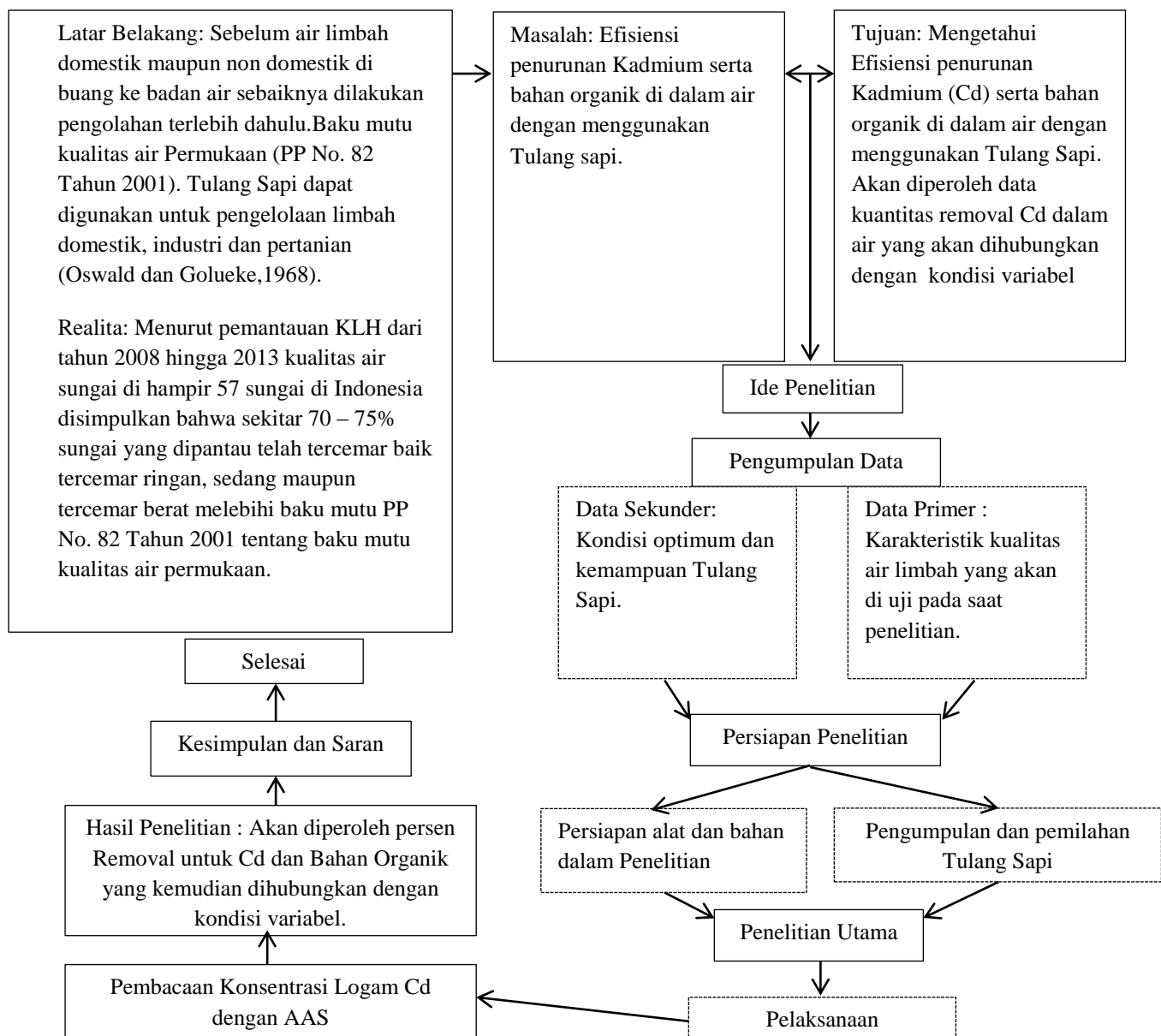


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Kerangka Penelitian

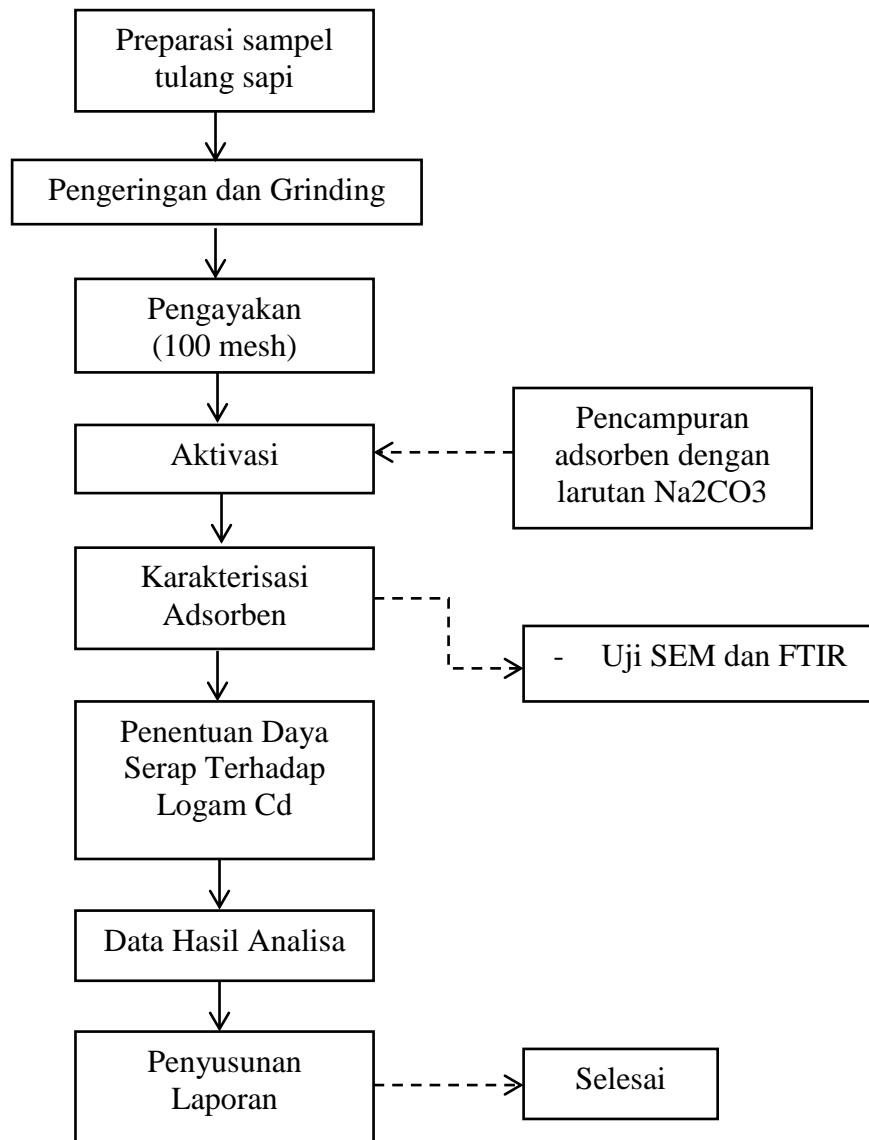
Kerangka penelitian secara umum dijelaskan dalam diagram pada Gambar 3.1 berikut ini;



Gambar 3.1 Diagram Kerangka Penelitian

3.2 Diagram Alir Penelitian

Tahapan penelitian secara umum tentang pemanfaatan limbah tulang sapi sebagai adsorben untuk menyerap logam Cd dijelaskan dalam diagram pada Gambar 3.2. berikut ini :



Gambar 3.2 Diagram Alir Penelitian

3.3 Lokasi Penelitian

Lokasi penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan Universitas Islam Indonesia.

3.4 Subjek dan Objek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah adsorben dari limbah tulang sapi yang diaktifasi menggunakan larutan Na_2CO_3 . Adapun objek penelitian adalah efisiensi penurunan logam Cd oleh adsorben tulang sapi.

3.5 Variabel Penelitian

Penelitian ini mempunyai 2 variabel, yaitu variabel tetap dan variabel bebas, yang meliputi :

A. Variabel tetap :

1. Adsorben Limbah Tulang Sapi
2. Aktivasi menggunakan larutan Na_2CO_3

B. Variabel bebas :

1. Dosis adsorben : 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg & 400 mg
2. Waktu kontak : 15, 30, 60, 90 dan 120 menit
3. pH : 4, 5, 6, 7, 8, dan 9
4. Konsentrasi Larutan : 100 ppm, 150 ppm, 200 ppm, 250 ppm, 300 ppm, dan 400 ppm

3.6 Alat dan Bahan

3.6.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi :

- Spektrofotometer Serapan Atom - SEM
- Beaker gelas 500 ml - FTIR
- Beaker gelas 1000 ml - Gelas Ukur 1000 ml

- Pipet ukur
- Pipet tetes
- Corong gelas
- Erlenmeyer
- Oven
- Kertas saring
- Neraca analitik
- Orbital Shaker
- Kertas Lakmus
- Stopwatch
- Karet Hisap
- Tabung Reaksi
- Sendok
- Ayakan 100 mesh
- pH Universal

3.6.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya :

1. Tulang Sapi
2. Larutan induk Cd
3. Larutan Na_2CO_3

3.7 Metode Pengumpulan dan Pengolahan Data

Metode penelitian ini dilakukan dengan dua tahap metode, yaitu metode pengumpulan data dan pengolahan data. Metode pengumpulan data diperoleh dari pengujian di laboratorium terhadap massa adsorben, pH, waktu kontak, konsentrasi larutan, karakterisasi adsorben menggunakan SEM dan FTIR dan serta dilakukan pengujian terhadap daya serap terhadap logam Kadmium (Cd). Pengujian kadar logam Cd berpedoman pada SNI 6989.66:2009 secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Sedangkan pengolahan data dilakukan dengan penentuan isotherm Langmuir dan Freundlich.

3.8 Prosedur Penelitian

3.8.1 Persiapan Adsorben Tulang Sapi

Pada tahapan penelitian persiapan adsorben tulang sapi ini, bahan baku berupa tulang sapi diambil dari penjual daging sapi yang ada di Pasar Degolan, Jalan Kaliurang km 14,5. Tulang sapi yang telah dikumpulkan tersebut kemudian dicuci dan dibersihkan dari pengotor seperti tanah/pasir, sisa daging yang masih menempel, lemak, dll. Selanjutnya tulang sapi yang telah dibersihkan kemudian direbus untuk menghilangkan kadar lemak yang tersisa di dalam tulang lalu dipotong/dihancurkan menjadi bagian kecil-kecil setelah itu tulang sapi dijemur dan dioven untuk menghilangkan kadar air pada tulang sapi tersebut seperti yang terlihat pada Gambar 3.3, hal ini dilakukan agar memudahkan dalam proses penghalusan. Setelah dikeringkan kemudian tulang sapi di hancurkan dengan menggunakan mesin grinding seperti pada Gambar 3.4 dan diayak (Gambar 3.5) untuk mendapatkan ukuran yang diinginkan yaitu 100 mesh, tulang (adsorben) yang telah diayak disimpan di wadah yang tertutup.



Gambar 3.3 Proses Penjemuran Tulang Sapi

(Sumber: Dokumen Pribadi, 2016)



Gambar 3.4 Proses Penghalusan Tulang Sapi Menjadi Bentuk Serbuk

(Sumber: Dokumen Pribadi, 2016)



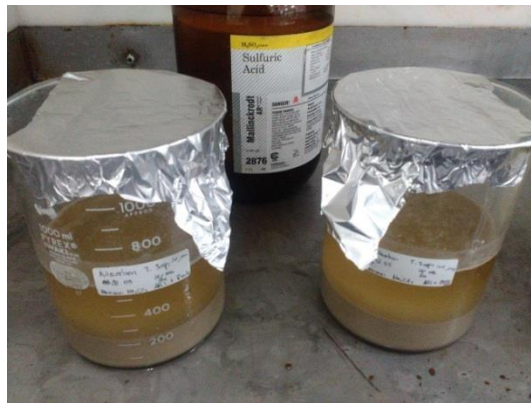
Gambar 3.5 Pengayakan Tulang Sapi untuk Mendapatkan Ukuran 100 Mesh

(Sumber: Dokumen Pribadi, 2016)

3.8.2 Aktivasi Adsorben dengan Natrium Carbonat (Na_2CO_3)

Tulang sapi yang telah dihaluskan dan diayak kemudian ditimbang sesuai kebutuhan yang ingin diaktivasi (dalam penelitian ini diambil 250 gr) yang dimasukkan kedalam gelas beaker, kemudian siapkan larutan Na_2CO_3 1 M yang

dibutuhkan lalu masukan larutan kedalam gelas beaker 1000 ml yang telah diisi dengan adsorbent yang akan diaktivasi. Setelah tercampur aduk larutan dan adsorbent tulang sapi dalam gelas beaker hingga homogen, diamkan selama 24 jam (1 hari) seperti terlihat pada Gambar 3.6 lalu cuci adsorbent dengan aquadest hingga pH mencapai netral (pH 6). Setelah dicuci adsorbent tulang sapi tersebut kemudian dikeringkan dengan menggunakan oven dengan suhu $\pm 105^{\circ}\text{C}$ hingga kering (± 30 menit) lalu adsorbent yang telah dikeringkan dihaluskan dan diayak kembali hingga mendapatkan ukuran yang sesuai yaitu 100 mesh kemudian disimpan dalam wadah yang tertutup dan aman (Gambar 3.7).



Gambar 3.6 Proses Aktivasi Dengan Larutan Na_2CO_3 1 M

(Sumber: Dokumen Pribadi, 2016)



Gambar 3.7 (A) Adsorbent Teraktivasi Na_2CO_3 (B) Adsorbent Alami

(Sumber: Dokumen Pribadi, 2016)

3.8.3 Pembuatan Sampel Larutan Logam Kadmium (Cd)

Pada proses pembuatan larutan ini dilakukan dengan cara melarutkan kristal $3\text{Cd}(\text{SO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ menjadi larutan Cd 1000 ppm dengan cara menimbang kristal tersebut sebanyak 2,281 gr lalu dilarutkan dengan menambahkan aquadest hingga 1000 ml yang kemudaian akan digunakan dalam pengujian-pengujian seperti uji massa, pH, waktu dan dosis dengan konsentrasi tertentu. Setelah didapatkan larutan Kadmium (Cd) 1000 ppm, kemudian encerkan dengan mengambil beberapa ml dari larutan 1000 ppm tersebut menjadi konsentrasi 50, 100, 150, 200, 250, 300, dan 400 ppm.

3.8.4 Proses Adsorpsi

Pada penelitian ini, proses adsorpsi dilakukan dengan menggunakan sistem *batch* reactor. Pada tahap ini juga diperlukan pengujian terhadap beberapa parameter untuk mengetahui kapasitas dan kondisi optimum dari proses adsorpsi, yaitu massa adsorben, pH larutan, waktu adsorpsi, dan konsentrasi adsorbat.

1. Penentuan Massa Optimum

Dalam menentukan massa optimum adsorben menggunakan kondisi dimana logam Kadmium (Cd) dalam kondisi Equilibrium dengan pH 6, dan waktu kontak 120 menit. Uji massa optimum ini dilakukan dengan cara menyiapkan/menimbang adsorbent dengan massa 50, 100, 200, 300, dan 400 gr untuk adsorbent yang telah diaktivasi maupun adsorbent tanpa aktivasi (adsorbent alami). Adsorbent yang telah ditimbang masing-masing dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml yang telah diberi label kemudian diisi dengan larutan logam Cd dengan konsentrasi 50 ppm dan dengan pH yang telah ditentukan yaitu pH netral (pH 6), selanjutnya dilakukan pengadukan menggunakan *orbital shaker* selama 120 menit (2 jam) dengan kecepatan 150 rpm dimana setiap 30 menit dilakukan pengontrolan pH yang bertujuan untuk menjaga pH tetap berada di kisaran pH awal untuk menghindari hasil yang jelek saat pembacaan dikarenakan pH yang berubah. Setelah pengadukan selesai kemudian dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring yang bertujuan untuk memisahkan antara adsorbent dengan larutan logam Cd yang akan diuji dengan menggunakan alat AAS untuk mengetahui jumlah logam Cd yang tersisa dalam larutan tersebut.

2. Penentuan pH Optimum

Pada penentuan/pengujian untuk mendapatkan pH optimum ini dilakukan dengan menggunakan data dari percobaan sebelumnya yaitu uji massa optimum dimana massa optimum yang telah didapat dari uji tersebut kemudian digunakan dalam penentuan pH ini. Setelah didapatkan massa optimumnya kemudian menyiapkan alat dan bahan sesuai dengan uji sebelumnya seperti erlenmeyer dan larutan logam kadmium (Cd), setelah siap masing-masing sampel kemudian divariasikan pH sesuai dengan pH yang ingin diuji yaitu pH 4, 5, 6, 7, 8, dan 9 dengan cara menambahkan larutan HNO₃ 0,1 N untuk menurunkan ke pH rendah dan NaOH 0,1 N untuk menaikkan pH larutan. Setelah dilakukan pengaturan pH pada sampel yang akan diuji, dilanjutkan dengan proses pengadukan dengan menggunakan orbital shaker seperti pada pengujian sampel sebelumnya dengan waktu pengadukan selama 120 menit (2 jam) dan dilakukan pengontrolan pH setiap 30 menit. Setelah proses pengadukan dilakukan, larutan dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring yang ditujukan untuk memisahkan antara larutan dengan adsorbent yang telah digunakan untuk kemudian diuji konsentrasi yang tersisa dengan menggunakan alat AAS dan menghitung removal penyerapan yang telah didapat dari hasil uji AAS.

3. Penentuan Waktu Kontak Optimum

Setelah dilakukan pengujian terhadap dosis optimum adsorben dan pH optimum larutan, maka selanjutnya dilakukan pengujian terhadap waktu kontak optimum, hal ini merupakan salah satu faktor penting dalam proses adsorpsi untuk mencapai kesetimbangan. Untuk pengujian ini dilakukan tidak jauh berbeda dengan penelitian sebelumnya yaitu dengan menggunakan erlenmeyer 250 ml dan larutan logam Cd 50 ml selain itu hasil optimum yang didapat dari pengujian massa dan pH optimum dapat digunakan untuk pengujian waktu optimum ini. Pada percobaan ini variasi waktu kontak yang akan digunakan dengan pengadukan menggunakan *orbital shaker* dan kecepatan pengadukan 150 rpm dimulai dari 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Untuk proses selanjutnya sama seperti pengujian-pengujian sebelumnya yaitu dilakukan pengontrolan pH lalu

dilanjutkan dengan proses pengadukan, kemudian larutan disaring dengan menggunakan kertas saring untuk memisahkan larutan dengan adsorbent yang telah digunakan. Terakhir melakukan pembacaan hasil larutan logam Cd yang tersisa dengan menggunakan AAS dimana sebelumnya larutan yang didapat diencerkan terlebih dahulu, lalu menghitung removal penyerapan yang didapat dari data pembacaan.

4. Penentuan Konsentrasi Optimum

Setelah didapatkan massa, pH dan waktu optimum, maka data dari variasi tersebut digunakan untuk menentukan kemampuan adsorbent dalam menyerap logam Cd. Penentuan/pengujian efisiensi kemampuan adsorbent tulang sapi dilakukan dengan variasi konsentrasi larutan logam Cd masing-masing konsentrasi adalah 100, 150, 200, 250, 300, dan 400 ppm. Variasi konsentrasi ini dapat dilakukan dengan cara mengencerkan larutan logam Cd yang sebelumnya 1000 ppm dengan mengambil beberapa ml sesuai dengan konsentrasi yang diinginkan lalu dilakukan penambahan aquadest sesuai takaran yang dibutuhkan. Selain itu menggunakan massa dan pH optimum adsorben tulang sapi teraktivasi yang didapat dari pengujian sebelumnya, dengan waktu pengadukan 120 menit (2 jam) dan kecepatan pengadukan 150 rpm. Selanjutnya dilakukan penyaringan untuk memisahkan adsorben dengan larutan, untuk diuji konsentrasi larutan yang tersisa dengan menggunakan alat AAS. Terakhir menghitung removal penyerapan yang dilakukan pada setiap konsentrasi yang digunakan.

5. Penentuan Model Isoterm

Penentuan model isoterm dilakukan dengan mengacu pada data uji efisiensi kemampuan adsorben. Pada data tersebut nantinya akan dimasukkan kedalam perhitungan pemodelan isoterm Langmuir dan Freundlich dan dipilih mana yang lebih cocok dengan adsorpsi logam Cd oleh aktivasi dimana nilai R^2 yang paling mendekati 1 dari kedua perhitungan pemodelan tersebut.

3.8.5 Proses Pembacaan

Proses pembacaan ini dilakukan setelah pengadukan yang terjadi pada tiap variasi/pengujian kemampuan optimum sampel telah selesai dan larutan telah disaring, setelah itu larutan logam kadmium kemudian dilakukan pengenceran sehingga didapatkan konsentrasi antara 0-2. Hal tersebut dilakukan karena dalam proses pembacaan dengan menggunakan AAS, logam kadmium yang dapat terbaca pada alat tersebut hanya pada range tersebut sehingga apabila kita melakukan pengujian larutan logam kadmium dengan menggunakan konsentrasi yang tinggi maka untuk melakukan pembacaan harus terlebih dulu diencerkan agar dapat terbaca. Sebelum dilakukan pembacaan, larutan standar kadmium dengan konsentrasi 0,1, 0,5, 1, 1,5 dan 2 ppm dipersiapkan terlebih dahulu untuk melakukan kalibrasi pada alat AAS sehingga larutan yang telah diaduk dan disaring dapat dibaca pada AAS.