

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alur Penelitian

Dalam menjalankan penelitian ini, untuk mencapai hasil dan kesimpulan, alur yang dijalankan diawali dengan perumusan masalah dari latar belakang yang ada. Selanjutnya untuk menyikapi jalan keluar dari permasalahan yang sudah dirumuskan, dilakukan studi pustaka untuk mencari informasi serta dasar teori yang mengacu pada pemecahan masalah. Kemudian dilakukan penelitian dan pengumpulan data dengan prosedur dan variabel yang mengacu pada studi pustaka. Data yang didapatkan dari penelitian dan pengumpulan kemudian dioalah dan dianalisa untuk mendapatkn hasil dan kesimpulan. Adapun digram alir metodologi penelitian yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.1. berikut :



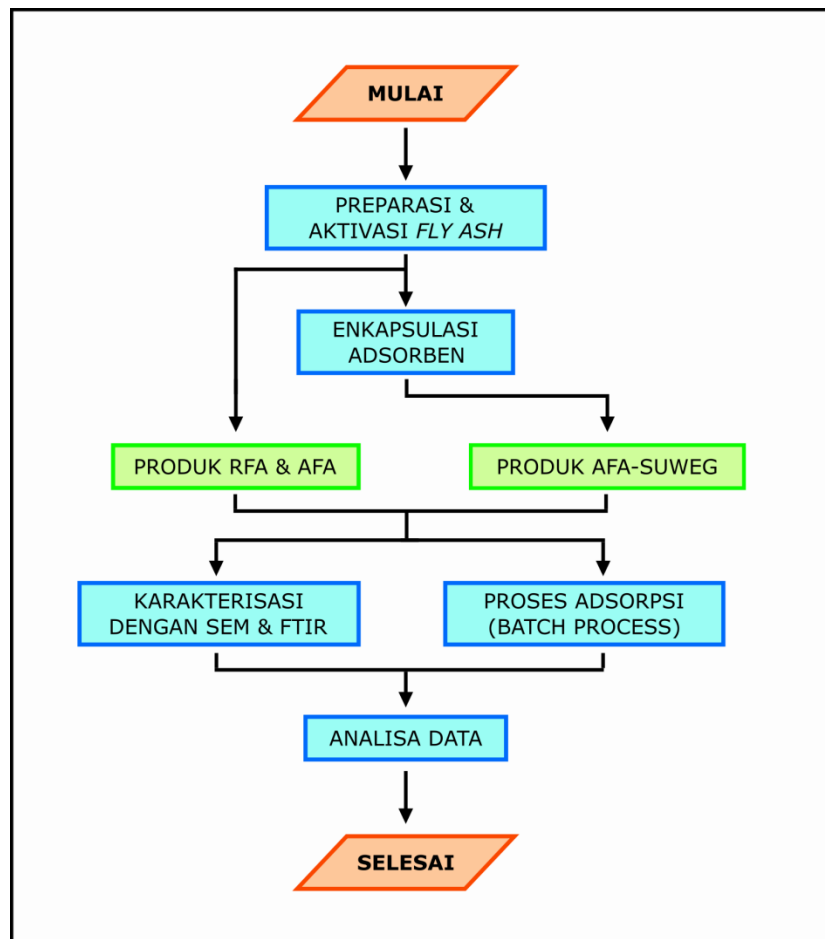
Gambar 3.1. – Diagram Alir Alur Penelitian

3.2 Studi Pustaka

Studi pustaka pada penelitian ini dilakukan untuk mencari informasi serta dasar teori yang jelas sebagai referensi dalam menjalankan penelitian. Studi pustaka dalam penelitian ini dilakukan dengan menggali informasi dari buku teks ataupun *e-book* yang kredibel, laporan hasil penelitian-penelitian sebelumnya, jurnal publikasi skala nasional maupun internasional, teori dari *website* yang kredibel, serta sumber-sumber lain yang kredibilitasnya sudah terjamin. Dengan penggunaan sumber-sumber yang terpercaya tersebut, diharapkan luaran dari penelitian ini valid dan sesuai dengan teori yang ada.

3.3 Prosedur Penelitian dan Analisa Data

Secara garis besar, terdapat 5 (lima) rangkaian langkah percobaan pada prosedur penelitian ini. Adapun rangkaian langkah percobaan tersebut diawali dengan aktivasi *fly ash* dan enkapsulasi *fly ash* sebagai prosedur preparasi dan modifikasi adsorben, dilanjutkan karakterisasi *fly ash*, selanjutnya proses adsorpsi terhadap *methylene blue* dengan *fly ash* hasil modifikasi, serta yang terakhir adalah analisa data hasil percobaan. Adapun gambaran urutan prosedur kerja dalam diagram alir dapat dilihat pada Gambar 3.2. berikut :



Gambar 3.2. – Diagram Alir Prosedur Kerja Penelitian

Bahan baku utama yang digunakan dalam melakukan penelitian ini antara lain adalah *fly ash* (abu terbang) sebagai adsorben, tepung pati/glikomanan suweg

(*Amorphophallus campunalatus*) sebagai materi enkapsulat, dan zat warna *methylene blue* sebagai media adsorbat. Adapun *fly ash* yang digunakan merupakan produk samping (*by-product*) kegiatan pembakaran batubara yang didapat dari *fly ash silo* PT. Komipo Pembangkitan Jawa Bali, sebagai perusahaan O/M (*operator and maintenance*) Unit 3 dan 4 PLTU Tanjung Jati B, Kabupaten Jepara, Jawa Tengah. Sedangkan tepung pati suweg yang digunakan merupakan bahan yang umum dijual di pasaran dan merupakan tepung hasil olahan umbi suweg lokal.

3.3.1 Preparasi dan Aktivasi *Fly Ash*

Dalam penelitian ini, *Raw Fly Ash* (RFA) akan aktivasi secara kimiawi menjadi *Activated Fly Ash* (AFA) dengan larutan alkali bersifat basa kuat yaitu NaOH. Ada dua jenis larutan alkali bersifat basa yang biasa digunakan sebagai aktivator karbon, yaitu NaOH dan KOH. Namun berdasarkan X. Querol dkk (2002), larutan NaOH memiliki efisiensi konversi *fly ash* menjadi zeolit dibandingkan dengan larutan KOH pada suhu yang sama. Sehingga pada penelitian, basa yang digunakan adalah larutan NaOH.

Metode aktivasi *fly ash* yang digunakan diadopsi dan divariasikan dari prosedur penelitian Sholeh dkk (2012), Jumaeri dkk (2007) dan Astuti dkk (2012) yang dikolaborasikan dan sedikit dimodifikasi. Adapun prosedur tersebut adalah seperti sebagai berikut :

- a. RFA diayak dan dihaluskan menggunakan *sieve shaker* dengan ukuran No. 140. RFA disisihkan sebagian untuk keperluan karakterisasi pada prosedur-prosedur berikutnya.
- b. Larutan NaOH dengan konsentrasi 3M dicampurkan dengan RFA, dengan rasio 6 mL larutan NaOH untuk tiap 1 gr RFA. RFA dibiarkan terendam selama 24 jam.
- c. Campuran kemudian dipanaskan dalam oven selama 6 jam pada suhu 60-90°C dalam keadaan refluks tertutup.

- d. Hasil pemanasan secara refluks tertutup selanjutnya dicuci dengan pembilasan aquades hingga pH statis.
- e. Abu hasil cucian dipanaskan kembali dalam oven bersuhu 120°C selama 4 jam atau hingga benar-benar kering.
- f. Padatan hasil pengeringan selanjutnya diayak menggunakan *sieve shaker* No.200 atau seukuran 75 µm.
- g. Abu hasil aktivasi atau AFA selanjutnya disimpan dalam wadah tertutup dan siap untuk digunakan pada langkah-langkah selanjutnya.

3.3.2 Enkapsulasi

AFA yang didapatkan pada prosedur aktivasi, kemudian akan diberi perlakuan enkapsulasi dengan pati/glikomanan suweg. Adapun perlakuan enkapsulasi terhadap AFA ini mengikuti prosedur yang dilakukan oleh Lestari dkk (2016) dengan menyesuaikan penambahan AFA sebagai adsorben terenkapsulat. Berikut merupakan rincian prosedur enkapsulasi suweg terhadap AFA:

- a. Satu gram pati suweg dan 2,5 gram AFA yang telah disiapkan dicampurkan dengan 40 mL aquades dalam geles baker 100 mL.
- b. Campuran selanjutnya dipanaskan 90°C seraya diaduk menggunakan *magnetic stirer* yang dilengkapi dengan *heater* selama 30 menit untuk membentuk gelatin.
- c. Campuran kemudian didinginkan selama 3 hari pada *freezer* bersuhu 5°C hingga gel pati terbentuk.
- d. Gel pati terbentuk kemudian dipotong kecil-kecil dan dipilin hingga berbentuk manik-manik berdiameter 1-2 mm.
- e. Manik-manik gel pati selanjutnya dibekukan kembali selama 12 jam.
- f. Manik-manik gel pati kemudian direndam pada etanol selama 2 jam.
- g. Kemudian produk dikeringkan pada suhu 50°C selama 3 jam menggunakan *waterbath* guna menghilangkan etanol.

- h. Produk hasil enkapsulasi kemudian disimpan dalam wadah tertutup dan siap digunakan dalam tahap-tahap penelitian selanjutnya.

Selanjutnya AFA hasil enkapsulasi akan disebut sebagai AFA-Suweg.

3.3.3 Karakterisasi Adsorben

Pada prosedur karakterisasi adsorben, adsorben yang akan diamati karakternya adalah RFA, AFA, AFA-Suweg, serta ketiga jenis adsorben tersebut setelah digunakan dalam proses adsorpsi. Beberapa hal yang menjadi perhatian untuk karakterisasi adsorben tersebut adalah karakterisasi penampang permukaan dan karakterisasi gugus fungsi.

Dalam karakterisasi, masing-masing parameter menggunakan alat yang berbeda-beda. Pada penelitian ini, karakterisasi dilakukan dengan menggunakan alat-alat yang tersedia di Laboratorium Kualitas Air, Jurusan Teknik Lingkungan, Universitas Islam Indonesia dan Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia. Adapun karakterisasi morfologi penampang permukaan diamati menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (PHENOM WORLD PW-100-014 X-Pro) dan karakterisasi gugus fungsi dilakukan dengan *FTIR Analyzer* (NICOLET AVATAR 360 IR).

3.3.4 Proses Adsorpsi

Pada penelitian ini, proses adsorpsi masing-masing jenis adsorben (RFA, AFA, AFA-Suweg) akan dilakukan secara *batch*, dengan variasi massa adsorben, variasi pH larutan adsorbat, variasi waktu kontak, dan variasi konsentrasi awal adsorbat. Proses adsorpsi secara *batch* dilakukan dengan *automatic shaker* dengan kecepatan 250 rpm. Tingkat derajat keasaman larutan sampel dikontrol pada menit ke-10 dan menit ke-30 di awal proses guna menstabilkan pH lingkungan

proses adsorpsi. Larutan hasil proses adsorpsi selanjutnya diukur kadar warnanya menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 650 nm.

1. Variasi Massa Adsorben

Pada prosedur pengujian dengan variasi massa ini, diawali dengan pengujian RFA dan AFA dengan 5 varian massa serta sampel dengan massa adsorben 0 mg sebagai blangko. Sehingga terdapat 6 sampel uji yang masing-masing 0 mg, 100 mg, 200 mg, 300 mg, 400 mg dan 500 mg dengan menggunakan waktu kontak 120 menit, pH larutan 7,0 dan 50 mL larutan *methylene blue* dengan konsentrasi 20 mg/L pada suhu ruangan. Nilai pH 7,0 digunakan sebagai nilai pH yang netral. Dosis optimum yang didapatkan, selanjutnya akan digunakan untuk pengujian-pengujian berikutnya dan proses enkapsulasi.

2. Variasi pH Larutan

Pada pengujian variasi pH larutan ini, adsorben yang diuji adalah RFA dan AFA. Massa adsorben yang digunakan adalah massa optimum yang didapatkan dari pengujian sebelumnya dengan waktu kontak 120 menit dan volume larutan *methylene blue* sebanyak 50 mL pada konsentrasi 20 mg/L pada suhu ruangan. Adapun varian pH yang digunakan adalah 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, dan 10. Tingkat derajat keasaman dengan hasil paling optimal selanjutnya digunakan pada pengujian-pengujian selanjutnya.

3. Variasi Waktu Kontak

Pada pengujian variasi waktu kontak ini, adsorben yang diuji dan dibandingkan hasilnya adalah RFA, AFA, dan AFA-Suweg. Massa adsorben dan pH larutan yang digunakan adalah massa dan pH optimum yang didapatkan dari pengujian sebelumnya. Adapun variasi waktu kontak untuk RFA dan AFA

adalah 15, 30, 60, 90, 120 menit, serta 24 jam. Sedangkan untuk AFA-Suweg, waktu kontakannya adalah selama 1, 2, 3, 6, 12 dan 24 jam.

Varian waktu kontak untuk produk adsorben AFA-Suweg sengaja dibuat dengan variasi lebih lama ketimbang varian pada produk adsorben RFA dan AFA karena menurut Hassan dkk (2014), pada adsorben terenkapsulasi akan terjadi tiga jenis transport massa pada proses adsorpsinya. Pertama difusi zat terlarut (adsorbat) pada film permukaan enkapsulat, selanjutnya pergerakan difusi pori zat terlarut di dalam matriks enkapsulat, hingga akhirnya zat terlarut teradsorp di situs aktif pada permukaan adsorben. Sehingga proses tersebut membutuhkan waktu kontak yang lebih lama.

Berdasarkan teori tersebut maka dihipotesakan proses adsorpsi pada AFA-Suweg akan berjalan lebih lambat dan memakan waktu lebih lama. Selanjutnya varian waktu kontak paling optimum dari ke-tiga pengujian tersebut selanjutnya digunakan untuk pengujian variasi konsentrasi awal adsorbat.

4. Variasi Konsentrasi Awal Adsorbat (*Methylene Blue*)

Pada pengujian ini, adsorben yang diuji dan dibandingkan hasilnya adalah RFA, AFA, dan AFA-Suweg. Dengan menggunakan dosis, pH, dan waktu kontak optimum yang didapat dari pengujian sebelumnya, variasi adsorbat yang diuji antara lain adalah larutan *methylene blue* sepekat 10 mg/L, 20 mg/L, 40 mg/L, 50 mg/L, 60 mg/L, 80 mg/L, dan 100 mg/L.

3.3.5 Analisis Data

Analisa data adalah kesatuan prosedur kerja untuk mengolah, menyusun dan melakukan analisa terhadap data. Data yang diolah, disusun dan dianalisa akan diberikan bahasan yang sesuai serta dilakukan perbandingan terhadap teori yang kredibel atau penelitian-penelitian sebelumnya.

Adapun detail penyusunan, pengolahan dan analisa data pada penelitian ini adalah seperti sebagai berikut :

1. Analisa Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi fisik dari adsorben akan dianalisa dan diberikan bahasan berdasarkan hasil tampak visual dari instrumen SEM. Penampang fisik dari adsorben yang belum teraktivasi, teraktivasi, dan terenkapsulasi sebelum dan setelah proses penggunaan adsorpsi akan dibandingkan pada struktur penampangnya. Sedangkan karakterisasi komponen kimiawi hasil uji alat FTIR juga akan dianalisa dan dibandingkan antar gugus fungsi adsorben belum teraktivasi, teraktivasi dan terenkapsulasi sebelum dan setelah proses penggunaan adsorpsi.

2. Analisa Data Hasil Proses Adsorpsi

Prosedur adsorpsi pada penelitian ini mengacu pada proses secara *batch*, kemudian pengolahan dan analisa data hasil penelitian dari berbagai variasi variabel bebas akan dihitung kapasitas adsorpsi dan efisiensi removal adsorpsinya. Kondisi paling optimum dari masing-masing variasi variabel digunakan dalam uji variasi konsentrasi adsorbat. Selanjutnya hasil variasi konsentrasi adsorbat untuk masing-masing jenis adsorben dibandingkan hasilnya dengan perhitungan menggunakan persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich yang umum digunakan untuk menganalisa kecenderungan pola adsorpsi. Selanjutnya hasil perbandingan akan menjadi isi kesimpulan.