BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian "Karakterisasi Gambut Asal Kalimantan yang Dimodifikasi Menggunakan Asam Sulfat sebagai Kandidat Adsorben" ini telah dilaksanakan selama 7 bulan, dimulai pada bulan Januari hingga Juli 2021 yang dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Adapun beberapa analisis hasil penelitian seperti analisis XRF (*X-Ray Fluorescence*) dan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) dilakukan di PT. Greenlabs Indonesia Utama, analisis dengan instrumen BET dilakukan di BATAN serta analisis SEM-EDS dilakukan di LIPI Bandung.

3.2 Instrumen Analisis

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi spatula, cawan penguapan, lumpang dan alu, oven, gelas kimia, gelas ukur, neraca analitik, Labu Erlenmeyer vakum 250 ml, pompa vakum, kertas saring whatman, mesh 100, pH indikator.

Karakterisasi sampel menggunakan alat *Fourrier Transform Infra Red* (FTIR) merk Bruker Aplha II, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merk JEOL JSM IT-300, *Energy Dispersive Spectroscopy* (EDS) merk Oxford X-Max 20, *Surface Area Analyzer* Brunauer-Emmet-Teller (SAA BET) merk Quantachrome Nova Win, *X-Ray Fluorescence* (XRF) merk Rigaku NEX DE.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu gambut yang berasal dari Kalimantan dengan pemberian kode berdasarkan letak pengambilan tanah yaitu KAI 1 ARS, asam sulfat (95-98%), dan aquades.

Nisrin Nur Ainin, 2021
KARAKTERISASI GAMBUT ASAL KALIMANTAN YANG DIMODIFIKASI MENGGUNAKAN ASAM SULFAT SEBAGAI KANDIDAT ADSORBEN
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.3 Tahap Penelitian

Penelitian ini dibagi menjadi 3 tahap, yaitu preparasi dan modifikasi gambut, karakterisasi gambut sebelum dan sesudah modifikasi, dan analisa hasil pengujian. **Gambar 3.1** menampilkan bagan alir dari penelitian ini.

3.4 Prosedur Preparasi dan Modifikasi Sampel Gambut

Gambut dikeringkan dalam oven pada suhu 50-70ºC selama 24 jam kemudian gambut yang telah kering dihaluskan dan diayak menggunakan mesh 100 agar didapatkan ukuran partikel yang seragam sebelum ditambahkan ke asam sulfat pekat (95% –98%) dengan perbandingan padat-cair 1: 4 (10 g gambut dalam 40 mL asam sulfat). Gambut direndam dalam H_2SO_4 selama 24 jam pada suhu kamar. Cairan asam kemudian dibuang dan gambut dicuci menggunakan aquades hingga pH mencapai level antara 6 sampai 7. Setelah itu dikeringkan pada suhu 105ºC sebelum disimpan pada suhu kamar. (Li et al, 2019).

3.5 Prosedur Analisis Instrumen

3.5.1 Analisis *X-Ray Fluoresence* (XRF)

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

3.5.2 Analisis *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (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 aktivasi. Preparasi sampel dilakukan dengan cara penimbangan gambut dengan KBr dengan perbandingan yang sama, kemudian dihomogenkan

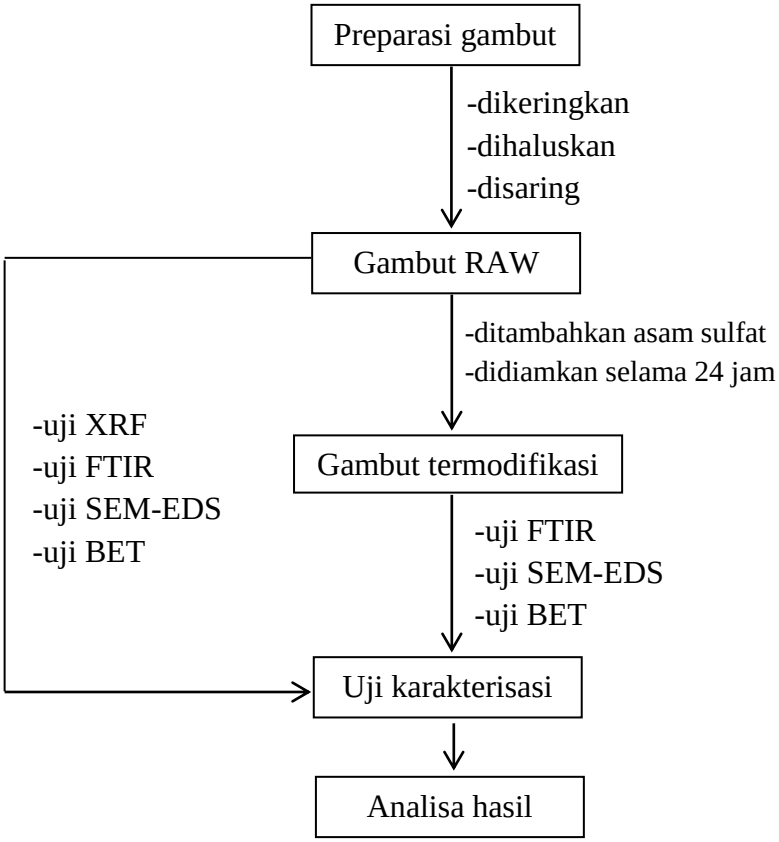
menggunakan lumpang dan alu dan dicetak menjadi pelet. Sampel siap dianalisis menggunakan instrumen FTIR.

3.5.3 Analisis *Surface Area* BET

Analisis dengan menggunakan SAA metode BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan sampel, volume pori, dan ukuran pori. Sampel dimasukkan kedalam tabung kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan port degassing. Degassing dilakukan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui pemanasan dalam kondisi vakum pada suhu 300^{o}C. Proses analisis diawali dengan pengisian kontainer pendingin dengan gas cair yaitu N_2 sebagai adsorbennya pada suhu 77K. Hasil yang didapatkan dari analisis ini dihitung menggunakan persamaan Brunauer-Emmert-Teller.

3.5.4 Analisis *Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS)

Analisis menggunakan instrumen SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk dan gambaran dalam sampel gambut teraktivasi dan EDS dilakukan untuk mengetahui sebaran unsur yang terkandung. Pada tahap preparasi, sampel ditempatkan pada tempat sampel yang telah diletakkan carbon tape, sedangkan sisa sampel yang tidak melekat pada carbon tape dibersihkan. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam sampel holder SEM. Alat SEM-EDS memiliki dua monitor. Sebelum proses analisis berlangsung, penghilangan molekul udara di dalam alat dilakukan dengan menutup gas dan klik pump pada komputer. Hal ini dilakukan karena analisis menggunakan instrumen SEM harus dalam keadaan vakum. Atur kamera sehingga memperlihatkan permukaan sampel, kemudian diatur kecerahan dan perbesaran serta fokus pada sampel. Pada monitor SEM, diatur spot size dan di Collect pada minotor EDS. Hasil akan diperoleh dalam bentuk gambar permukaan sampel pada SEM dan bentuk grafik atau diagram pada EDS yang menunjukkan persentase unsur-unsur dari sampel yang dianalisa.



Gambar 3. 1 Bagan Alir Penelitian