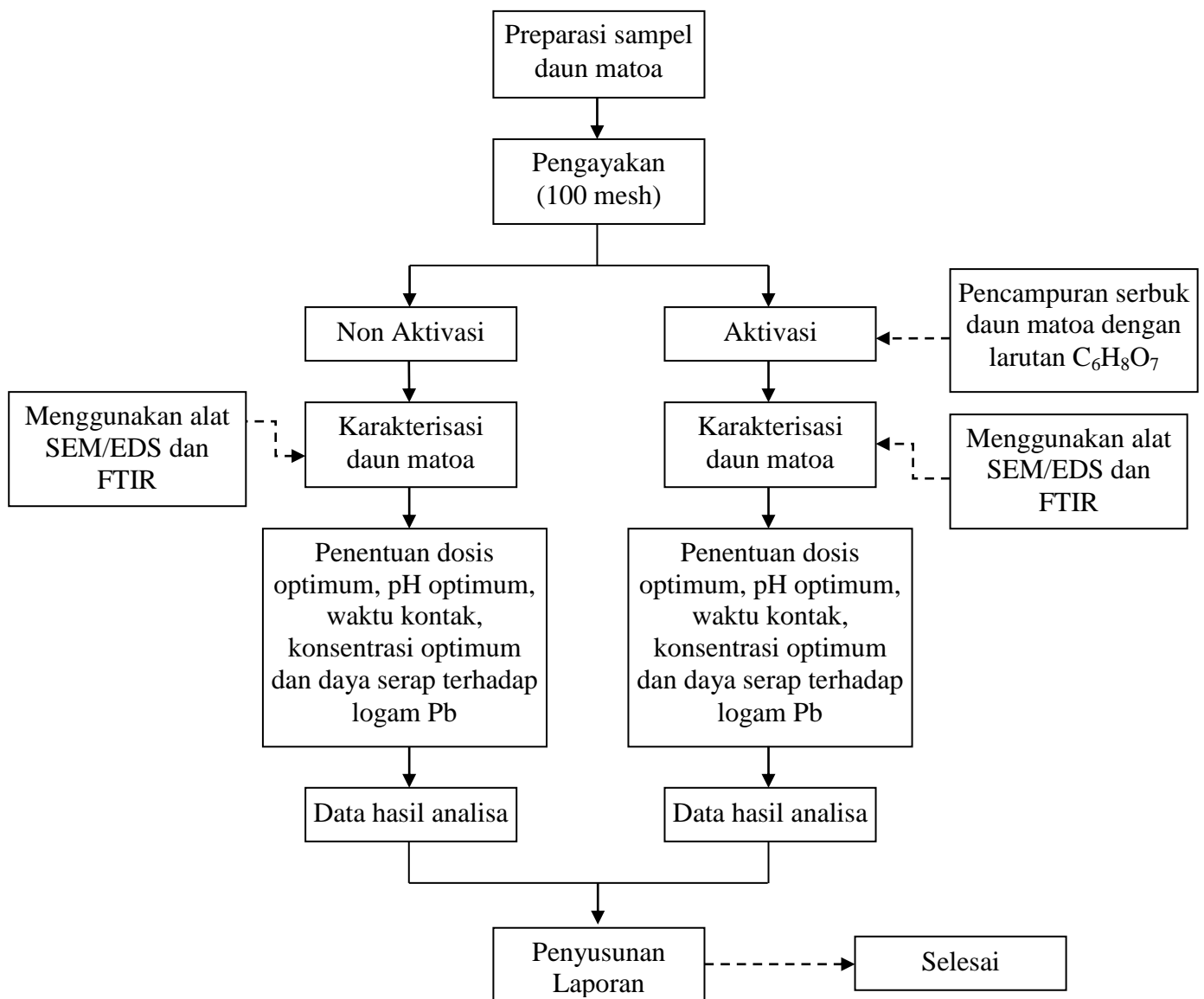


BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Tahapan penelitian secara umum tentang pemanfaatan daun matoa sebagai adsorben untuk menyerap logam Pb dijelaskan dalam diagram pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.2. Metode Pengumpulan dan Pengolahan Data

Metode penelitian ini dilakukan 2 tahap, yaitu dengan metode pengumpulan data dan pengolahan data. Metode pengumpulan data diperoleh dari pengujian di laboratorium terhadap massa adsorben, konsentrasi $C_6H_8O_7$, pH optimum, waktu kontak optimum, dan daya serap terhadap logam Pb. Pengujian kadar logam Pb menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Sedangkan pengolahan data dilakukan dengan penentuan isotherm Langmuir dan Freundlich.

3.3. Lokasi Penelitian

Lokasi pengambilan daun matoa berada di Dusun Pondok Condongatur, Depok, Sleman. Lokasi Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan Universitas Islam Indonesia.

3.4. Subjek dan Objek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah daun matoa yang diaktivasi menggunakan larutan $C_6H_8O_7$. Adapun objek penelitian adalah efisiensi penurunan logam Pb oleh serbuk daun matoa yang telah diaktivasi dengan larutan asam sitrat.

3.5. Variabel Penelitian

Penelitian ini mempunyai 2 variabel yaitu :

1. Variabel terikat, meliputi:
 - a. Adsorben dari serbuk daun matoa dengan ukuran 100 mesh.
 - b. Volume larutan 50 ml.
 - c. Kecepatan pengadukan 150 rpm.
2. Variabel bebas, meliputi:
 - a. Konsentrasi Pb sebesar 50, 100, 150, 200, 250 dan 300 ppm.
 - b. Dosis adsorben sebesar 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, 400 mg.
 - c. Waktu kontak 15, 30, 60, 90, dan 120 menit.
 - d. pH 3,4,5,6, 7 dan 8

3.6. Alat dan Bahan

3.6.1. Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi:

- | | |
|-------------------------|----------------------------|
| 1. SSA | 11. Neraca Analitik |
| 2. Gelas Beaker 100 ml | 12. Orbital Shaker |
| 3. Gelas Beaker 1000 ml | 13. pH Digital & Universal |
| 4. Pipet volume | 14. Stopwatch |
| 5. Pipet tetes | 15. Ayakan 100 mesh |
| 6. Corong gelas | 16. Sendok |
| 7. Erlenmeyer 100 ml | 17. Blender |
| 8. Pipet ukur | 18. FTIR |
| 9. Tabung reaksi | 19. SEM/EDS |
| 10. Oven listrik | |

3.6.2. Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya:

1. Daun matoa
2. Larutan induk Pb 1000 ppm
3. Larutan asam sitrat ($C_6H_8O_7$) 0,1 M
4. Larutan HNO_3 0,1 M dan NaOH 0,1 M
5. Kertas saring Whatman No.42
6. Aquades

3.7. Prosedur Penelitian

3.7.1. Pembuatan Adsorben Daun Matoa

Proses pembuatan adsorben dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu:

- a. Tahap preparasi serbuk daun matoa

Pada tahap ini dilakukan pengumpulan daun matoa dari pohon matoa yang berada di halaman rumah salah satu warga di Padukuhan Pondok Condongcatur, Depok, Sleman, Yogyakarta. Setelah dikumpulkan, daun matoa dicuci pada air yang mengalir sampai bebas dari debu dan kotoran. Setelah itu daun matoa dijemur dibawah sinar matahari sampai berubah warna menjadi coklat.



(A)

(B)

Gambar 3.2. (A) Penjemuran Daun Matoa (B) Daun Matoa Setelah Dijemur

Daun matoa yang sudah berubah warna menjadi coklat dikeringkan pada oven dengan suhu 80°C selama 4 jam sampai berubah menjadi kering untuk menghilangkan kadar air sehingga pada saat dilakukan proses penghalusan dan pengayakan, serbuk daun matoa tidak akan menempel pada saringan. Setelah itu daun matoa diblender dan diayak menggunakan saringan 100 mesh untuk memperoleh luas permukaan yang lebih besar.



(A)

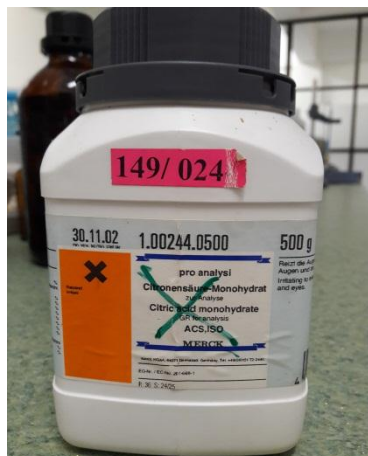


(B)

Gambar 3.3. (A) Proses Penghalusan Daun Matoa (B) Proses Pengayakan Serbuk Daun Matoa

b. Tahap aktivasi

Serbuk daun matoa yang sudah diayak 100 mesh sebagian diaktivasi dengan larutan asam sitrat ($C_6H_8O_7$) 0,1 M. Proses aktivasi diharapkan dapat menghilangkan pengotor yang menutup pori-pori adsorben sehingga luas permukaan bertambah dan dapat mengaktifkan gugus fungsi baru yang dapat mengikat ion-ion yang terdapat di dalam logam sehingga kemampuan penyerapannya dapat meningkat. Pemilihan asam sitrat ($C_6H_8O_7$) sebagai aktivator adsorben serbuk daun matoa disebabkan oleh asam sitrat yang dapat berubah menjadi asam sitrat anhidrida. Asam sitrat anhidrida dapat bereaksi dengan selulosa yang terkandung pada daun matoa, dan selulosa sangat berperan pada adsorpsi. Reaksi yang terjadi antara asam sitrat anhidrida dan selulosa adalah reaksi esterifikasi. Reaksi esterifikasi memasukkan gugus fungsional karboksil ke dalam material selulosa yang ada pada serbuk daun, sehingga jumlah gugus karboksil meningkat. Peningkatan gugus karboksil ini dapat memperbanyak jumlah situs negatif pada adsorben (O'Connel, 2008).



(A)



(B)

Gambar 3.4. (A) Serbuk $C_6H_8O_7.H_2O$ (B) Proses Aktivasi Daun Matoa

Pencucian dilakukan dengan memasukkan 250 gram serbuk daun matoa kedalam 1000 ml larutan asam sitrat 0,1 M dan direndam selama 24 jam. Kemudian dicuci menggunakan aquades hingga pH netral (pH 6), kemudian dimasukkan ke dalam oven dengan suhu $105^{\circ}C$ selama 4 jam untuk

menghilangkan kadar airnya. Serbuk daun matoa kemudian diangkat dari oven dan didinginkan. Kemudian serbuk daun matoa kembali disaring agar diperoleh ukuran adsorben sebesar 100 mesh, hal ini dilakukan karena pada saat proses perendaman hingga pengeringan adsorben akan saling menempel sehingga ukurannya melebihi 100 mesh.



Gambar 3.5. Serbuk Daun Matoa Sudah Diaktivasi

c. Tahap Tanpa Aktivasi

Pada penelitian ini, selain menggunakan adsorben teraktivasi asam sitrat ($C_6H_8O_7$) 0,1 M digunakan pula adsorben tanpa aktivasi, hal ini bertujuan untuk melakukan perbandingan antara perubahan yang terjadi di dalam gugus fungsi dari adsorben teraktivasi asam sitrat yang diharapkan dapat meningkatkan penyerapan terhadap logam Pb. Proses pembuatan adsorben tanpa aktivasi ini hanya dilakukan sampai tahap penyaringan hingga diperoleh ukuran 100 mesh saja tanpa diberi perlakuan secara kimia maupun fisika.



Gambar 3.6. Serbuk Daun Matoa Tidak Diaktivasi

3.7.2. Pembuatan Larutan Pb

Pembuatan larutan Pb yaitu dengan menimbang serbuk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ sesuai yang dibutuhkan kemudian dilarutkan ke dalam aquades. Berikut rumus yang digunakan untuk menentukan massa Pb:

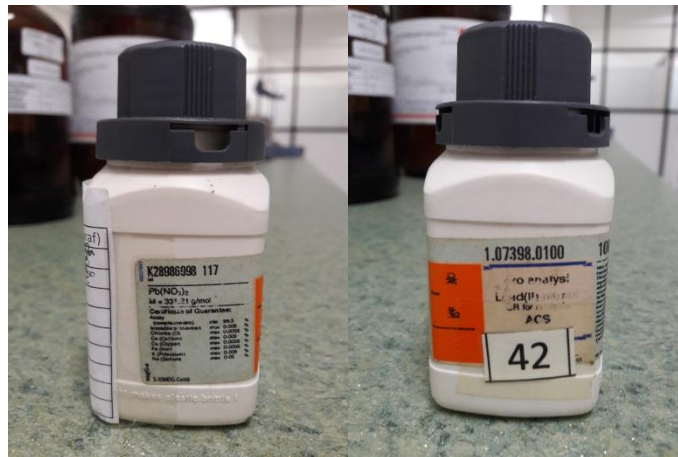
$$\text{Massa} = \frac{C \times V \times \text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2}{\text{Ar Pb}(\text{NO}_3)_2} \dots\dots\dots (3.1)$$

Keterangan = C = konsentrasi yang akan dibuat (mg/L)

V = volume larutan (L)

Mr = massa molekul relative

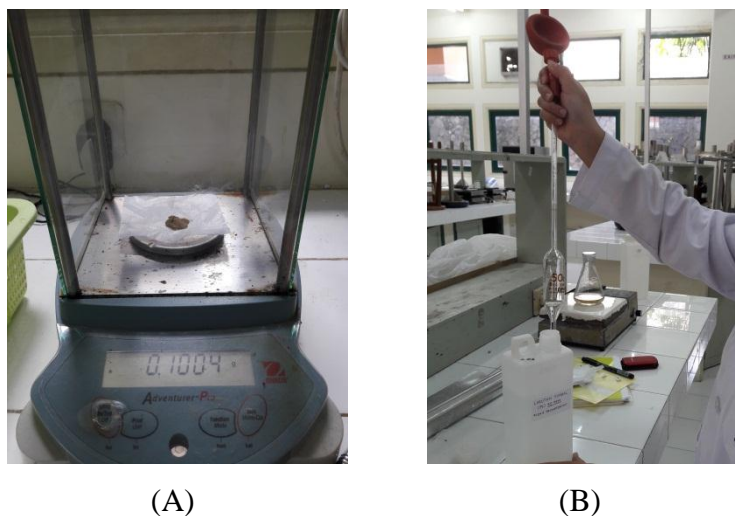
Ar = massa atom relative



Gambar 3.7. Serbuk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

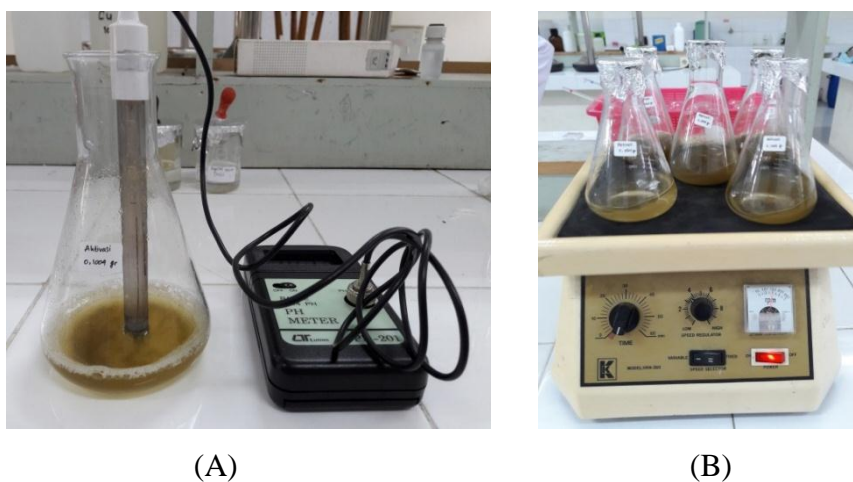
3.7.3. Penentuan Dosis Optimum Penyisihan Pb

Percobaan diawali dengan menimbang serbuk daun matoa dengan variasi massa 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, 400 mg. Kemudian dimasukkan ke dalam 5 tabung erlenmeyer 100 mL yang telah berisi larutan Pb 50 mL dengan konsentrasi 50 ppm.



Gambar 3.8. (A) Proses Menimbang Adsorben (B) Proses Pengambilan Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 50 ppm

Dalam menentukan dosis optimum adsorben menggunakan kondisi dimana logam Timbal (Pb) dalam kondisi equilibrium dengan pH 6. Setelah itu larutan diaduk dengan *orbital shaker* dengan kecepatan 150 rpm dengan waktu kontak 120 menit.



Gambar 3.9. (A) Proses Pengecekan pH (B) Proses Pengadukan

Selanjutnya disaring agar adsorben dan larutan terpisah. Kemudian filtrat 50 ppm diencerkan menjadi 10 ppm (5x pengenceran) dengan mengambil setiap sampel larutan sebesar 5 ml larutan kemudian diencerkan dengan aquades ke dalam labu

ukur 25 ml sampai tanda batas lalu beri label berdasarkan variasi massa optimum. Karena pada pengujian menggunakan AAS setiap logam memiliki range konsentrasi yang berbeda. Sebelum diuji menggunakan AAS maka larutan diberi larutan HNO_3 1 M sebanyak 3 tetes agar pH menjadi asam. Setelah itu dilakukan pengujian sampel menggunakan AAS.



Gambar 3.10. Proses Penyaringan Adsorben dengan Kertas Saring

3.7.4. Penentuan pH Optimum Penyisihan Pb

Penentuan pH optimum dilakukan dengan menggunakan variasi pH 3,4,5,6,7 dan 8. Pemilihan pH 3 sampai dengan 8 karena pada kondisi yang terlalu asam proses adsorpsi tidak akan berjalan secara maksimal, hanya sedikit logam yang akan terserap oleh adsorben. Selain itu pada kondisi pH tinggi proses adsorpsi juga tidak berjalan secara maksimal, dikarenakan pada kondisi pH tinggi larutan Pb akan mengendap dan berwarna putih sehingga akan mempengaruhi adsorpsi karena logam tidak terserap oleh adsorben melainkan mengendap di dasar erlenmeyer.

Percobaan diawali dengan menimbang serbuk daun matoa dengan dosis optimum kemudian dimasukkan ke dalam 6 tabung erlenmeyer 100 ml yang masing-masing berisi larutan Pb sebanyak 50 ml dengan konsentrasi 50 ppm. Untuk membuat larutan pH rendah maka ditambahkan HNO_3 sedangkan untuk membuat larutan dengan pH tinggi menggunakan larutan NaOH sebanyak 1 tetes pada masing-masing larutan. Kemudian diaduk menggunakan *orbital shaker*

dengan kecepatan 150 rpm selama 120 menit. Setelah itu dilakukan penyaringan agar adsorben dan larutan terpisah. Kemudian filtrat 50 ppm diencerkan menjadi 10 ppm (5x pengenceran) dengan mengambil setiap sampel larutan sebesar 5 ml larutan kemudian diencerkan dengan aquades ke dalam labu ukur 25 ml sampai tanda batas lalu beri label berdasarkan variasi pH larutan. Karena pada pengujian menggunakan AAS setiap logam memiliki range konsentrasi yang berbeda. Sebelum diuji menggunakan AAS maka larutan diberi larutan HNO₃ 1 M sebanyak 3 tetes agar pH menjadi asam. Setelah itu dilakukan pengujian sampel menggunakan AAS.

3.7.5. Penentuan Waktu Kontak Optimum Penyisihan Pb

Penentuan waktu kontak optimum dilakukan dengan menggunakan variasi waktu 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Percobaan diawali dengan menimbang serbuk daun matoa dengan dosis optimum kemudian dimasukkan ke dalam 5 tabung erlenmeyer 100 ml yang masing-masing berisi larutan Pb sebanyak 50 ml dengan konsentrasi 50 ppm. Kemudian mengatur pH sesuai kondisi pH optimum yang sudah diperoleh pada penelitian sebelumnya. Kemudian diaduk menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 150 rpm. Selanjutnya disaring agar adsorben dan larutan terpisah. Kemudian filtrat 50 ppm diencerkan menjadi 10 ppm (5x pengenceran) dengan mengambil setiap sampel larutan sebesar 5 ml larutan kemudian diencerkan dengan aquades ke dalam labu ukur 25 ml sampai tanda batas lalu beri label berdasarkan variasi waktu kontak. Karena pada pengujian menggunakan AAS setiap logam memiliki range konsentrasi yang berbeda. Sebelum diuji menggunakan AAS maka larutan diberi larutan HNO₃ 1 M sebanyak 3 tetes agar pH menjadi asam. Setelah itu dilakukan pengujian sampel menggunakan AAS.

3.7.6. Penentuan Konsentrasi Optimum Penyisihan Pb

Setelah didapat dosis adsorben optimum, pH optimum, dan waktu kontak optimum maka dilanjutkan dengan meneliti uji efisiensi kemampuan adsorben daun matoa dalam menyerap logam Pb dalam air. Percobaan diawali dengan

memasukkan serbuk daun matoa dengan dosis optimum ke dalam 6 tabung erlenmeyer yang masing-masing berisi larutan Pb dengan variasi konsentrasi 50, 100, 150, 200, 250, dan 300 ppm. Kemudian diaduk menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 150 rpm. Kemudian disaring dengan kertas saring dan filtratnya diencerkan menjadi 10 ppm. Sebelum diuji menggunakan AAS maka larutan diberi larutan HNO₃ 1 M sebanyak 3 tetes agar pH menjadi asam. Setelah itu dilakukan pengujian sampel menggunakan AAS.

3.8. Analisis Efisiensi Kemampuan Adsorben

Perhitungan efisiensi penyisihan Pb dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut ini (Sethu dkk, 2010):

$$\% \text{ Penyisihan} = \frac{C_o - C_i}{C_o} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(3.2.)$$

Dimana : C_o = konsentrasi awal logam (mg/L)

C_i = konsentrasi akhir logam (mg/L)