

BAB III

METODE PENELITIAN

1.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan selama lima bulan. Dimulai pada bulan Juni sampai bulan November 2018. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, UPI. Adapun beberapa analisis yang dilakukan seperti analisis *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis *Fourrier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Program Studi Kimia ITB.

Analisis *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray Spectrometer* (SEM EDS) dilakukan di Laboratorium Hidrogeologi dan Hidrogeokimia Program Studi Pertambangan ITB. Analisis *Surface Area Analyzer Brunauer-Emmet-Teller* (SAA BET) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknik Mineral dan Batu Bara (tekMIRA).

1.2 Alat dan Bahan

1.2.1 Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan untuk preparasi sampel gambut dan uji adsorpsi yaitu spatula, cawan krus, lumpang dan alu, oven merk memmert, tapisan 35 mesh, blender merk cosmos, kaca arloji, desikator, labu ukur (10 mL, 25 mL, 50 mL, 100 mL), gelas kimia (250 mL, 500 mL, 1000 mL), gelas ukur 100 mL, pipet tetes, pipet ukur (1 mL, 5 mL), neraca analitik, statif dan klem, corong kaca, botol plastik, labu erlenmeyer 250 mL, mesin *shaker*, pH meter merk Toledo, kertas saring whatman 40.

Karakterisasi sampel menggunakan alat *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) merk WFX 130A, *Surface Area Analyzer Brunauer-Emmet-Teller* (SAA BET) merk QuadraSorb Station 2 version 5.06, *Fourrier Transform Infra Red* (FTIR) merk Prestige 21 Shimadzu, *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray Spectrometer* (SEM EDS) merk JEOL JSM-6510A.

1.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tanah gambut di ambil dari daerah Kabupaten Pelalawan, Provinsi Riau dengan pemberian kode berdasarkan letak pengambilan tanah yang berbeda yaitu PL-13, PL-21 dan PL 26

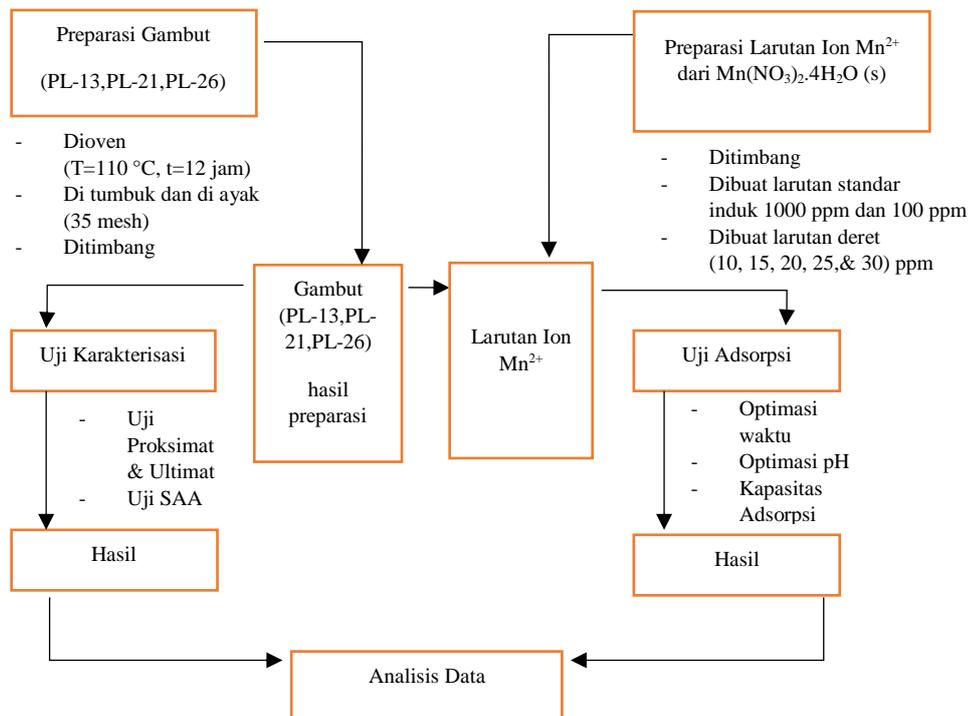
bekerja sama dengan Departemen ESDM (Energi Sumber Daya dan Mineral), padatan $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (Merck), NaOH, HNO_3 , Aquabides. Semua bahan kimia bersifat analitis.

1.3 Tahapan Penelitian

Secara umum, penelitian ini dibagi menjadi 4 tahap yaitu:

1. Preparasi sampel gambut dan larutan ion Mn^{2+} ,
2. Uji karakterisasi sampel gambut,
3. Uji adsorpsi, dan
4. Analisis data hasil pengujian.

1.4 Bagan Alir Penelitian



Gambar 3.1 Skema Penelitian

1.5 Prosedur Penelitian

1.5.1 Preparasi Sampel

1.5.1.1 Penentuan Kadar Air

Pada penelitian ini sampel didapat dari hasil kerjasama dengan Departemen ESDM yaitu gambut dengan kode sampel PL-13, PL-21, dan PL-26 dengan lokasi pengambilan sampel dari kabupaten pelalawan, provinsi Riau dan mahakam ulu, Kalimantan Timur.

Gambut dengan kode PL-13, PL-21, dan PL-26 memiliki kandungan air yang tinggi dengan warna coklat kehitaman. Untuk menentukan kadar air gambut pertama cawan dan tutup yang sudah bersih dan kering di timbang. Sampel gambut PL-13, PL-21, dan PL-26 ditimbang masing-masing 2,0 gram kemudian di masukan ke dalam cawan.

Cawan berisi sampel di timbang tanpa tutup dan dengan tutup. Cawan berisi sampel gambut dikeringkan dengan cara dimasukan ke dalam oven dengan suhu 105°C sampai berat konstan tanpa ditutup. Lalu cawan ditutup dan didinginkan dalam desikator kemudian ditimbang.

Perhitungan kadar air menggunakan rumus sebagai berikut (SNI, 2008):

$$w = \frac{(w_1 - w_2)}{(w_2 - w_3)} \times 100\% \quad (9)$$

Dengan : w adalah kadar air (%). W_1 adalah berat cawan dan tanah gambut (gram). W_2 adalah berat cawan dan tanah gambut kering (gram). W_3 adalah berat cawan (gram). $(W_1 - W_2)$ adalah berat air (gram). $(W_2 - W_3)$ adalah berat tanah gambut kering (partikel padat) (gram).

1.5.1.2 Preparasi Gambut

Gambut yang masih basah dimasukan ke cawan porselen kemudian dikeringkan di dalam oven dengan suhu 110°C selama 12 jam. Gambut kering ditimbang di neraca analitik lalu ditumbuk menggunakan alu dan lumpang. Setelah gambut menjadi serbuk kemudian diayak menggunakan tapisan 35 mesh. Hasil ayakan ditimbang di neraca analitik kemudian gambut serbuk dimasukan ke dalam botol plastik.

1.5.2 Preparasi Larutan Ion Mn^{2+} dari $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ (s)

Larutan ion Mn^{2+} dibuat dari padatan $Mn(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$. Sejumlah padatan dimasukan pada kaca arloji untuk ditimbang ke dalam neraca analitik. Padatan yang ditimbang sesuai hasil perhitungan untuk membuat larutan standar induk ion Mn^{2+} 1000 ppm dalam 100 mL labu ukur. Dari larutan standar induk ion Mn^{2+} 1000 ppm dalam 100 mL labu ukur diencerkan untuk membuat larutan standar kerja ion Mn^{2+} 100 ppm dalam 50 mL labu ukur.

Larutan standar kerja ion Mn^{2+} 100 ppm dalam 50 mL labu ukur kemudian diencerkan dengan konsentrasi 50 dan 70 ppm untuk penentuan optimasi waktu Adsorpsi. Pengenceran larutan standar kerja ion Mn^{2+} untuk optimasi pH

menggunakan konsentrasi 50 ppm. Larutan standar deret kerja 10, 15, 20, 25, 30 ppm digunakan pada pengujian kapasitas adsorpsi (Aditya dkk, 2016).

1.5.3 Proses Adsorpsi

1.5.3.1 Penentuan Optimasi Waktu

Proses adsorpsi ion Mn^{2+} pada gambut dilakukan dengan metode *batch*. Untuk menentukan optimasi waktu adsorpsi ion Mn^{2+} pada gambut dibuat larutan ion Mn^{2+} dengan konsentrasi 50 dan 70 ppm dengan volume masing-masing 25 mL dalam labu ukur, kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL lalu ditambahkan masing-masing adsorben gambut sebanyak 0,05 gram.

Campuran ini diaduk dengan mesin *shaker* berkecepatan 230 rpm dengan variasi waktu 30, 120, 360, 480, dan 600 menit. Setelah itu larutan ion Mn^{2+} dipisahkan dari adsorben gambut dengan proses filtrasi. Konsentrasi ion Mn^{2+} ditentukan dengan AAS. Berdasarkan kurva standar Mn^{2+} , dihitung konsentrasi ion Mn^{2+} sisa. Kemudian dihitung daya adsorpsinya dan dibuat kurva waktu adsorpsi terhadap daya adsorpsi (Aditya dkk, 2016);(Lestari, 2017).

Jumlah ion Mn^{2+} yang teradsorpsi (Q_e , $mg L^{-1}$) dihitung dari perbedaan konsentrasi antara awal (C_0 , $mg L^{-1}$) dan ekuilibrium (C_e , $mg L^{-1}$) larutan melalui persamaan berikut:

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \quad (10)$$

dimana C_0 dan C_e ($mg L^{-1}$) adalah konsentrasi awal dan ekuilibrium dari Mn^{2+} dalam larutan, masing-masing, V (L) adalah volume larutan adsorpsi, dan m (g) adalah berat kering adsorben gambut (Tang *et. al.*, 2017).

1.5.3.2 Penentuan Optimasi pH

Proses adsorpsi ion Mn^{2+} pada gambut dilakukan dengan metode *batch*. Untuk menentukan optimasi pH adsorpsi ion Mn^{2+} pada gambut dibuat larutan ion Mn^{2+} dengan konsentrasi 50 ppm dengan volume masing-masing 25 mL dalam labu ukur, kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL lalu ditambahkan masing-masing adsorben gambut sebanyak 0,05 gram. Larutan ion Mn^{2+} dibuat dengan variasi pH 3,14; 4,13; 5,23; 6,05; 7,09.

Untuk mengatur pH larutan dapat dengan menambahkan HNO_3 0,1 M atau $NaOH$ 0,1 M. Campuran ini diaduk dengan mesin *shaker* berkecepatan 230 rpm pada waktu optimum yang telah didapatkan. Setelah itu larutan ion Mn^{2+} dipisahkan

dari adsorben gambut dengan proses filtrasi. Konsentrasi ion Mn^{2+} ditentukan dengan AAS. Berdasarkan kurva standar Mn^{2+} , dihitung konsentrasi ion Mn^{2+} sisa. Kemudian dihitung daya adsorpsinya dan dibuat kurva pH terhadap daya adsorpsi (Dewi, Sunarya, dan, & Sibarani, 2015);(Lestari, 2017).

1.5.3.3 Penentuan Daya Adsorpsi

Proses adsorpsi ion Mn^{2+} pada gambut dilakukan dengan metode *batch*. Larutan ion Mn^{2+} dengan variasi konsentrasi 10, 15, 20, 25, dan 30 ppm dengan volume masing-masing 25 mL dalam labu ukur, kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL lalu ditambahkan masing-masing adsorben gambut sebanyak 0,05 gram.

Campuran ini diaduk dengan mesin *shaker* berkecepatan 230 rpm pada waktu dan pH optimum yang telah didapatkan. Setelah itu larutan ion Mn^{2+} dipisahkan dari adsorben gambut dengan proses filtrasi. Konsentrasi ion Mn^{2+} ditentukan dengan AAS. (Aditya dkk, 2016);(Dewi et al., 2015).

1.5.3.4 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi

Untuk penentuan model isoterm adsorpsi, data yang diperoleh dari percobaan daya adsorpsi dilakukan uji isoterm adsorpsi ion Mn^{2+} dengan membuat grafik perbandingan berdasarkan masing-masing model isoterm Langmuir, Freundlich, dan BET.

Pengujian pola isoterm Langmuir dilakukan dengan pembuatan kurva C_e/Q_e terhadap C_e berdasarkan persamaan.

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{Q_{max}} \cdot C_e + \frac{1}{Q_{max} \cdot K_L} \quad (6)$$

C_e adalah konsentrasi adsorbat yang tersisa dalam larutan, Q_e adalah konsentrasi adsorbat yang teradsorpsi pada adsorben pada kesetimbangan, Q_{max} adalah kapasitas adsorpsi maksimum adsorben, dan K_L adalah konstanta Langmuir.

Pengujian pola isoterm adsorpsi Freundlich dilakukan dengan pembuatan kurva $\log Q_e$ terhadap $\log C_e$ berdasarkan persamaan.

$$\log Q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \quad (7)$$

K_F adalah konstanta Freundlich dan $1/n$ adalah intensitas adsorpsi (Lestari, 2017).

Pengujian isoterm BET dilakukan dengan pembuatan kurva $C_e/Q_e(C_0-C_e)$ terhadap C_e/C_0 berdasarkan persamaan (Shafirinia, 2016).

$$\frac{C_e}{Q_e(C_0-C_e)} = \frac{1}{Q_m \cdot K_{BET}} + \frac{(K_{BET}-1)}{Q_m \cdot K_{BET}} \cdot \frac{C_e}{C_0} \quad (8)$$

K_{BET} adalah konstanta BET dan Q_m adalah kapasitas adsorpsi maksimum.

Pola adsorpsi ditentukan dengan cara membandingkan tingkat kelinieran kurva yang ditunjukkan oleh harga R^2 .

1.5.3.5 Penentuan Kapasitas Adsorpsi

Berdasarkan pada prosedur dari sebuah penelitian sebelumnya (Aditya dkk, 2016). Kapasitas adsorpsi dapat ditentukan dengan menentukan model isoterm adsorpsi yang memiliki koefisien korelasi (R^2) tertinggi dari ketiga model isoterm adsorpsi Langmuir, Freundlich, dan BET. Kemudian kapasitas adsorpsi dapat dihitung dengan menggunakan rumus pada persamaan model isoterm yang memiliki R^2 tertinggi.

1.6 Prosedur Analisis Instrumen

1.6.1 Analisis Proksimat dan Ultimat

Analisis Proksimat dan Ultimat dilakukan oleh Departemen ESDM bertujuan untuk mengetahui kualitas gambut. Analisis proksimat akan membahas tentang kandungan air (*moisture*), abu (*ash*), zat terbang (*volatile matter*), dan karbon tertambat (*fixed carbon*). Sedangkan analisis ultimat akan membahas kandungan unsur sulfur, karbon, hidrogen, nitrogen, serta oksigen (Budiman & Haftram, 2017).

Secara umum analisis proksimat dan ultimat dilakukan di laboratorium dengan berbagai metode yaitu *American Society for Testing Materials* (ASTM), *International Standards Organization* (ISO), dan *British Standards* (BS). Pada penelitian ini dilakukan analisis proksimat dan ultimat menggunakan metode ASTM.

1.6.2 Analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Analisis dengan menggunakan AAS dilakukan bertujuan untuk mengetahui konsentrasi kandungan ion logam pada filtrat yang telah dilakukan adsorpsi dengan metode nyala spektroskopi serapan atom serta campuran bahan bakar udara-asetilen. Sebelum dilakukan analisis sampel, alat AAS terlebih dahulu di optimasi dengan menganalisis larutan standar deret ion logam yang akan di uji.

Jenis lampu *Hollow Cathode Lamp* (HCL) disesuaikan dengan logam yang akan di analisis. Kemudian dilakukan plotting data konsentrasi terdeteksi terhadap absorbansi hasil uji untuk membuat kurva kalibrasi. Saat koefisien korelasi (R^2) $\geq 0,9$ maka dilanjutkan analisis terhadap sampel. Sampel yang akan dianalisis di

siapkan beserta blanko. Setelah dianalisis hasil berupa data konsentrasi terdeteksi dan absorbansi di plot untuk membuat kurva kalibrasi yang akan menghasilkan persamaan regresi linier $y = bx + a$, dimana a adalah konstanta yang harga perkaliannya ditentukan oleh *slope* dan b untuk intersep.

1.6.3 Analisis *Surface Area Analyzer Brunauer-Emmet-Teller* (SAA BET)

Analisis dengan menggunakan SAA BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan sampel, volume pori, dan ukuran pori. Sampel dimasukkan kedalam tabung kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan part *degassing*.

Degassing dilakukan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui pemanasan dalam kondisi vakum. Proses analisis diawali dengan pengisian kontainer pendingin dengan gas cair yaitu N₂ atau CO₂ sebagai adsorbennya. Hasil yang didapatkan dari analisis ini dihitung menggunakan persamaan Barret-Joyner-Halenda dan Saito Foley.

1.6.4 Analisis *Fourrier Transform Infra Red* (FTIR)

Analisis menggunakan instrumen FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung pada material. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui struktur gugus fungsi yang terdapat pada sampel preparasi yang dilakukan pada sampel gambut adalah dengan ditambahkan garam KBr, kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu dan dicetak menjadi pelet. Sampel selanjutnya dianalisis dengan instrumen FTIR.

1.6.5 Analisis *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray Spectrometer* (SEM EDS)

Analisis menggunakan SEM-EDS dilakukan bertujuan untuk memperoleh gambaran permukaan, penampakan mikrostruktur sampel, ukuran butir serta komposisi material dengan resolusi yang sangat tinggi hingga memperoleh suatu tampilan dari permukaan sampel yang kemudian di komputasikan dengan *software* untuk menganalisis komponen materialnya baik dari kuantitatif maupun dari kualitatifnya.

Proses pertama yaitu preparasi sampel, sampel dilapisi (*coated*) dengan karbon (C) yang bertujuan menyelaraskan koefisien refleksi antara bahan organik pada gambut dengan resin lalu ditempatkan pada instrumen SEM kemudian

dilakukan pengamatan SEM pada rentang perbesaran 1000 sampai dengan 10.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel gambut dengan jelas dan dapat diketahui komposisi senyawa dari gambut tersebut.

Analisis SEM EDS kemudian dilakukan untuk mengetahui gambar yang lebih jelas serta kelimpahan unsur yang terkandung dalam sampel. Untuk mengetahui kelimpahan unsur dilakukan dengan *elemental mapping* (pemetaan unsur) dengan memberikan warna berbeda-beda dari masing-masing unsur di permukaan sampel. EDS bisa digunakan untuk menganalisis secara kuantitatif dari persentase masing-masing unsur.