

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian “Karakterisasi Gambut Asal Kalimantan yang Dimodifikasi Menggunakan Natrium Hidroksida Sebagai Kandidat Adsorben” ini telah dilaksanakan selama 6 bulan dengan persiapan dan literatur review, dimulai pada bulan Januari hingga Juni 2021 yang dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik (LKFA) Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Adapun tempat uji karakterisasi sampel hasil penelitian dengan instrumen XRF (*X-ray Fluorescence*) dan FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) yang dilakukan di PT. Glabs Indonesia Utama, kemudian analisis dengan instrumen BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) dilakukan di BATAN Bandung, serta analisis SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive System*) dilakukan di LIPI Bandung.

3.2. Instrumen Penelitian

3.2.1. Alat

Adapun alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu: cawan penguapan, saringan mesh 100 μm , gelas Kimia 100 dan 200 ml, batang pengaduk, spatula, parafilm, tabung sentrifugal, alat sentrifugasi, set alat filtrasi vakum (terdiri dari labu vakum, corong buchner, dan pompa vakum), kertas pH, neraca analitik, oven, desikator, *syringe filter*, lumpang dan alu. Karakterisasi gambut menggunakan instrumen XRF (NEX DE), FTIR (ALPHA II COMPACT), SEM-EDS (JEOL JSM-IT300 - Oxford X-Max 20) dan *Surface Area* BET.

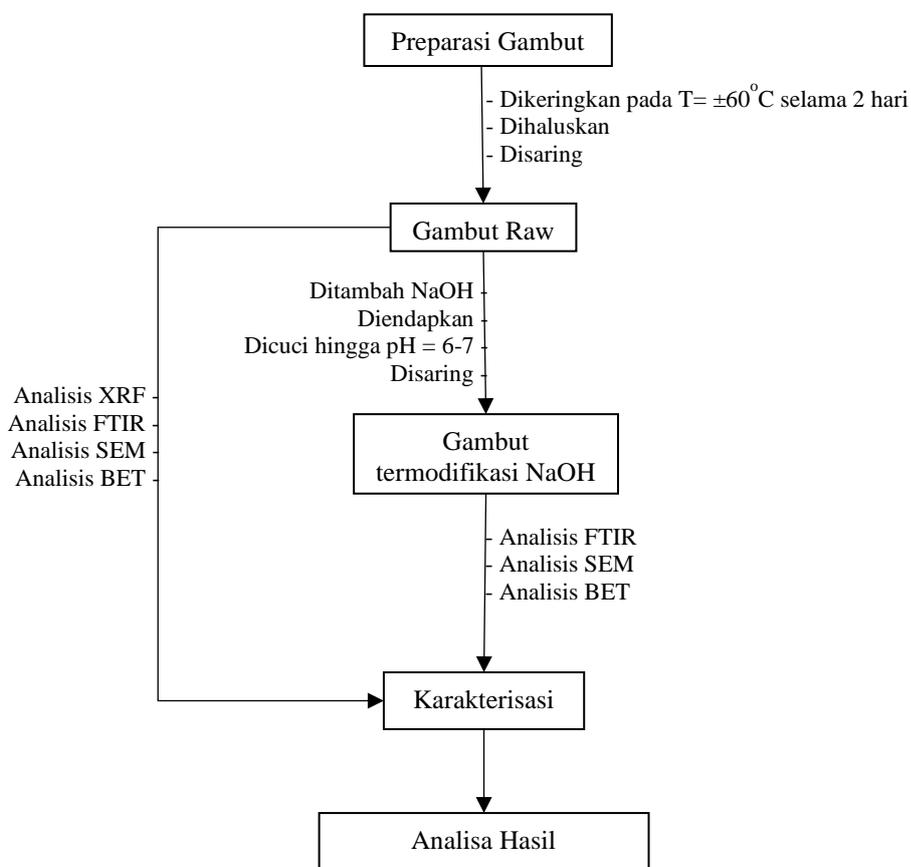
3.3. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari bahan untuk modifikasi gambut mentah dengan basa. Bahan-bahan yang diperlukan guna melakukan modifikasi gambut adalah gambut alam yang diperoleh dari Kalimantan-Indonesia, aquades, 0,1 mol/L NaOH ®LOBA Chemie.

3.4. Tahapan Penelitian

Terdapat tiga tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini, tahapan tersebut berturut-turut: preparasi gambut, modifikasi gambut dengan NaOH, serta

karakterisasi gambut hasil modifikasi. Gambar 3.1. menunjukkan diagram alir penelitian yang digunakan.



Gambar 3. 1 Diagram Alir Penelitian

3.5. Metode Penelitian

3.5.1. Preparasi Sampel Gambut

Tahap preparasi sampel gambut diawali dengan pengeringan dalam oven pada suhu 60°C selama 2 hari. Sampel kemudian dihaluskan dan disaring menggunakan mesh $100\ \mu\text{m}$. Kemudian dimasukkan kedalam desikator agar tetap kering untuk penggunaan selanjutnya.

Morfologi permukaan gambut dipelajari dengan SEM. Analisis mineralogi dilakukan dengan XRF. Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi kelompok fungsi yang terkandung dalam gambut.

3.5.2. Modifikasi Gambut

Metode modifikasi gambut dilakukan dengan penambahan NaOH. Sebanyak 10 gram gambut ditambahkan dengan NaOH 0,1 M dengan perbandingan rasio 1:10. Kemudian dikocok secara mekanis selama 60 menit. Setelah 24 jam, sampel

diendapkan, difiltrasi dan dicuci dengan menggunakan akuades hingga pH larutan mencapai pH 6-7. Selanjutnya, sampel dikeringkan selama 5 jam pada suhu 80-85°C dan dihaluskan (Caramalău et al., 2009).

Morfologi permukaan dan komponen penyusun gambut gambut termodifikasi dipelajari dengan SEM-EDS. Analisis mineralogi dilakukan dengan XRF. Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi kelompok fungsi yang terkandung dalam gambut. Analisis luas permukaan gambut dilakukan menggunakan BET.

3.5.3. Prosedur Analisis Instrumen

a. Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis XRF ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui komposisi awal dari senyawa yang ada dalam material yang akan dianalisis. Preparasi dilakukan dengan menghaluskan sampel hingga berukuran ± 100 Mesh. Sampel yang sudah halus kemudian ditambahkan *binder* dan dimasukkan ke dalam penggerusan dan dicetak dengan memasukannya ke dalam *ring stainless steel* yang selanjutnya diproses hingga didapatkan sampel berbentuk pellet yang siap dianalisis.

b. Analisis Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Analisis menggunakan instrumen FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Tahap preparasi sampel dilakukan dengan proses penimbangan gambut dengan KBr dengan perbandingan yang sama, kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu. Setelah sampel dihomogenkan dilakukan pencetakan sampel ke dalam bentuk pellet sehingga siap dianalisis.

c. Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Morfologi permukaan adsorben gambut ini dianalisis menggunakan instrumen SEM. Dalam tahap preparasi analisis menggunakan instrumen SEM sampel dimasukkan ke pita karbon konduktif di atas potongan logam dan dilapisi dengan lapisan tipis emas untuk disipasi muatan selama pencitraan SEM. Pelapis sputter (Eiko IB-5 Sputter coater) dioperasikan dalam atmosfer argon dengan menggunakan arus 6 mA selama 3 menit. Sampel yang dilapisi bersama dengan stub kemudian dipindahkan ke ruang spesimen SEM dan diamati pada tegangan percepatan 5 kV, ukuran spot 8, aperture 4 dan 15 mm jarak kerja (de Franco et al., 2017)

d. Analisis Surface Area BET

Analisis surface area BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan yang dimiliki oleh sampel. Dalam tahap preparasi sampelnya, dilakukan proses penghalusan sampel, lalu dimasukkan ke dalam tabung sampel, kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan port degassing. Proses degassing dilakukan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui kondisi vakum pada suhu 300°C. Sampel selanjutnya ditimbang dan siap dianalisis. Proses analisis dilakukan dengan mengisi kontainer pendingin dengan gas cair N₂ sebagai adsorben.