

BAB III

METODE PENELITIAN

1.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan selama enam bulan. Dimulai pada bulan Februari sampai bulan Agustus 2019. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, UPI. Adapun beberapa analisis yang dilakukan seperti analisis *Spektrofotometer UV-VIS* 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* (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, blender merk cosmos, kaca arloji, desikator, labu ukur (25 mL, 100 mL dan 1L), gelas kimia (100 mL, 250 mL, 500 mL, 1000 mL), gelas ukur (10 mL dan 100 mL), pipet tetes, pipet ukur 5 mL, neraca analitik, statif dan klem, corong kaca, labu erlenmeyer 100 mL, erlenmeyer vakum 250 ml, pompa vakum, botol timbang, mesin *shaker*, pH meter merk Toledo, kertas saring whatman, dan kertas saring biasa.

Karakterisasi sampel menggunakan alat *Spektrofotometer UV-VIS Merk Shimadzu 1240*, *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

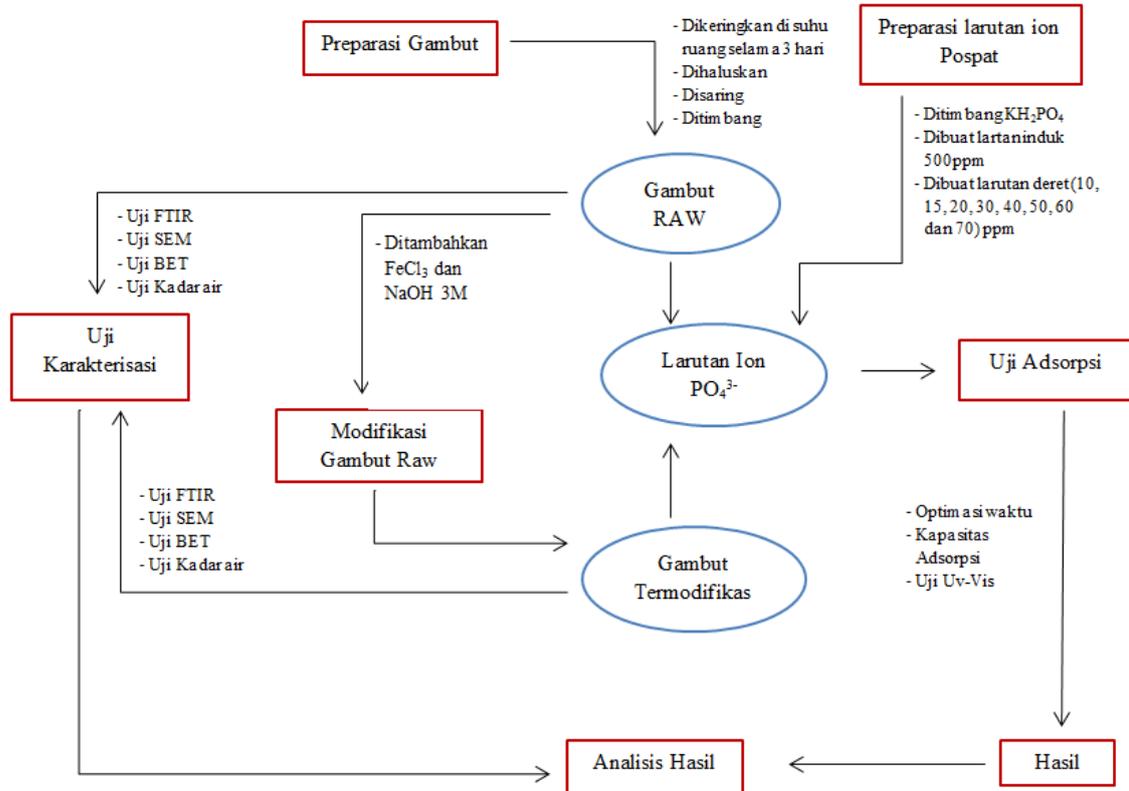
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tanah gambut dengan kode PL-13 yang merupakan tanah gambut dari daerah Kabupaten Pelalawan, Provinsi Riau diperoleh dari Pusat Sumber Daya Mineral, Batubara, dan Panas Bumi (PDMBP); padatan KH_2PO_4 ; $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; NaOH; HCl; ammonium vanadate;, ammonium molibdate; dan aquades. 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 PO_4^{3-}
2. Modifikasi gambut dengan FeCl_3
3. Karakterisasi pada gambut sebelum dan sesudah modifikasi
4. Uji adsorpsi pada gambut sebelum dan sesudah modifikasi
5. Analisa hasil pengujian

1.4 Bagan Alir Penelitian



Gambar 2.1 Skema Penelitian

1.5 Prosedur Penelitian

1.5.1 Preparasi Sampel Gambut

Preparasi pada sampel gambut dilakukan dengan mengeringkan gambut pada suhu ruang selama tiga hari. Kemudian gambut yang telah kering dihaluskan menggunakan lumpang dan alu dan diayak.

1.5.1.1 Penentuan Kadar Air

Penentuan kadar air pada gambut dilakukan berdasarkan metode SNI 1965 tahun 2008 tentang pengujian kadar air untuk tanah dan batuan. Pertama-tama cawan krus yang telah bersih dan kering ditimbang dahulu untuk mengetahui berat awalnya. Kemudian sampel gambut ditimbang sebanyak 2 gram pada cawan krus yang sudah diketahui.

Cawan yang telah berisi sampel gambut tersebut kemudian dipanaskan dalam oven selama 4 jam dengan suhu 105°C hingga diperoleh massa yang

konstan. Setelah 4 jam, cawan didinginkan pada suhu ruang lalu dimasukkan ke dalam desikator dan ditimbang kembali menggunakan neraca analitik.

Untuk menghitung kadar air, digunakan rumus berikut :

$$w = \frac{(w_1 - w_2)}{(w_2 - w_3)} \times 100\% \dots \dots \dots [7]$$

dimana : 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).

1.5.2 Preparasi Larutan Ion PO_4^{3-} dari KH_2PO_4 (s)

Larutan ion PO_4^{3-} dibuat dengan menimbang padatan KH_2PO_4 pada botol timbang yang telah diketahui massa awalnya. Padatan yang ditimbang sesuai hasil perhitungan pada **lampiran 1.2** untuk membuat larutan standar induk ion PO_4^{3-} 500 ppm dalam 1L labu ukur. Dari larutan standar induk ion PO_4^{3-} 500 ppm dibuat larutan kerja ion PO_4^{3-} 15 ppm pada labu takar 100 mL untuk proses adsorpsi optimasi waktu, dan larutan kerja 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 ppm pada labu takar 100 mL untuk penentuan daya adsorpsi dan isotherm adsorpsi.

1.5.3 Modifikasi Gambut dengan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Modifikasi ion Fe^{3+} pada gambut dilakukan dengan menimbang 6,755 gram padatan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada botol timbang yang telah diketahui massanya. Kemudian dilarutkan dalam 25 mL akuades dan ditambahkan 25 mL larutan NaOH 3M 25mL. Setelah dicampurkan larutan didiamkan selama 12 jam dan kemudian ditambahkan tanah gambut sebanyak 8 gram. (Robalds et al., 2016)

1.5.4 Proses Adsorpsi

1.5.4.1 Penentuan Optimasi Waktu

Adsorpsi ion PO_4^{3-} pada gambut dilakukan dengan menggunakan metode *batch*. Penentuan waktu optimum adsorpsi fosfat dilakukan dengan membuat larutan kerja ion PO_4^{3-} dengan konsentrasi 15 ppm dengan volume masing-masing

sebanyak 100 mL pada labu takar kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan gambut masing-masing 0,1 gram.

Campuran tersebut diaduk dengan mesin *shaker* berkecepatan 200 rpm pada variasi waktu 30, 120, 360, 840, dan 1440 menit dengan dilakukan pengukuran pH pada awal dan akhir pengadukan. Setelah selesai pengadukan, larutan ion PO_4^{3-} dipisahkan dari adsorben gambut melalui proses filtrasi menggunakan kerta saring biasa. Konsentrasi ion PO_4^{3-} yang tersisa ditentukan menggunakan Spektrofotometer UV-VIS dengan panjang gelombang 400 nm. Absorbansi yang diperoleh dihitung konsentrasinya menggunakan kurva kalibrasi standar.

Jumlah ion fosfat yang teradsorpsi (Q_e , mg L^{-1}) dihitung dari selisih konsentrasi awal (C_0 , mg L^{-1}) dan ekuilibrium (C_e , mg L^{-1}) larutan melalui persamaan berikut:

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \dots\dots\dots [8]$$

dimana C_0 dan C_e (mg L^{-1}) adalah konsentrasi awal dan ekuilibrium dari fosfat dalam larutan, masing-masing, V (L) adalah volume larutan adsorpsi, dan m (g) adalah massa adsorben.

1.5.4.2 Penentuan Efisiensi Adsorpsi

Adsorpsi ion PO_4^{3-} pada gambut dilakukan dengan menggunakan metode *batch*. Penentuan efisiensi adsorpsi fosfat dilakukan dengan membuat deret larutan kerja ion PO_4^{3-} dengan konsentrasi 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 ppm dengan volume masing-masing sebanyak 50 mL pada labu takar kemudian dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 100 mL dan ditambahkan adsorben gambut masing-masing 0,02 gram.

Campuran tersebut diaduk dengan mesin *shaker* berkecepatan 200 rpm pada waktu optimum yang telah ditentukan dengan dilakukan pengukuran pH pada awal dan akhir pengadukan. Setelah selesai pengadukan, larutan ion PO_4^{3-} dipisahkan dari adsorben gambut melalui proses filtrasi menggunakan kerta saring biasa. Konsentrasi ion PO_4^{3-} yang tersisa ditentukan menggunakan Spektrofotometer UV-VIS pada panjang gelombang 400 nm. Absorbansi yang

diperoleh kemudian dihitung konsentrasinya menggunakan kurva kalibrasi standar.

Data yang telah diperoleh dari percobaan ini digunakan untuk menentukan model isotherm adsorpsi dengan membuat grafik perbandingan dari masing-masing model isotherm yaitu Freundlich dan Langmuir menggunakan persamaan [4] dan [6].

1.5.4.3 Penentuan Mekanisme Adsorpsi

Mekanisme adsorpsi ditentukan dengan menentukan model isotherm adsorpsi yang memiliki koefisien korelasi (R^2) tertinggi dari kedua model isotherm adsorpsi Langmuir dan Freundlich.

1.6 Prosedur Analisis Instrumen

1.6.1 Analisis Proksimat dan Ultimat

Analisis Proksimat dan Ultimat dilakukan bertujuan untuk mengetahui kualitas gambut. Analisis proksimat akan menguji 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 & 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.

1.6.2 Analisis kadar fosfat dalam filtrate menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Analisis dengan menggunakan Spektrofotometer UV-vis dilakukan bertujuan untuk mengetahui konsentrasi kandungan ion fosfat pada filtrat hasil adsorpsi. Analisis kuantitatif ini menggunakan metode kurva kalibrasi. Filtrat hasil adsorpsi di tambahkan 5 ml pengompleks vanadate molibdat pada labu takar 25 ml, kemudian ditanda bataskan. Analisis fosfat ini didasarkan dengan

terbentuknya kompleks fosfovanada-molibdate yang berwarna kuning dan dianalisis absorbansinya terhadap sinyal uv pada panjang gelombang 400 nm (W. C. HANSON, 1950).

1.6.3 Analisis luas permukaan menggunakan *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 ke dalam 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 sebelum dan sesudah dilakukan modifikasi. 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 permukaan menggunakan *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 yang akan dianalisis dihomogenkan dan dilapisi (*coated*) dengan emas (Au). Setelah homogen sampel dimasukkan ke dalam sampel holder. Sampel yang telah siap untuk dianalisis kemudian dimasukkan ke dalam alat SEM secara perlahan. Hasil profil gambar SEM akan muncul pada komputer. Perbesaran dilakukan secara manual dengan menggunakan komputer dengan cara zoom in atau zoom out terhadap area yang ingin dilihat morfologinya.