

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian yang dimulai dengan preparasi tanah gambut yang dimodifikasi dan aplikasinya sebagai adsorben ini berlangsung selama 7 bulan terhitung sejak bulan Februari 2019 - Agustus 2019 di Laboratorium Riset Kimia Material Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, uji adsorpsi menggunakan instrumen spektrofotometer *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dilakukan di Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara dan Panas Bumi. Analisis *Fourier 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 Petrologi dan Volkanologi Program Studi Teknik Geologi, ITB. Analisis *Surface Area Analyzer Brunauer-Emmet-Teller* (SAA BET) dilakukan di Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknik Mineral dan Batu Bara (tekMIRA).

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan untuk preparasi tanah gambut dan uji adsorpsi yaitu spatula, lumpang dan alu, oven merk Memmert, tapisan 100 mesh, kaca arloji, desikator, labu ukur (100 mL, 250 ml, dan 1000 ml), gelas kimia (250 mL, 400 mL, 1000 mL), gelas ukur 100 mL, pipet tetes, pipet ukur, mikro pipet 0,1-1 ml, buret, neraca analitik, statif dan klem, corong kaca, botol vial, botol plastik, labu erlenmeyer 250 mL, mesin *shaker*, pH meter merk Toledo, kertas saring whatman 42.

Karakterisasi sampel menggunakan alat *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) merk AAS AA280FS, *Surface Area Analyzer Brunauer-Emmet-Teller* (SAA BET) merk QuadraSorb Station 1 version 5.06, *Fourier Transform Infra*

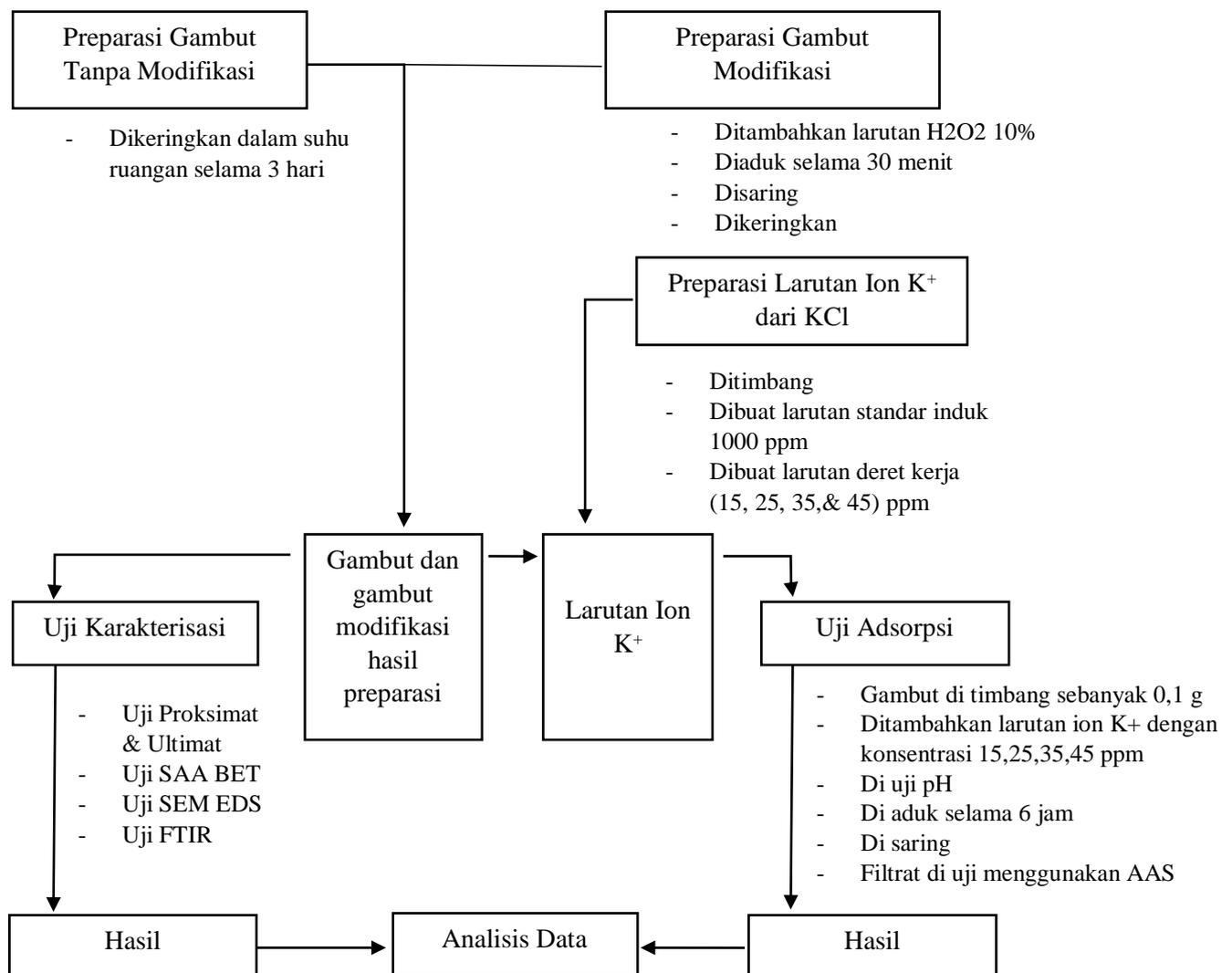
Red (FTIR) merk Prestige 21 Shimadzu, *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray Spectrometer* (SEM-EDS) merk JEOL IT300.

### 3.2.2 Bahan

Tanah gambut yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari daerah Kabupaten Pelalawan, Provinsi Riau diperoleh dari Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara, dan Panas Bumi (PSDMBP), Badan Geologi, Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral. Padatan KCl, aquades, larutan hidrogen peroksida ( $H_2O_2$ ) 10%,. Semua bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah kelas analitis.

### 1.3 Bagan Alir Penelitian

Proses penelitian ini ditunjukkan pada (Gambar 3.1)



**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Sampel

##### 3.4.1.1 Penentuan Kadar Air

Tanah gambut 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 tanah gambut ditimbang 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):

$$w = \frac{(w_1 - w_2)}{(w_2 - w_3)} \times 100\% \quad (4)$$

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).

##### 3.4.1.2 Preparasi Tanah gambut

Tanah gambut yang masih basah diletakan dalam wadah nampan kemudian dikeringkan dalam suhu ruang selama 3 hari. Gambut kering ditimbang di neraca analitik lalu ditumbuk menggunakan alu dan lumpang. Setelah gambut menjadi serbuk kemudian diayak menggunakan tapisan 100 mesh. Hasil ayakan ditimbang di neraca analitik kemudian gambut serbuk dimasukan ke dalam botol plastik. Tanah gambut hasil preparasi di uji FTIR, SEM-EDS dan BET.

##### 3.4.1.3 Preparasi Tanah Gambut Modifikasi

Tanah gambut yang sudah dipreparasi sebelumnya ditimbang sebanyak 7 gram lalu dimasukan kedalam gelas kimia 400 ml. Larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> disiapkan dengan konsentrasi 10%. Kemudian larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang sudah diencerkan sesuai dengan konsentrasi tersebut dimasukan kedalam gelas kimia yang sudah berisi tanah

gambut. Lalu dilakukan pengocokan selama 30 menit dengan menggunakan *magnetic stirrer* (Yuliana, Amalia, 2015). Setelah itu larutan disaring kemudian diambil residunya lalu dikeringkan dalam suhu ruang. Tanah gambut hasil modifikasi FTIR, SEM-EDS dan BET.

#### 3.4.1.4 Preparasi Larutan ion K<sup>+</sup> dari KCl

Larutan ion K<sup>+</sup> dibuat dari padatan KCl. Sejumlah padatan dimasukkan pada kaca arloji untuk ditimbang ke dalam neraca analitik. Padatan yang ditimbang sesuai hasil perhitungan untuk membuat larutan standar induk ion K<sup>+</sup> 1000 ppm dalam 1000 mL labu ukur (Melo et al., 2018). Dari larutan standar induk ion K<sup>+</sup> 1000 ppm dalam 1000 mL labu ukur diencerkan untuk membuat larutan standar kerja ion K<sup>+</sup> 15, 25, 35, 45 ppm dalam 100 mL labu ukur. Larutan standar deret kerja tersebut digunakan pada pengujian kapasitas adsorpsi (Jaskūnas, 2015).

### 3.4.2 Uji Adsorpsi

#### 3.4.2.1 Penentuan Kapasitas Adsorpsi

Proses adsorpsi ion K<sup>+</sup> pada gambut dilakukan dengan metode *batch*. Larutan ion K<sup>+</sup> dengan variasi konsentrasi 15, 25, 35, dan 45 ppm dengan volume masing-masing 100 mL dalam labu ukur, kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL lalu ditambahkan masing-masing adsorben tanah gambut sebanyak 0,1 gram (Andrius Jaskūnas\*, Benas Subačius, Rasa Šlinkšienė, 2015). Kemudian campuran tersebut di uji pH, setelah itu tanah gambut diaduk dengan mesin *shaker* berkecepatan 200 rpm selama 6 jam. Setelah itu larutan ion K<sup>+</sup> dipisahkan dari adsorben gambut dengan proses filtrasi. Konsentrasi ion K<sup>+</sup> ditentukan dengan AAS.

Penentuan kapasitas adsorpsi dilakukan dengan menghitung dengan rumus sebagai berikut:

$$q_e = \frac{V(C_{akhir} - C_{awal})}{Massa} \quad (5)$$

Dimana V adalah volume yang digunakan dalam percobaan, C akhir adalah konsentrasi pada kesetimbangan, C awal adalah konsentrasi sebelum penambahan adsorben, dan Massa adalah massa adsorben yang digunakan.

### 3.4.2.2 Penentuan Model Isoterm Adsorpsi

Untuk penentuan model isoterm adsorpsi, data yang diperoleh dari percobaan daya adsorpsi dilakukan uji isoterm adsorpsi ion  $K^+$  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.

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

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

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

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

$K_{BET}$  adalah konstanta BET dan  $Q_m$  adalah kapasitas adsorpsi maksimum. Pola adsorpsi ditentukan dengan cara membandingkan tingkat kelinieran kurva yang ditunjukkan oleh harga  $R^2$  (Lestari, 2017).

### 3.4.3 Uji Karakterisasi

#### 3.4.3.1 Analisis Proximat dan Ultimat

Analisis proksimat akan membahas tentang kandungan air (*moisture*), abu (*ash*), zat terbang (*volatile matter*), dan karbon tertambat (*fixed carbon*). Analisis ultimat akan membahas kandungan unsur sulfur, karbon, hidrogen, nitrogen, serta oksigen (Budiman & Hafram, 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.

#### **3.4.3.2 Analisis *Fourier 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 zat KBr p.a yang sudah di oven 24 jam, kemudian dihomogenkan menggunakan mortar dan campuran tersebut dituangkan ke dalam KBr. Lalu dilakukan *pressure* 10 x 1000 dengan 10 ton untuk membuat pelet. Sampel selanjutnya dianalisis dengan instrumen FTIR. Analisis dilakukan dengan spektroskopi FTIR dengan *range* bilangan gelombang 4000 hingga 400  $\text{cm}^{-1}$ . Pengukuran menggunakan pastilles yang terdiri dari gambut dan KBr, dalam rasio 1:10, dengan 32 pindaian dan resolusi 4  $\text{cm}^{-1}$  (Kristiningrum, 2016).

#### **3.4.3.3 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) di sesuaikan dengan logam yang akan di analisis yaitu lampu kalium. Analisis sampel menggunakan panjang gelombang 404 nm. 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 (Hastuti, 2017).

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

Analisis menggunakan SEM-EDS dilakukan bertujuan untuk digunakan untuk menentukan morfologi permukaan sampel gambut 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.

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 (Maryono, 2018).

Analisis SEM EDS kemudian dilakukan untuk mengetahui gambar yang lebih jelas serta kelimpahan unsur yang terkandung dalam sampel. EDS bisa digunakan untuk menganalisis secara kuantitatif dari persentase masing-masing unsur.

#### **3.4.3.5 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  $N_2$  atau  $CO_2$  sebagai adsorbennya. Hasil yang didapatkan dari analisis ini dihitung menggunakan persamaan Barret-Joyner-Halenda dan Saito Foley (Maryono,2018).