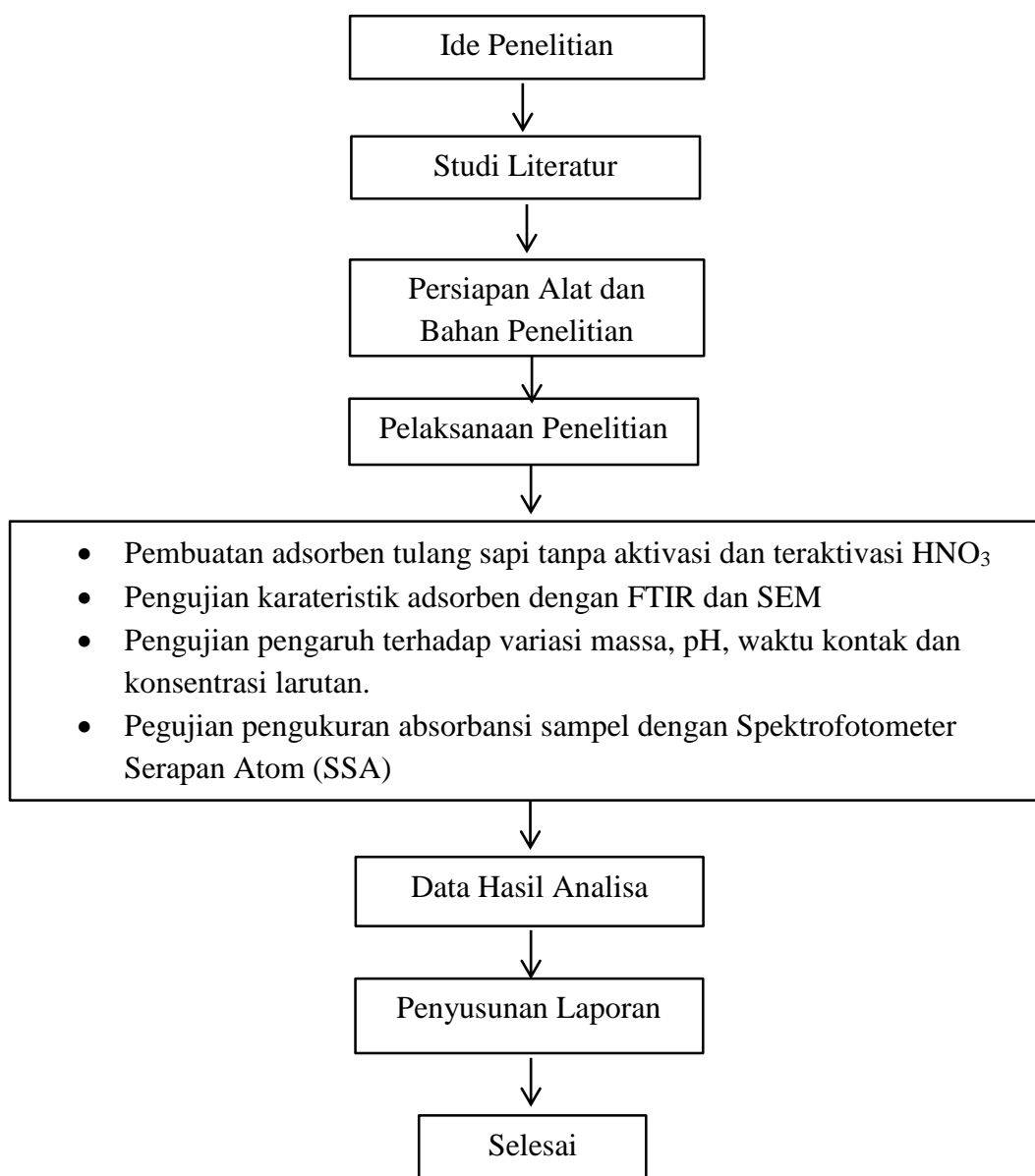


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Tahapan penelitian secara umum tentang pemanfaatan limbah tulang sapi sebagai konsentrasi untuk menyerap logam Cd dijelaskan dalam diagram pada **Gambar 3.2** berikut ini;



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Lokasi Penelitian

Lokasi pengambilan limbah tulang sapi berada di rumah potong hewan Giwangan, Sleman, Yogyakarta. Lokasi pembuatan adsorben *powder* tulang sapi dilakukan di Laboratorium Pengolahan Bahan Galian Jurusan Teknik Pertambangan, Fakultas Teknik Pertambangan, Universitas Pembangunan Nasional. Lokasi pengujian adsorben dan pengujian hasil dilakukan di Laboratorium Kualitas Air Jurusan Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan, Universitas Islam Indonesia.

3.3 Ide Penelitian

Tingginya pencemaran sungai yang ada di Indonesia menurut Kementerian Lingkungan Hidup (KLH). Sehingga sangat dibutuhkannya pengolahan sebelum dibuangnya air limbah ke badan air. Pemanfaatan limbah Tulang Sapi dapat digunakan sebagai adsorben untuk pengelolaan limbah domestik, industri dan pertanian yang dapat menurunkan logam Cd.

3.4 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 data primer pengujian di laboratorium terhadap massa adsorben, pH optimum, waktu kontak optimum dan daya serap terhadap logam Cd. Pengujian kadar logam Cd berpedoman pada SNI 6989.66:2009 secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), sedangkan pengolahan data dilakukan dengan penentuan isoterm Langmuir dan Freundlich. Data sekunder yang diperoleh dari studi literatur dengan mencari serta mempelajari data dari buku-buku, tulisan ilmiah dan penelitian sebelumnya yang berhubungan dengan penelitian ini yang selanjutnya akan digunakan sebagai referensi untuk mempermudah penelitian.

3.5 Variabel Penelitian

Variabel Penelitian meliputi variable tetap dan variable bebas, yaitu:

A. Variabel tetap :

1. Adsorben limbah tulang sapi
2. Aktivasi menggunakan larutan (HNO_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, dan 8
4. Konsentrasi Larutan : 50 mg/l, 100 mg/l, 150 mg/l, 200 mg/l, Dan 300 mg/l,

3.6 Alat dan Bahan

3.6.1 Alat

Pada penelitian ini menggunakan alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. Spektrofotometer Serapan Atom digunakan untuk melakukan pembacaan logam kadmium.
2. Timbangan analitik digunakan untuk menimbang massa adsorben tulang sapi.
3. *Magnetic Stirer* digunakan untuk melakukan pengadukan.
4. Kertas saring digunakan untuk memisahkan antara adsorben dan larutan kadmium.
5. *Stopwatch* digunakan untuk menghitung waktu pengadukan.
6. *Rod Mill* digunakan untuk mengancurkan tulang sapi.
7. Ayakan 100 mesh digunakan untuk menjadikan adsorben tulang sapi lebih kecil.
8. pH meter digunakan untuk melakukan pengeckkan pH pada larutan.
9. FTIR untuk mengetahui gugus fungsi adsorben tulang sapi.

10. SEM untuk mengetahui penggambaran bentuk permukaan dari material tulang sapi.

3.6.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya

1. Tulang Sapi
2. Larutan induk Cd HNO₃.

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Persiapan Adsorben Tulang Sapi

Pada tahap persiapan dari proses pembuatan biomassa yang berasal dari tulang sapi dimulai dari pengumpulan limbah tulang sapi, pencucian dan membersihkan daging sapi yang masih menempel ditulang sapi, lalu dilakukan perebusan pada tulang sapi, perebusan diharapkan dapat menghilangkan minyak pada tulang sapi. Kemudian tahap selanjutnya dilakukan pengeringan menggunakan kipas angin dan menggunakan oven dengan suhu 105°C dapat dilihat pada **Gambar 3.2 (B)** hal ini bertujuan untuk mengeringkan air rebusan pada tulang sapi. Setelah proses pencucian, perebusan, dan pengeringan selesai diharapkan sisa-sisa kotoran maupun minyak yang terdapat di dalam tulang sapi dapat hilang.



(A)



(B)

Gambar 3.2 (A) Limbah Tulang Sapi (B) Tulang Sapi Yang Telah Dikeringkan

(Sumber: Data Primer)

Kemudian tahap selanjutnya menghancurkan tulang sapi dengan menggunakan alat *rod mill*, setelah halus maka adsorben akan diayak menggunakan filter dengan ukuran 100 mesh seperti pada **Gambar 3.3 (B)** hal ini

bertujuan untuk memperhalus adsorben yang masih dalam bentuk kasar agar adsorben dapat tercampur dengan merata saat diaktivasi dengan menggunakan HNO_3 , selain itu hal ini juga diharapkan agar adsorben yang akan digunakan akan memiliki luas permukaan yang lebih besar, sehingga diperoleh bahan yang telah siap digunakan sebagai adsorben dapat dilihat pada **Gambar 3.3 (C) dan (D)**, Dalam proses adsorpsi salah satu faktor yang sangat berpengaruh terhadap penyerapan logam oleh adsorben adalah besarnya nilai luas permukaan total, karena ion logam akan menempel pada permukaan adsorben, sehingga luas permukaan total adsorben akan berbanding lurus dengan kemampuan dari penyerapan itu sendiri.



(A)



(B)



(C)



(D)

Gambar 3.3 (A) Proses Penghancuran Tulang Sapi Dengan *Rod mill* (B) Proses penghalusan Adsorben (C) Adsorben *Powder* Aktivasi HNO_3 (D) Adsorben *Powder* Tanpa Aktivasi

(Sumber: Data Primer)

3.7.2 Aktivasi Adsorben dengan Asam Nitrat (HNO_3) 1 M

Pada tahap ini, adsorben yang telah dibersihkan dan dihaluskan akan dilakukan proses aktivasi dengan menggunakan asam nitrat (HNO_3) 1 M. Adsorben yang akan diaktivasi terlebih dahulu direndam di dalam larutan HNO_3 selama 24 jam kemudian dicuci dengan menggunakan aquades hingga pH netral (6), proses netralisasi bertujuan untuk menghindari korosi yang bisa terjadi saat adsorben tersebut dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 105°C untuk menghilangkan kadar airnya.



(A)



(B)

Gambar 3.4 (A) Proses Aktivasi Dengan HNO_3 (B) Proses Pencucian Adsorben Dengan Aquades

(Sumber: Data Primer)

Menurut Gupta (1998) umumnya adsorben sangat efektif dalam meningkatkan kapasitas penyerapan oleh adsorben. Aktivasi diharapkan dapat menambah gugus fungsi yang dapat mengikat ion-ion yang terdapat di dalam logam sehingga kemampuan penyerapannya dapat meningkat. Selain itu, aktivasi juga dapat dilakukan dengan menggunakan larutan basa serta larutan asam selain HNO_3 . Setelah proses netralisasi selesai dilakukan proses pengeringan menggunakan oven dengan suhu 105°C selama 30 menit agar kadar air di dalam adsorben dapat hilang.

3.7.3 Non Aktivasi Adsorben

Pada penelitian ini selain menggunakan adsorben dengan aktivasi HNO_3 juga digunakan adsorben tanpa menggunakan aktivasi HNO_3 , hal ini bertujuan

agar dapat melakukan perbandingan antara perubahan yang terjadi di dalam gugus fungsi dari adsorben tersebut apakah dapat meningkatkan kemampuan penyerapan atau tidak.

3.7.4 Pembuatan Sampel Larutan Logam Kadmium (Cd)

Pembuatan sampel larutan dilakukan dengan pengenceran dari larutan standar logam Kadmium (Cd) 1000 mg/l lalu diencerkan menjadi larutan sampel yang mempunyai konsentrasi 50, 100, 150, 200, dan 300 mg/l.

3.7.5 Uji Massa Optimum

Pada pengujian ini dilakukan untuk mengetahui jumlah penyerapan logam Cd^{2+} yang bisa dilakukan oleh adsorben tulang sapi. Konsentrasi larutan logam Cd yang akan diuji sebesar 50 mg/l dengan volume 50 ml untuk masing-masing variasi massa 50 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, 400 mg dengan waktu pengadukan selama 120 menit dan pengadukan dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 150 rpm, untuk larutan yang akan diuji menggunakan pH 6, saat proses pengadukan harus dilakukan pengecekan pH setiap 30 menit sekali agar menghindari kondisi pH yang mungkin bisa saja berubah yang dapat mempengaruhi hasil akhir dari poses adsorpsi, dan pada penelitian ini digunakan larutan asam HNO_3 0,1 N untuk menurunkan pH larutan uji serta larutan basa NaOH untuk menaikkan pH larutan uji. Setelah selesai proses pengadukan, selanjutnya larutan disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan larutan dengan adsorben yang digunakan.

Tahap selanjutnya adalah pembuatan larutan standar dengan konsentrasi 0,1 mg/l, 0,5 mg/l, 1 mg/l, 1,5 mg/l, dan 2 mg/l untuk menguji batas maksimal dan batas maksimum konsentrasi larutan yang dapat dibaca oleh AAS. Dalam penelitian variabel massa adsorben, ada penambahan satu sampel tanpa adanya penambahan adsorben di dalam larutan yang akan menjadi kontrol, namun kondisi sampel yang menjadi kontrol haruslah memiliki kondisi yang sama dengan larutan yang diuji seperti pH, volume larutan, konsentrasi larutan, dan waktu pengadukan. Hal ini bertujuan untuk mengetahui apakah akan terjadi proses pengendapan

logam yang akan terjadi akibat adanya proses kimiawi saat pengadukan, jika terjadi proses pengendapan yang sangat besar maka hal tersebut akan sangat mempengaruhi hasil yang akan diuji artinya nanti proses adsorpsi yang semestinya dilakukan oleh adsorben pada kondisi tersebut jadi tidak bisa terhitung maksimal sebab telah banyak konsentrasi logam yang disisihkan oleh proses kimiawi.

Pada proses pembacaan AAS larutan harus diencerkan terlebih dahulu sebelum diuji karena konsentrasi awal yang digunakan sebesar 50 mg/l tidak dapat terbaca oleh AAS. AAS hanya bisa membaca larutan Cd kisaran 0,1-2 mg/l sehingga pada penelitian ini larutan uji akan diencerkan menjadi 1 mg/l (50x pengenceran) dengan cara mengambil 1 ml setiap sampel uji lalu diencerkan dengan aquades kedalam labu takar 50 ml sampai tanda batas. Kemudian kondisi pH larutan harus berada pada kondisi asam sekitar 2-5 maka ditambahkan larutan HNO_3 1 M sebanyak 3 tetes pada larutan uji yang telah diencerkan.

3.7.6 Uji pH Optimum

Pada percobaan ini akan dilakukan pengujian pH optimum. Variasi pH yang digunakan pada percobaan ini yaitu pH 4, 5, 6, 7, dan 8 serta 1 sampel sebagai kontrol. Sampel kontrol akan digunakan pH 8 konsentrasi larutan 50 mg/l, dan waktu kontak 2 jam dengan menggunakan *magnetic stirrer* untuk mengaduk larutannya. Dalam mengatur pH larutan tetap menggunakan larutan yang sama untuk menetralkan pH larutan.

Setelah selesai proses pengadukan, larutan disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan larutan dengan adsorben yang digunakan. Kemudian larutan yang telah disaring akan diencerkan menjadi konsentrasi 1 mg/l (50x pengenceran) dengan mengambil setiap sampel larutan sebesar 1 ml larutan kemudian diencerkan dengan aquades kedalam labu takar 25 ml sampai tanda batas lalu diberi label berdasarkan variasi pH larutan. Sebelum diuji menggunakan SSA maka larutan akan ditetesi 3 tetes larutan HNO_3 1M agar pH menjadi asam.

3.7.7 Uji Waktu Kontak Optimum

Uji waktu kontak optimum dilakukan dengan memvariasikan waktu masing-masing adalah 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Selain itu menggunakan massa optimum dan pH optimum adsorben tulang sapi teraktivasi untuk dipakai dalam pengujian ini dengan cara memasukkan massa optimum adsorben lalu menambahkan larutan logam Cd dengan konsentrasi 50 mg/l dengan pH optimum, kemudian dilakukan pengadukan dengan kecepatan 120 rpm lalu disaring untuk memisahkan adsorben dengan larutan, untuk diuji konsentrasi larutan yang tersisa dengan menggunakan alat AAS.

Setelah selesai proses pengadukan dan penyaringan kemudian larutan yang telah disaring akan diencerkan menjadi konsentrasi 1mg/l (50x pengenceran dengan mengambil setiap sampel larutan sebesar 0,5 ml larutan kemudian diencerkan dengan aquades kedalam labu takar 50 ml sampai tanda batas lalu diberi label berdasarkan variasi waktu larutan. Sebelum diuji menggunakan AAS maka larutan akan ditetaskan terlebih dahulu dengan larutan HNO₃ 1M agar pH menjadi asam. Terakhir menghitung removal penyerapan yang dilakukan pada setiap waktu yang digunakan.

3.7.8 Uji Adsorpsi Variasi Konsentrasi Logam Cd

Percobaan ini bertujuan untuk mengetahui sejauh mana kemampuan adsorben dari tulang sampai menyerap konsentrasi logam Cd yang cukup besar. Pada percobaan ini variasi konsentrasi yang digunakan adalah 50, 100, 150, 200, dan 300 mg/l. Selain itu menggunakan massa optimum dan pH optimum adsorben tulang sapi teraktivasi untuk dipakai dalam pengujian ini dengan cara memasukkan massa optimum adsorben lalu menambahkan larutan logam Cd dengan konsentrasi 50 mg/l dengan pH optimum, kemudian dilakukan pengadukan dengan kecepatan 120 rpm lalu disaring untuk memisahkan adsorben dengan larutan, untuk diuji konsentrasi larutan yang tersisa dengan menggunakan alat AAS.

Setelah selesai proses pengadukan dan penyaringan kemudian larutan yang telah disaring akan diencerkan menjadi konsentrasi 1 mg/l (50x pengenceran

dengan mengambil setiap sampel larutan sebesar 0,5 ml larutan kemudian diencerkan dengan aquades kedalam labu takar 50 ml sampai tanda batas lalu diberi label berdasarkan variasi waktu larutan. Sebelum diuji menggunakan AAS maka larutan akan ditetaskan terlebih dahulu dengan larutan HNO_3 1M agar pH menjadi asam. Terakhir kita dapat menghitung besaran removal.

3.7.9 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 paling mendekati 1 dari kedua perhitungan pemodelan tersebut.