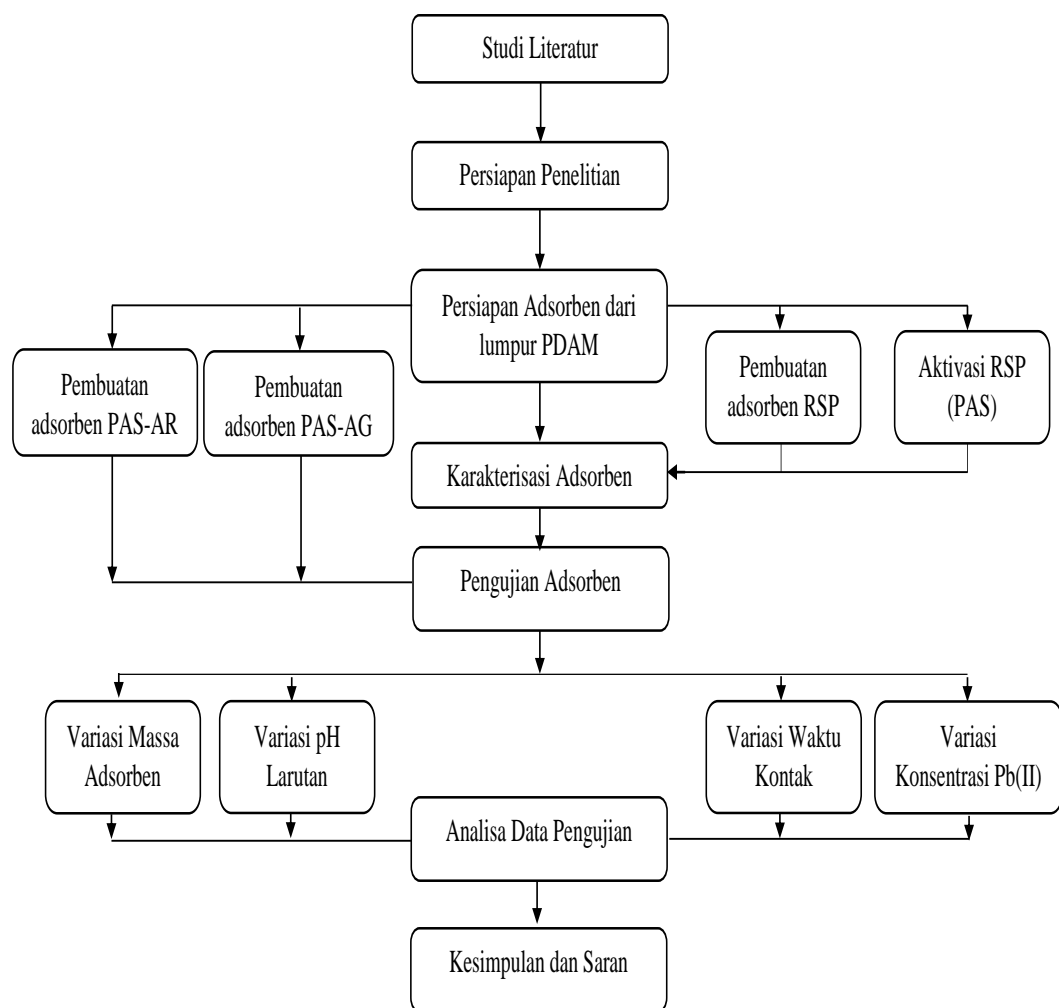


BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Diagram Alir Penelitian

Pada penelitian ini, terdapat metode yang dilakukan secara sistematis untuk menganalisis kapasitas adsorpsi lumpur PDAM Tirta Binangun Kulon Progo terenkapsulasi oleh gel alginat dan agar seperti yang terdapat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian Secara Keseluruhan

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *orbital shaker* K Model VRN-360, neraca analitik Ohaus Adventure Pro AV264C USA, *magnetic stirrer*, gelas beaker, erlenmeyer, karet hisap, stopwatch, spatula, oven, kertas saring, sendok, thermometer, pH meter (LT Lutron PH-201), pipet tetes, pipet volume, Spektrofotometer Serapan Atom (A GBC-6840), *Elemental Analyzer* (MICRO CORDER JM-10, Science Lab Co., Kyoto, Jepang), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (JEOL JSM-7610F), *BET Surface Area Analyzer* (SAA) (BELSORP-mini, BEL Japan Inc., Osaka, Jepang), *FTIR Analyzer* (NICOLET AVATAR 360 IR), ICP-AES (ICPE-9000 *Shimadzu Plasma Atomic Emission Spectrofotometer*).

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah lumpur PDAM Tirta Binangun, natrium alginat (Wako Pure Chemicals Pro), Agar, kalsium diklorida ($\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (MERCK), H_3PO_4 1 M (MERCK), larutan HNO_3 0,1 M dan 1 M, larutan NaOH 0,1 M dan 1 M, garam $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (MERCK), kertas saring Whatman No.42 dan aquades.

3.3. Lokasi Penelitian

Lokasi pengambilan sampel lumpur PDAM berada di PDAM Tirta Binangun Kulon Progo. Lokasi pengujian adsorpsi dan analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Kualitas Lingkungan Jurusan Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia dan lokasi karakterisasi adsorben lainnya dilakukan di *Laboratory of Environmental Analysis and Remediation, Graduate School of Environmental Science, Hokkaido University*, Jepang.

3.4. Variabel Penelitian

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

3.4.1. Variabel Terikat

Adapun variabel terikat untuk sampel RSP, PAS, PAS-AR, dan PAS-AG adalah sebagai berikut:

1. Adsorben Lumpur PDAM Tirta Binangun Kulon Progo.
2. Aktivasi dengan H_3PO_4 1 M dengan kuantitas 4 mL tiap 1 gram adsorben, berdasarkan penelitian sebelumnya (Siswoyo *et al.*, 2014).
3. Enkapsulasi dengan agar dan gel alginat.
4. Kecepatan perputaran 150 rpm.
5. Konsentrasi larutan natrium alginat yang digunakan adalah sebesar 3%.

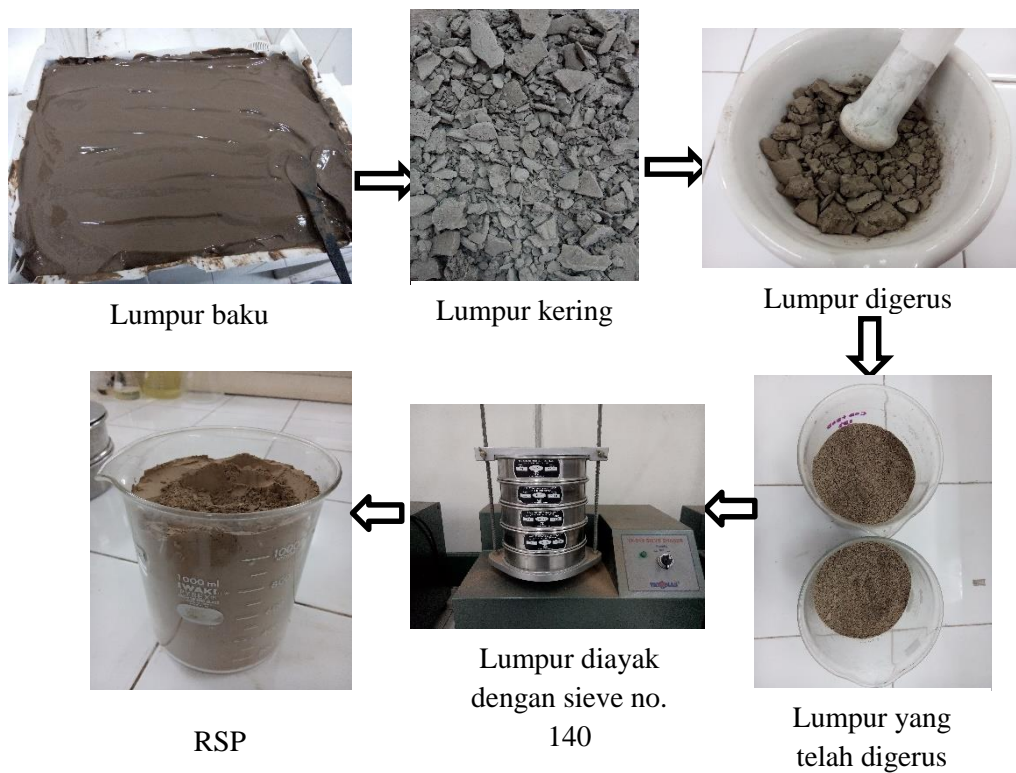
3.4.2. Variabel Bebas

1. Dosis adsorben : 50 mg, 100 mg, 200 mg, 400 mg, dan 500 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, 200 ppm, 500 ppm, 750 ppm, 1000 ppm, 1250 ppm dan 1500 ppm.

3.5. Pembuatan Adsorben

3.5.1. Raw Sludge Powder (RSP)

Preparasi adsorben dilakukan dengan mengadopsi metode yang dilakukan Siswoyo *et al.* (2014). *Raw Sludge Powder* dibuat dengan cara mencuci lumpur PDAM hingga hilang pengotor-pengotornya terutama partikel diskrit. Kemudian, lumpur dikeringkan menggunakan oven dengan suhu $60^{\circ}C$ selama 1-2 hari. Setelah kering, lumpur dihaluskan dan diayak dengan *sieve shaker* menggunakan saringan No. 140. Lumpur yang lolos dari saringan tersebut selanjutnya akan digunakan untuk uji adsorpsi dan sebagai bahan PAS.



Gambar 3.2. Proses Pembuatan RSP

3.5.2. *Powder Activated Sludge (PAS)*

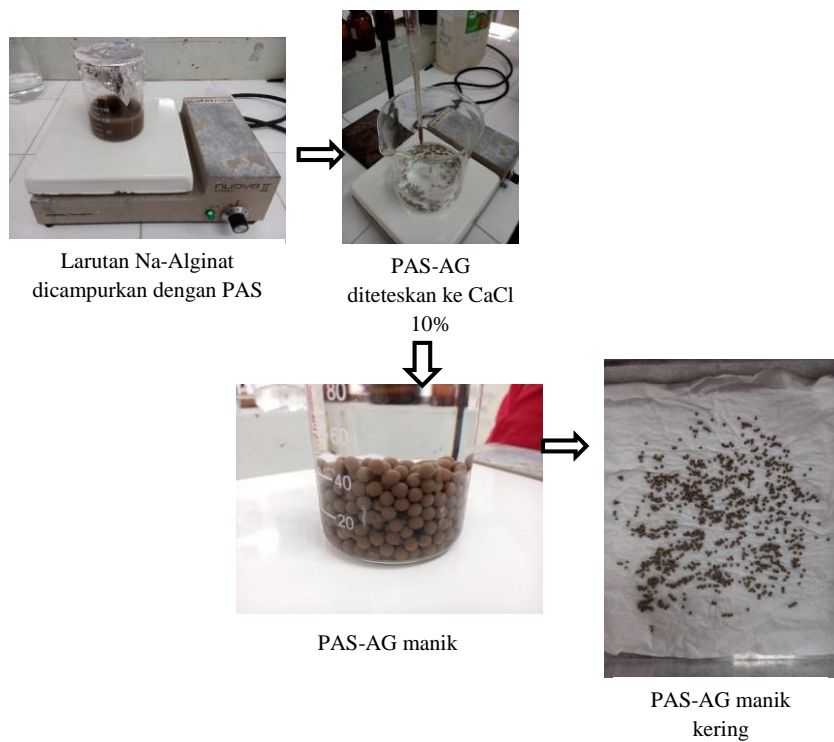
PAS dibuat dengan cara merendamkan RSP dengan H_3PO_4 1 M menggunakan perbandingan 1 gram adsorben : 4 mL H_3PO_4 1 M selama 24 jam. Setelah 24 jam, PAS dicuci hingga pH mendekati 5. Setelah itu, sampel dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 60°C selama 24 jam dan dihaluskan kembali.



Gambar 3.3. RSP Direndam dengan H_3PO_4 1 M

3.5.3. PAS-AG

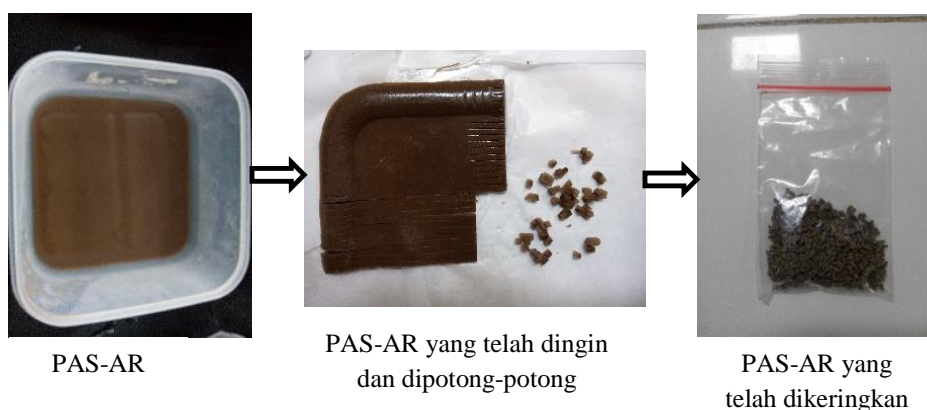
Dalam pembuatan PAS-AG, digunakan larutan natrium alginat 3% dengan volume 30 mL. Larutan tersebut dicampurkan dengan 2 gram PAS dan diaduk selama 10 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Untuk membentuk gel, larutan diteteskan ke CaCl_2 10 % dengan menggunakan pipet ukur. Bulir-bulir PAS-AG yang terbentuk didiamkan selama 30 menit dan dicuci menggunakan aquades. Kemudian, PAS-AG dikeringkan dengan suhu 70°C selama 3 jam. Teknik enkapsulasi mengacu pada penelitian sebelumnya (Vipin *et al.*, 2013) yang berjudul *Prussian Blue Caged In Alginate/Calcium Beads As Adsorbents For Removal Of Cesium Ions From Contaminated Water*.



Gambar 3.4. Proses Pembuatan PAS-AG

3.5.4. PAS-AR

PAS-AR dibuat dengan mencampurkan PAS dan agar dengan perbandingan 1 gram agar : 2,5 gram PAS. Kemudian, ditambahkan aquades sebanyak 40 mL dan dipanaskan hingga mendidih. PAS-AR kemudian diletakkan di wadah. Setelah mengeras, PAS-AR dipotong kecil-kecil kurang lebih 2 mm. Kemudian, PAS-AR dikeringkan dengan suhu 40⁰C selama 6 jam. Prinsip kerja teknik enkapsulasi dengan menggunakan agar mengacu pada penelitian sebelumnya (Siswoyo *et al.*, 2014) yang berjudul *Agar-Encapsulated Adsorbent Based on Leaf of Platanus Sp To Adsorb Cadmium Ion in Water*.



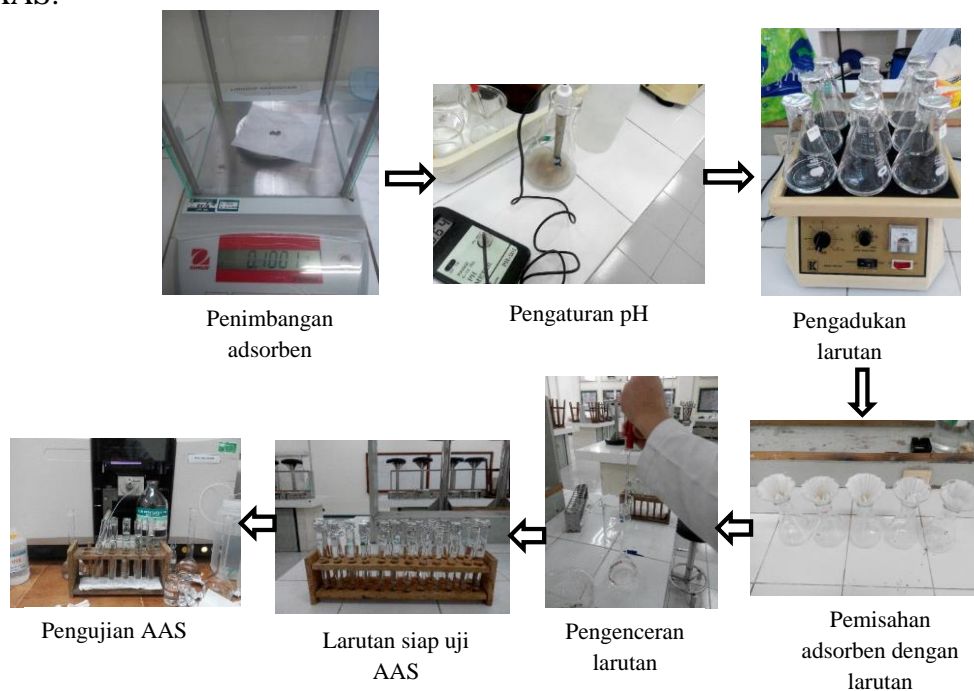
Gambar 3.5. Pembuatan PAS-AR

3.6. Karakterisasi Adsorben

Scanning Electron Microscopy (JEOL JSM-7610F) untuk mengetahui penampang permukaan, *BET Surface Area Analyzer* (SAA) (BELSORP-mini, BEL Japan Inc., Osaka, Jepang) untuk mengetahui luas permukaan dan volume pori adsorben, *FTIR Analyzer* (NICOLET AVATAR 360 IR) untuk mengetahui gugus fungsi dalam adsorben dan *ICP-AES* (ICPE-9000 *Shimadzu Plasma Atomic Emission Spectrofotometer*) untuk mengetahui konsentrasi logam dalam adsorben, dan *elemental analyzer* untuk menganalisis kadar C, H, N, O dan debu.

3.7. Proses Adsorpsi

Dalam proses adsorpsi ini, terdapat beberapa langkah umum yang dilakukan yaitu penimbangan massa adsorben, pengaturan pH, pengadukan suspensi, pemisahan adsorben dengan air (penyaringan), pengenceran larutan, dan pengujian AAS.



Gambar 3.6. Proses-Proses Umum pada Adsorpsi

3.7.1. Variasi Massa Adsorben

Pada proses pengujian pengaruh variasi massa ini, massa adsorben RSP dan PAS yang digunakan adalah 50 mg, 100 mg, 200 mg, 400 mg, dan 500 mg, dengan menggunakan waktu kontak 120 menit, pH larutan 6, dan 50 mL larutan Pb(II) 10 ppm dan 200 ppm pada suhu ruangan. Dosis optimum yang didapatkan akan digunakan sebagai acuan untuk pengujian selanjutnya dan proses enkapsulasi.

3.7.2. Variasi pH larutan

Pada proses pengujian pH larutan, massa adsorben yang digunakan adalah massa optimum dari pengujian sebelumnya yaitu 200 mg RSP dan 100 mg PAS dengan waktu kontak 120 menit dan 50 mL larutan Pb(II) 200 ppm pada suhu ruangan. Adapun variasi pH yang digunakan yaitu 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8.

3.7.3. Variasi Waktu Kontak

Pada penelitian ini, digunakan variasi waktu untuk adsorben RSP dan PAS adalah 15, 30, 60, 90, dan 120 menit. Sedangkan untuk adsorben PAS-AR dan PAS-AG adalah 1, 2, 4, 6, 12 dan 24 jam. Massa adsorben yang digunakan adalah 200 mg RSP, 100 mg PAS, 100 mg PAS-AR, dan 100 mg PAS-AG. Digunakan 50 mL larutan Pb(II) 200 ppm dan pH larutan 6.

3.7.4. Variasi Konsentrasi Adsorbat.

Variabel konsentrasi larutan Pb(II) yang digunakan pada penelitian ini adalah 10, 200, 500, 750, 1000, 1250, dan 1500 ppm dengan massa adsorben yang digunakan seperti pada pengujian variasi waktu kontak. Waktu kontak yang digunakan untuk adsorben RSP dan PAS adalah 120 menit dan untuk adsorben PAS-AR dan PAS-AG adalah 4 jam dengan pH larutan 6.



Gambar 3.7. Larutan-Larutan yang Digunakan pada Variasi Konsentrasi Adsorbat

3.8. Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengidentifikasi kapasitas adsorpsi dari RSP, PAS, PAS-AG, dan PAS-AR terhadap ion logam Pb(II) dengan menggunakan variabel bebas dan terikat seperti yang telah ditentukan sebelumnya. Penelitian ini menggunakan reaktor *batch* dengan langkah kerja terlampir. Dari hasil penelitian ini, akan dibandingkan efisiensi adsorpsi dari 4 sampel tersebut. Metode pengumpulan data ini mengacu pada SNI 6989.8:2009 tentang Cara uji Timbal (Pb) Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala.

3.9. Analisa Data

Setelah dilakukan percobaan dan diperoleh data, dilakukan analisa terhadap data yang diperoleh. Analisis data berguna untuk mengetahui penyisihan logam Pb(II) dengan adsorben RSP, PAS, PAS-AG, dan PAS-AR. Kecenderungan dapat diketahui dengan melihat nilai koefisien korelasi (R) dari regresi trend linear, logaritma, serta eksponensial. Selanjutnya, dilakukan pula analisa terhadap nilai x/m untuk mengetahui berat ion logam teradsorpsi maksimum per gram berat biosorben. Metode pengolahan data didapat dengan dilakukan penentuan isotherm menggunakan isotherm Freundlich dan Langmuir. Adapun beberapa formula yang digunakan untuk mengetahui efisiensi penyisihan ion logam Pb(II) adalah sebagai berikut:

$$\text{Rata-rata penyisihan: } q(\%) = \frac{(C_0 - C) \times 100}{C_0} \quad (1)$$

$$\text{Kapasitas Adsorpsi: } Q = \frac{(C_0 - C) \times V}{m} \quad (2)$$

Dimana q adalah removal dari ion logam, Q adalah kapasitas adsorpsi dengan satuan mg/g, C_0 adalah konsentrasi awal larutan Pb(II), C adalah konsentrasi akhir larutan Pb(II), V adalah volume dari larutan Pb(II) (mg/L), dan m adalah dosis dari adsorben (gram).