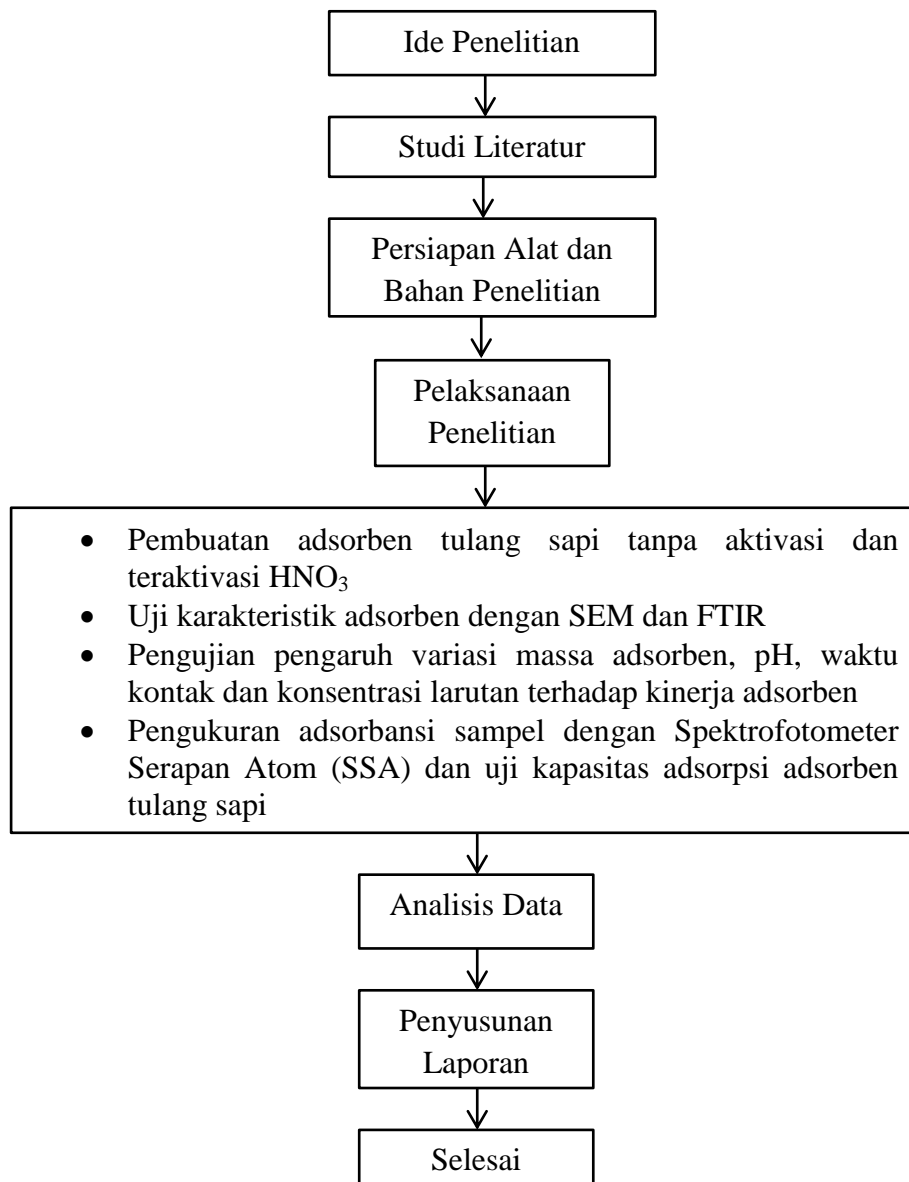


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Tahapan penelitian secara umum mengenai pemanfaatan tulang sapi sebagai adsorben ion logam Cu (II) dijelaskan dalam diagram pada Gambar 3.1 berikut ini :



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.2 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan dua tahap metode, yaitu metode pengumpulan data dan pengolahan data. Metode pengumpulan data diperoleh dari pengujian di laboratorium terhadap variasi massa adsorben, pH larutan, waktu kontak, konsentrasi larutan, karakterisasi morfologi permukaan adsorben menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan kandungan senyawa organik (gugus fungsi) menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), serta dilakukan pengujian kapasitas adsorpsi terhadap ion logam Cu (II). Pengujian kadar logam Cu berpedoman pada SNI 06-6989.6-2004 secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Sedangkan pengolahan data dilakukan dengan penentuan isotherm Langmuir dan Freundlich.

3.3 Lokasi Penelitian

Lokasi pengumpulan limbah tulang sapi berada di Rumah Potong Hewan (RTH) Grosok, Kabupaten Bantul, D.I.Y, dan lokasi pembuatan adsorben serta pengujiannya dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia.

3.4 Subjek dan Objek Penelitian

Subjek penelitian ini adalah adsorben dari tulang sapi teraktivasi HNO_3 . Adapun objek penelitian ini adalah efisiensi penurunan ion logam Cu (II) oleh adsorben tulang sapi.

3.5 Variabel Penelitian

Penelitian ini terdiri dari dua variabel, yaitu variabel tetap dan variabel bebas, yang meliputi :

A. Variabel tetap :

1. Aktivasi adsorben menggunakan larutan HNO_3 1 M
2. Kecepatan pengadukan : 150 rpm

3. Volume larutan 50 ml

B. Variabel bebas :

1. Massa adsorben : 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, dan 400 mg
2. Waktu kontak : 15, 30, 60, 90 dan 120 menit
3. pH larutan : 4, 5, 6, 7, 8, dan 9
4. Konsentrasi Larutan : 50 ppm, 75 ppm, 150 ppm, 250 dan 300 ppm.

3.6 Alat dan Bahan

3.6.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi *magnetic stirrer* tipe Cimarex (Thermo Scientific), neraca analitik tipe Adventurer TM Pro (Ohaus), Spektrofotometer Serapan Atom tipe Avanta (GBC), *Scanning Electron Microscope* (SEM)-EDX, *Fourier Transform Infrared* (FTIR, Nicolet Avatar 360 IR), pH *indicator strip* (MERCK), kertas saring whatman no.42 dan oven.

3.6.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi limbah tulang sapi, larutan CuSO_4 1000 ppm, HNO_3 1 M, dan NaOH 0,1 M.

3.7 Prosedur Penelitian

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

3.7.1 Persiapan Bahan Adsorben

Pada tahap ini dilakukan pengumpulan tulang sapi bagian kaki yang sudah tidak terpakai dari Rumah Potong Hewan, Grosok, Kabupaten Bantul, D.I.Y (Gambar 3.2). Dipilihnya tulang sapi bagian kaki karena pada bagian ini terdapat

banyak unsur kalsium dan fosfat yang berperan penting dalam peningkatan daya adsorpsi dari suatu adsorben.



Gambar 3.2. Limbah tulang sapi di RPH Grosok

Setelah dikumpulkan, dilakukan pembersihan dari sisa daging dan lemak yang menempel lalu dicuci dengan air bersih, dan selanjutnya dilakukan perbusan tulang sapi yang telah dipotong kecil-kecil selama 4 jam untuk menghilangkan lemak yang terkandung di dalamnya seperti yang terlihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3. Proses perebusan tulang sapi

Tahap selanjutnya adalah pengeringan tulang sapi menggunakan oven pada suhu 150°C selama 60 menit, hal ini bertujuan untuk menghilangkan kadar air dan lemak sehingga pada saat dilakukakan proses penghalusan, tulang sapi tidak akan menempel pada saringan (Gambar 3.4). Setelah kering, dilakukan pengecilan ukuran tulang sapi menggunakan alat berupa *Rod Mill* (Gambar 3.5.a), lalu diayak

menggunakan saringan berukuran 100 mesh (Gambar 3.5.b) untuk memperoleh luas permukaan yang lebih besar.



Gambar 3.4. Hasil pengeringan tulang menggunakan oven selama 60 menit



a

Gambar 3.5. a. Penggerusan tulang menggunakan *Rod Mill*



b

b. Penyaringan tulang dengan saringan 100 mesh

Setelah melewati tahap tersebut, diperoleh hasil berupa serbuk tulang sapi murni yang disajikan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6. Serbuk tulang sapi berukuran 100 mesh

3.7.2 Aktivasi Adsorben

Pada tahap ini, adsorben yang telah halus sebagian akan diaktivasi secara kimia menggunakan larutan Asam Nitrat (HNO_3) 1 M, tahap ini dilakukan untuk menghilangkan pengotor yang menutup pori-pori adsorben sehingga luas permukaan bertambah dan diharapkan bisa mengaktifkan gugus fungsi baru untuk membantu penyerapan ion logam Cu (II). Proses aktivasi dilakukan dengan merendam 250 gram adsorben ke dalam 1 liter HNO_3 1 M selama 24 jam, kemudian dibilas menggunakan aquades hingga pH 7 (netral) (Gambar 3.7). Setelah itu dilakukan pengeringan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 30 menit dan dilakukan penyaringan lagi agar diperoleh ukuran adsorben hingga 100 mesh, hal ini dilakukan karena pada saat proses perendaman hingga pengeringan, adsorben akan saling menempel sehingga ukurannya melebihi 100 mesh.



Gambar 3.7. Proses aktivasi adsorben tulang sapi menggunakan HNO_3 1 M

Hasil yang diperoleh setelah proses aktivasi tidak berbeda jauh jika dilihat secara kasat mata, wujudnya terlihat sama seperti serbuk tulang sapi murni seperti pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8. a. Adsorben tulang sapi murni

b. Adsorben tulang sapi teraktivasi HNO_3

Dari gambar tersebut terlihat tidak adanya perbedaan antara adsorben tulang sapi sebelum dan setelah teraktivasi HNO_3 karena aktivasi bersifat kimia, sehingga tidak membuat perubahan secara kasat mata, oleh karena itu perlu dilakukan karakterisasi untuk melihat apakah adanya perubahan struktur permukaan dan kandungan kimia dalam adsorben tersebut.

3.7.3 Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi morfologi adsorben tulang sapi dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)-EDS dan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsional senyawa yang terkandung dalam adsorben teraktivasi dan adsorben tanpa aktivasi dilakukan dengan teknik spektroskopi infra merah atau biasa disebut *Fourier Transform Infrared* (FTIR).

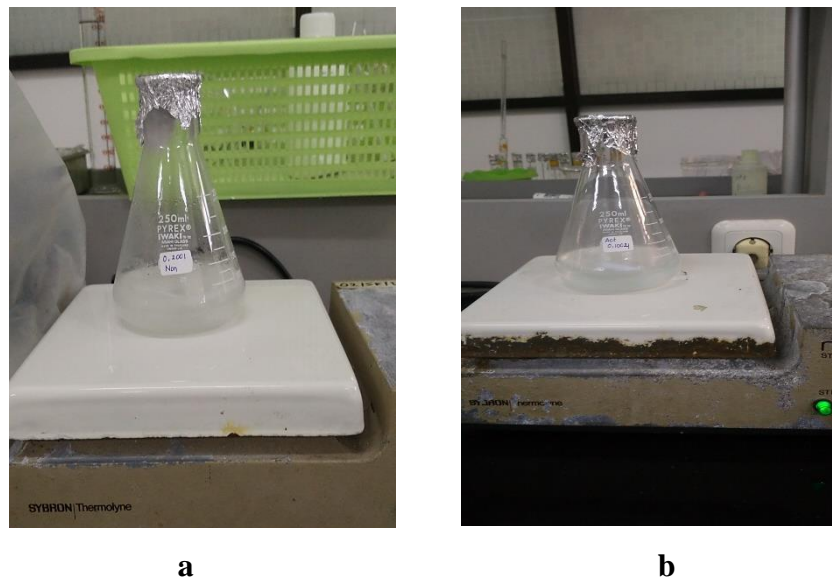
3.7.4 Pengujian Daya Serap Adsorben

Pengujian daya serap adsorben teraktivasi dan tanpa aktivasi dilakukan secara fisika menggunakan larutan induk CuSO_4 1000mg/l sintesis yang selanjutnya akan diencerkan sesuai dengan besarnya konsentrasi larutan CuSO_4 yang diperlukan pada setiap tahap variasinya.

Variasi yang dilakukan meliputi variasi massa adsorben optimum, pH larutan optimum, waktu kontak optimum, dan konsentrasi larutan. Pengujian nilai konsentrasi akan dilakukan secara spektrofotometri menggunakan AAS sesuai dengan SNI 06-6989.6-2004 tentang pengujian logam Cu secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

3.7.4.1 Menentukan Massa Adsorben Optimum

Pengujian ini dilakukan pada kondisi Equilibrium, yaitu pada pH 6 menggunakan larutan CuSO_4 dengan konsentrasi larutan 50 ppm sebanyak 50 ml dan dimasukkan ke dalam masing-masing erlenmeyer yang berisi adsorben dengan variasi massa yang terdiri dari 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg dan 400 mg, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 120 menit dengan kecepatan pengadukkan 150 rpm (Gambar 3.9). Setelah itu larutan tersebut disaring menggunakan kertas saring dan diuji serapannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (Gambar 3.10). Perlakuan tersebut dilakukan terhadap adsorben teraktivasi HNO_3 dan adsorben tanpa aktivasi. Selain itu, dilakukan pengadukan terhadap kontrol, yaitu satu sampel yang tidak ditambahkan adsorben ke dalam larutan uji dengan pH, volume larutan dan waktu pengadukkan yang sama. Hal ini bertujuan untuk mengetahui apakah terjadi pengendapan logam Cu yang diakibatkan oleh adanya proses kimiawi pada kondisi Equilibrium. Pengaturan pH juga dilakukan dengan penambahan larutan NaOH 0,1 untuk menaikkan pH dan HNO_3 0,1 M untuk menurunkan pH agar stabil pada kondisi Equilibrium yaitu pada pH 6.



Gambar 3.9. Proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*

- a. Adsorben tulang sapi tanpa aktivasi
- b. Adsorben tulang sapi teraktivasi HNO_3



Gambar 3.10. a. Penyaringan menggunakan kertas saring
b. Sampel pengujian untuk analisis SSA

3.7.4.2 Menentukan pH Larutan Optimum

Pada pengujian ini dilakukan perbandingan pengaruh variasi pH larutan CuSO_4 terhadap kemampuan penyerapan adsorben terhadap ion logam Cu (II). Variasi pH yang digunakan yaitu 4, 5, 6, 7, 8, dan 9 sebanyak masing-masing 50 ml, dengan massa adsorben optimum yang diperoleh dari hasil pengujian variasi massa. Lalu dilakukan pengadukkan selama 120 menit menggunakan *magnetic*

stirrer dengan kecepatan 150 rpm. Pengaturan pH juga dilakukan pada tahap ini dengan penambahan larutan NaOH 0,1 untuk menaikkan pH dan HNO₃ 0,1 M untuk menurunkan pH. Sampel tersebut kemudian disaring dengan kertas saring dan diuji serapannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

3.7.4.3 Menentukan Waktu Pengadukkan Optimum

Penentuan waktu pengadukkan optimum dilakukan dengan variasi lamanya waktu pengadukkan, yaitu 15, 30, 60, 90, dan 120 menit pada kecepatan 150 rpm, dengan massa adsorben dan pH larutan CuSO₄ sesuai dengan hasil yang diperoleh dari hasil pengujian variasi pH. Setelah itu dilakukan penyaringan dengan kertas saring dan diuji serapannya dengan SSA.

3.7.4.4 Menghitung Efisiensi Kemampuan Adsorben

Pengujian ini dilakukan dengan dilakukan pengadukkan dengan massa, pH larutan, dan waktu pengadukkan sesuai dengan hasil yang diperoleh dari pengujian sebelumnya, serta dengan variasi konsentrasi larutan CuSO₄ yaitu 50, 75, 150, 250, dan 300 ppm. Stelah itu dilakukan penyaringan dan penujian hasil serapannya dengan SSA. Setelah diperoleh hasil pembacaan dengan SSA, dilakukan penentuan isotherm yang digunakan berupa isotherm Langmuir dan Freunlich agar diketahui kapasitas penyerapan untuk ion logam Cu (II) dari adsorben tersebut.