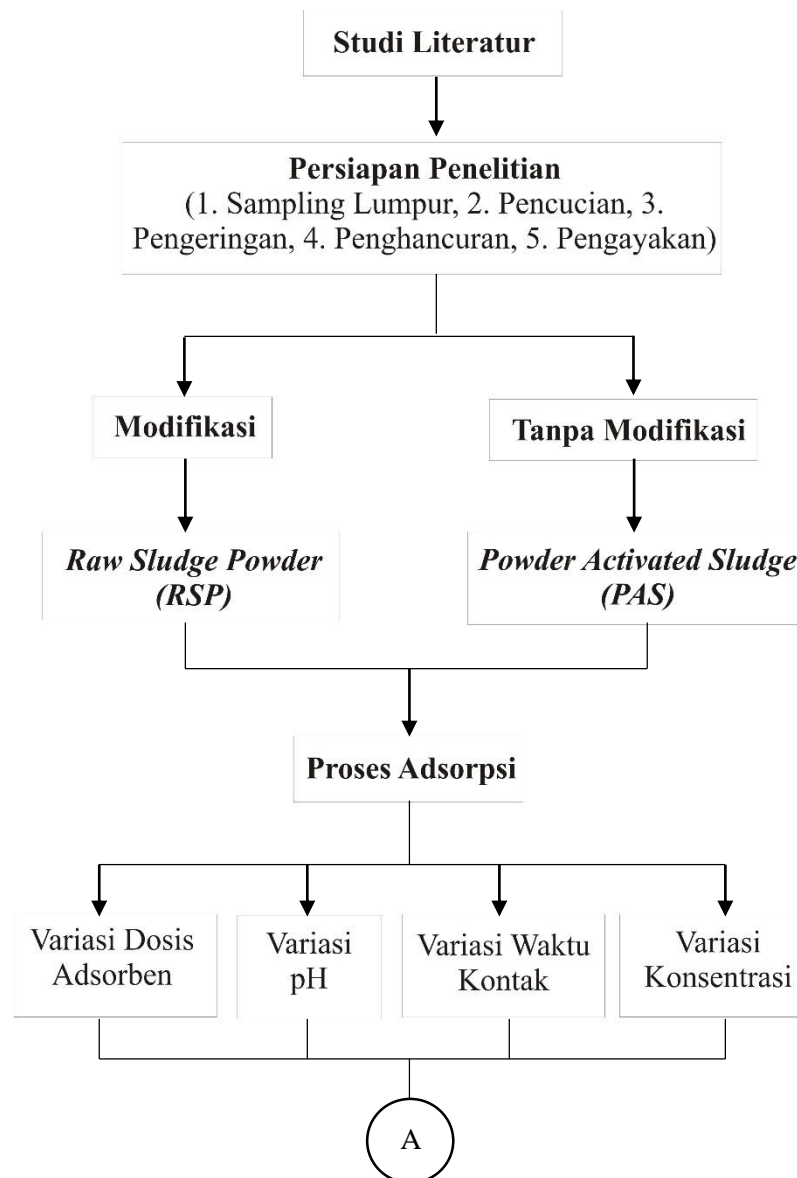


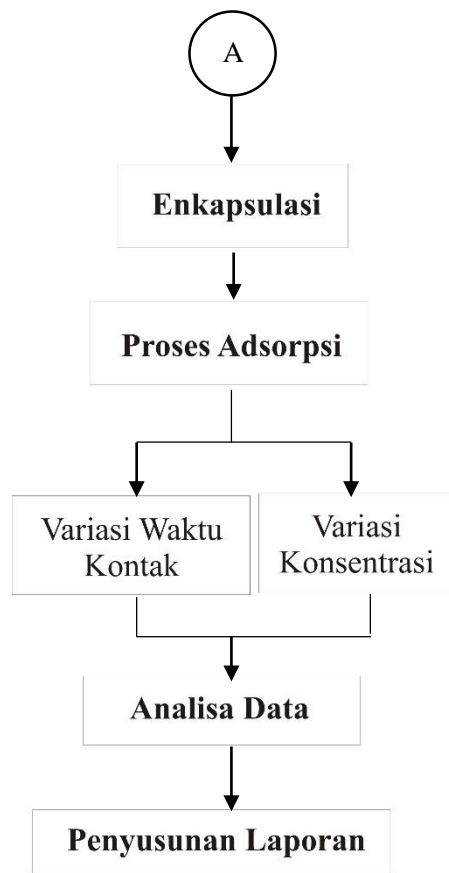
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Metode penelitian secara umum tentang pemanfaatan lumpur PDAM Tirta Binangun sebagai adsorben penyerap ion logam Kadmium (Cd^{2+}) dijelaskan melalui Gambar 3.1.





Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.2 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia. Karakterisasi menggunakan SEM, ICP-AES, *Elemental Analyzer* dan BET dilakukan di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation, Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University, Japan*, sedangkan karakterisasi FTIR dilakukan di Laboratorium Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Orbital Shaker K Model VRN-360*, Neraca Analitik Ohaus Adventure Pro AV264C USA, beaker gelas PIREX, karet hisap, stopwatch, spatula, oven, *filter papers* Whatman 42 Diameter

125 mm CAT No. 1442-125, pH *Universal Indicator* MColorpHast, pH meter Lutron PH-291, pipet tetes, pipet volume, Spektrofotometer Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometry*, AAS) A GBC 6840, *Elemental Analyzer* (MICRO CORDER JM10 J-Science Lb Co., Kyoto, Jepang), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), BET (SAA BELSORP-mini, BEL Japan Inc., Osaka Jepang), ICP-AES (ICPE-9000 Shimadzu Plasma Atomic Emission Spectrophotometer) dan FTIR (NICOLET AVATAR 360 IR).

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah lumpur PDAM Tirta Binangun, Sodium Alginate (Sigma Aldrich), Agar (*Food Grade*), kalsium diklorida dihidrat ($\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) Merck, asam fosfat H_3PO_4 1 M, $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (Merck), dan aquades.

3.4 Variabel

Variabel penelitian ini meliputi variabel tetap dan variabel bebas, yaitu :

3.4.1 Variabel tetap :

1. Adsorben Lumpur PDAM Tirta Binangun
2. Aktivasi menggunakan H_3PO_4 1 M dengan perbandingan 4 ml H_3PO_4 1 M untuk 1 gram adsorben, berdasarkan penelitian sebelumnya (Siswoyo, 2014).

3.4.2 Variabel bebas :

1. Dosis adsorben : 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, dan 400 mg
2. Waktu Kontak : 15, 30, 60, 90 dan 120 menit
3. pH : 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8
4. Konsentrasi : 10 ppm, 25 ppm, 50 ppm, 75 ppm, 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm dan 250 ppm.

3.5 Penelitian

3.5.1 Preparasi Adsorben *Raw Sludge Powder* (RSP)

Adsorben yang digunakan yaitu lumpur yang diambil dari hasil pengolahan air minum di PDAM Tirta Binangun. Preparasi adsorben dimulai dari

mempersiapkan lumpur PDAM terlebih dahulu, kemudian membilas lumpur menggunakan air kran untuk menghilangkan pengotor seperti kerikil. Kondisi lumpur yang masih banyak mengandung air disaring untuk menghilangkan air dan mempercepat proses pengeringan. Pengeringan dilakukan dengan cara dijemur dibawah sinar matahari dan menggunakan oven pada suhu 90°C. Lumpur yang sudah kering kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan nomor 140.



(a)



(b)

Gambar 3.2 (a) Lumpur PDAM Tirta Binangun (b) Proses Pengeringan Lumpur

(Sumber : Data Primer, 2016)



(a)

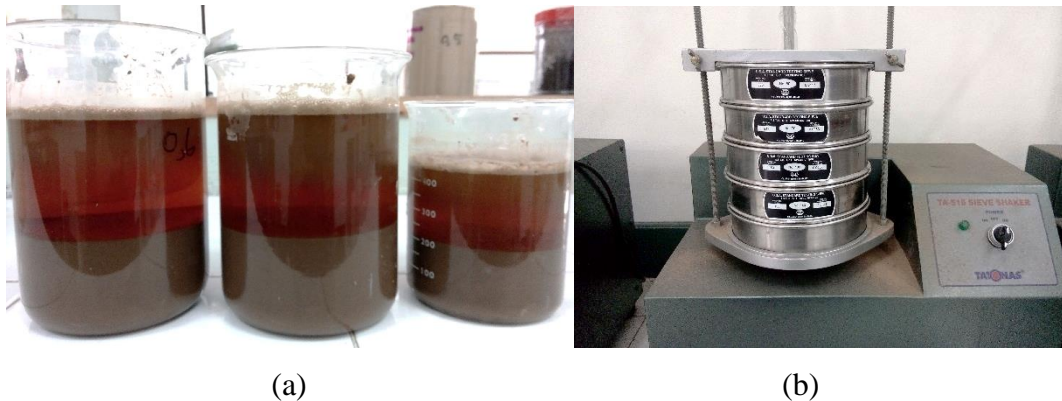
(b)

Gambar 3.3 (a) Pengayakan Menggunakan Saringan 140 mesh dan (b) Adsorben RSP

(Sumber : Data Primer, 2016)

3.5.2 Preparasi Adsorben *Powder Activated Sludge* (PAS)

Raw *Sludge Powder* (RSP) dimodifikasi menggunakan asam fosfat (H_3PO_4) 1 M dengan mempersiapkan adsorben RSP dan asam fosfat (H_3PO_4). Proses modifikasi dilakukan dengan perbandingan 1 gram adsorben : 4 ml H_3PO_4 1 M. Merendam adsorben dalam asam fosfat selama 24 jam kemudian dipanaskan menggunakan oven dengan suhu 100°C selama 30 menit. Setelah dipanaskan, adsorben PAS dinetralkan menggunakan aquades hingga kondisi pH netral (5,5 sampai 7). Adsorben PAS yang telah berada pada kondisi netral dikeringkan dengan suhu 100°C , kemudian dihaluskan menggunakan ayakan nomor 140.



Gambar 3.4 (a) Aktivasi Adsorben Menggunakan fosfat (H_3PO_4) 1 M, (b) Pengayakan Menggunakan Ayakan 140 mesh
(Sumber : Data Primer, 2016)



(c)

Gambar 3.5 Adsorben PAS
(Sumber : Data Primer, 2016)

3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Logam Kadmium (Cd^{2+})

Pembuatan larutan standar logam Kadmium (Cd^{2+}) mengacu pada SNI 6989.16:2009 tentang Cara Uji Kadmium (Cd^{2+}) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-nyala.

3.5.4 Proses Adsorpsi

Pada penelitian ini proses adsorpsi dilakukan dengan menggunakan sistem *batch* reaktor. Untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dan kondisi optimum dari

proses adsorpsi, maka terdapat beberapa parameter yang dianalisis yaitu massa adsorben, pH larutan, waktu adsorpsi, dan konsentrasi Cd. Penelitian ini dilaksanakan untuk membandingkan efektifitas penyerapan ion logam kadmium menggunakan adsorben RSP dan PAS. Diantara adsorben tersebut yang mempunyai kemampuan penyerapan ion kadmium lebih tinggi dienkapsulasi menggunakan *Alginate Gel* dan Agar kemudian dilakukan pengujian adsorpsi untuk menyerap ion logam kadmium.

3.5.4.1 Uji Adsorpsi menggunakan adsorben *Sludge Powder* Non Enkapsulasi

Pengujian adsorben RSP non enkapsulasi dilakukan pada adsorben RSP maupun adsorben PAS. Variasi pengujian yang dilakukan diantaranya variasi massa adsorben, pH, waktu kontak, dan variasi konsentrasi kadmium.

a. Variasi Massa Adsorben

Variasi massa adsorben yang digunakan untuk proses adsorpsi diantaranya 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, dan 400 mg. Larutan kadmium dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 50 ml diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan orbital shaker, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS. Massa adsorben yang menghasilkan konsentrasi optimum digunakan untuk pengujian variasi pH.

b. Variasi pH

Massa adsorben optimum digunakan untuk menguji kapasitas adsorpsi dengan berbagai kondisi pH, dengan variasi diantaranya pH 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8. Digunakan larutan NaOH 0,1 N dan HNO₃ 0,1 N untuk mengatur pH sesuai dengan kondisi pH yang diinginkan. Larutan kadmium dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 50 ml diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan orbital shaker, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS. Kondisi pH yang menghasilkan penyerapan optimum digunakan untuk pengujian selanjutnya.

c. Variasi Waktu Kontak

Waktu kontak optimum diuji dengan variasi waktu 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Larutan kadmium dengan konsentrasi 10 ppm sebanyak 50 ml diaduk dengan

kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan orbital shaker, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS.

d. Variasi Konsentrasi Kadmium

Setelah didapatkan massa, dan pH, maka data dari variasi tersebut digunakan untuk menentukan kemampuan lumpur dalam menyerap ion logam Cd. Variasi konsentrasi kadmium yang digunakan dalam pengujian diantaranya 10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, dan 250 ppm. Larutan kadmium sebanyak 50 ml diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan orbital shaker, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS.

3.5.4.2 Uji Adsorpsi menggunakan adsorben yang dienkapsulasi dengan *Alginate Gel*

a. Pembuatan Larutan Alginate 3 %

Larutan alginat di buat terlebih dahulu sebelum adsorben dengan sodium alginat dienkapsulasi. Pembuatan larutan alginat 3% dilakukan dengan melarutkan 1,8 g sodium alginate dengan aquades sebanyak 60 ml kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer hingga homogen. Setelah larutan sodium alginate benar-benar homogen, larutan siap dipakai dan dapat disimpan di dalam lemari pendingin.

b. Pembuatan Adsorben yang dienkapsulasi dengan *Alginate Gel* (SP-AG)

Teknik enkapsulasi mengacu pada penelitian sebelumnya (Vipin dkk, 2013) yang berjudul *Prussian blue caged in alginate/calcium beads as adsorbents for removal of cesium ions from contaminated water*. Adsorben dan larutan sodium alginat yang digunakan masing-masing sebanyak 4 gram dan 60 ml. Adsorben dan larutan sodium alginate dicampurkan hingga homogen kemudian meneteskan larutan SP-AG ke dalam larutan kalsium klorida dan didiamkan selama kurang lebih 30 menit. Setelah itu larutan dibilas menggunakan aquades dan bulir SP-AG siap untuk digunakan pengujian.

c. Menentukan Efisiensi Kemampuan Adsorpsi dengan Variasi Konsentrasi Kadmium (Cd)

Setelah didapatkan massa dan pH optimum, kemampuan adsorben yang dienkapsulasi menggunakan sodium alginate gel diuji menggunakan berbagai variasi konsentrasi kadmium. Variasi konsentrasi kadmium yang digunakan dalam pengujian diantaranya 10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, dan 250 ppm. Larutan kadmium sebanyak 50 ml diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam menggunakan orbital shaker, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS.

3.5.4.3 Uji Adsorpsi menggunakan adsorben *Sludge Powder* yang dienkapsulasi dengan Agar (SP-AR)

a. Pembuatan Adsorben *Sludge Powder* dengan penambahan Agar

Prinsip kerja teknik enkapsulasi dengan menggunakan agar mengacu pada penelitian sebelumnya (Siswoyo dkk, 2014a) yang berjudul *Agar-encapsulated adsorbent based on leaf of platanus sp to adsorb cadmium ion in water*. Dosis perbandingan antara agar dan adsorben adalah 2,5 : 1. Dimana 2,5 g adsorben ditambahkan 1 g Agar. Agar sebanyak 1 gram dicampur dengan aquades sebanyak 40 ml kemudian dipanaskan hingga mendidih sambil diaduk sehingga larutan agar menjadi homogen. Setelah larutan agar homogen dan mendidih, *Sludge Powder* sebanyak 2,5 gram dimasukkan ke dalam larutan agar dan diaduk hingga tercampur merata. Menuang larutan SP-AR ke dalam cetakan dan didiamkan hingga memadat. Langkah selanjutnya yaitu memotong padatan SP-AR dengan ukuran 2 mm x 2 mm x 2 mm, kemudian dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 55° C hingga mengering.

b. Menentukan Efisiensi Kemampuan Adsorpsi dengan Variasi Konsentrasi Kadmium (Cd)

Setelah didapatkan massa dan pH optimum, kemampuan adsorben yang dienkapsulasi menggunakan Agar diuji menggunakan berbagai variasi konsentrasi kadmium. Variasi konsentrasi kadmium yang digunakan dalam pengujian diantaranya 10, 25, 50, 75, 100, 150, 200, dan 250 ppm. Larutan kadmium sebanyak 50 ml diaduk dengan kecepatan 150 rpm selama 2 jam

menggunakan orbital shaker, kemudian konsentrasi akhir diuji dengan menggunakan AAS.

3.6 Metode Pengumpulan dan Pengolahan Data

Metode penelitian ini terdiri dari dua tahap yaitu metode pengumpulan data dan pengolahan data. Metode pengumpulan data didapat dari pengujian laboratorium yaitu dengan pengujian variasi masa adsorben, derajat keasaman (pH), waktu kontak, konsentrasi kadmium, dan pengujian konsentrasi menggunakan adsorben yang dienkapsulasi menggunakan agar dan alginate gel. Pengujian konsentrasi dilakukan menggunakan AAS GBC 6840. Metode pengolahan data didapat dengan dilakukan penentuan isoterm menggunakan isoterm Freundlich dan Langmuir.