

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya Malang. Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari hingga Mei 2017.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *magnetic stirrer*, spektrofotometer UV-Vis 1601 (Shimazu), neraca analitik, tanur 6000 (Barnstead Thermolgne), oven (*Memmert*), ayakan 150 *mesh* dan 200 *mesh*, *syringe pump type* BYZ-810T (Byond), *shaker* (Wise Shake), gelas kimia, pipet ukur, *hot plate*, *Fourier Transformation Infra Red* (FT-IR) 8400S, *X-Ray Fluorescence* (XRF) tipe Minipal 4 (PANalytical), *Surface Area Analyzer* (SAA), cawan porselin dan peralatan gelas.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit, kertas saring, HCl 32 %, akuades, amonium dihidrogen fosfat ($\text{NH}_3\text{H}_2\text{PO}_4$) (p.a), magnesium nitrat (p.a), kitosan, asam asetat glasial (p.a), NaOH (teknis), K_2CrO_4 (p.a), 1,5-difenilkarbazid (p.a).

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui beberapa tahapan kegiatan, antara lain:

1. Aktivasi zeolit
2. Penentuan rasio Si/P
3. Fosfatasi zeolit
4. Pembuatan Granul ASP
5. Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi GASP terhadap Cr(VI)
6. Penentuan konsentrasi optimum dan kapasitas adsorpsi GASP
7. Karakterisasi dengan FT-IR, XRF dan SAA
8. Analisis data

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Aktivasi zeolit

Zeolit yang sudah halus diambil dengan ukuran ayakan antara 150 *mesh* dan 200 *mesh*. Sebelum dilakukan aktivasi tiap 20 g zeolit dicuci dengan akuades 250 mL dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Lalu zeolit disaring dan dikeringkan pada 105°C. Kemudian zeolit yang sudah kering dicampur dengan HCl 0,4 M dengan rasio 1 g zeolit / 10 mL HCl selama 4 jam diaduk dengan *magnetic stirrer*. Zeolit hasil aktivasi dibilas dengan akuades hingga pH filtrat sama dengan pH akuades lalu dikeringkan pada 105°C.

3.4.2 Fosfatasi zeolit

Zeolit aktif sebanyak 6 g dicampur $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dengan massa sesuai hasil perhitungan penentuan rasio Si/P **Lampiran D.1**. Campuran tersebut dipanaskan pada temperatur 235°C selama 5 jam. Kemudian didiamkan pada suhu ruang, lalu dicuci dengan akuades sampai filtrat bebas ion fosfat. Untuk mengetahui filtrat bebas ion fosfat dilakukan uji kualitatif dengan menambahkan larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ (terbentuk endapan putih) [35]. Padatan hasil penyaringan dikeringkan pada 105°C sehingga diperoleh serbuk *Alumino Silico Phosphate* (ASP).

3.4.3 Pembuatan granul ASP

ASP sebanyak 3 g dicampur dengan 0,18 g kitosan dan 9 mL asam asetat 2 %, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen. ASP-kitosan ditetaskan ke dalam larutan NaOH 1 M dengan bantuan *syringe pump* dengan laju alir 50 mL/jam sampai terbentuk granul. Granul yang terbentuk kemudian dicuci dengan akuades hingga pH filtrat sama dengan pH akuades lalu dikeringkan pada 105°C sehingga diperoleh Granul *Alumino Silico Phosphate* (GASP). Setelah itu dilakukan karakterisasi GASP sesuai prosedur **3.4.7.2** dan **3.4.7.3**. Sebagai pembanding, pembuatan granul juga dilakukan untuk zeolit aktif.

3.4.4 Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi GASP terhadap Cr(VI)

Sebanyak lima buah erlenmeyer 250 mL yang masing-masing mengandung 0,1 g GASP ditambahkan 25 mL larutan K_2CrO_4 100

mg/L dan dilakukan pengocokan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 100 rpm dengan variasi waktu kontak 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 dan 2,5 jam. Campuran dipisahkan antara filtrat dengan adsorben melalui proses penyaringan. Filtrat diambil dan dilakukan penentuan kadar Cr(VI) sesuai prosedur **3.4.6.3**. Proses adsorpsi dilakukan duplo.

3.4.5 Pengaruh konsentrasi Cr(VI) terhadap kapasitas adsorpsi pada GASP

Sebanyak lima buah erlenmeyer 250 mL yang masing-masing mengandung 25 mL larutan K_2CrO_4 25, 50, 75, 100 dan 150 mg/L ditambahkan adsorben 0,1 g GASP dan dikocok menggunakan *shaker* dengan kecepatan 100 rpm dan menggunakan waktu kontak optimum dari hasil **3.4.4**. Filtrat diambil dan dilakukan penentuan kadar Cr(VI) sesuai prosedur **3.4.6.3**. Proses adsorpsi dilakukan duplo dengan pembanding granul zeolit aktif dan serbuk ASP.

3.4.6 Penentuan kadar Cr(VI)

3.4.6.1 Penentuan panjang gelombang maksimum Cr(VI) menggunakan spektrofotometer Uv-Vis

Penentuan panjang gelombang maksimum digunakan larutan Cr-difenilkarbazon yang telah didiamkan selama 1 jam dengan konsentrasi 3 mg/L dan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 400-700 nm menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

3.4.6.2 Pembuatan kurva baku Cr-difenilkarbazon menggunakan spektrofotometer Uv-Vis

Pembuatan kurva baku dilakukan dengan menggunakan ion Cr-difenilkarbazon yang telah didiamkan selama 1 jam konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4 dan 5 mg/L. Kemudian diukur pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. Hasil pengukuran dapat dibuat kurva baku hubungan absorbansi terhadap konsentrasi dan diperoleh persamaan regresi linear.

3.4.6.3 Pengukuran kadar Cr(VI) menggunakan spektrofotometer Uv-Vis

Larutan K_2CrO_4 diambil 1 mL kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades secukupnya. Kemudian ditambahkan 10 mL

asam asetat 2 % dan 3 tetes 1,5-difenilkarbazid 0,5 %. Ditambahkan akuades sampai tanda batas dan didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya diukur adsorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. Absorbansi yang diperoleh diplotkan ke dalam persamaan baku sehingga diperoleh konsentrasi Cr(VI) sisa.

3.4.7 Penentuan rasio Si/P dan karakterisasi

3.4.7.1 Penentuan rasio Si/P menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*

Kadar Si sebagai SiO₂ dapat ditentukan dengan menggunakan XRF tipe Minipal 4 (PANalytical) dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang. Zeolit aktif sebanyak 1 g dianalisis kemudian dilakukan perhitungan rasio Si/P sesuai pada **lampiran D.1**.

3.4.7.2 Karakterisasi ASP menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*

Karakterisasi dengan menggunakan XRF tipe Minipal 4 (PANalytical) dilakukan di Laboratorium Sentral Mineral dan Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang. Serbuk ASP sebanyak 1 g dianalisis untuk mengetahui komposisi unsur dan senyawa oksida dan dibandingkan dengan data XRF zeolit aktif.

3.4.7.3 Karakterisasi GASP menggunakan Fourier Transformation Infra Red (FT-IR)

GASP sebanyak 0,1 g dianalisis menggunakan *FT-IR* tipe *Michelson* yang dicampurkan dengan medium pelet KBr sebanyak 0,4 g. Campuran digerus, dimasukkan dalam *pellet press* dan dikompresi. Setelah itu sampel yang sudah bercampur dengan pelet KBr diletakkan diantara dua celah yang akan dilewati oleh berkas sinar inframerah dengan rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. Analisis juga dilakukan pada zeolit aktif dan serbuk ASP sebagai pembanding.

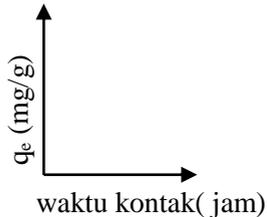
3.4.7.4 Karakterisasi GASP menggunakan *Surface Area Analyzer* (SAA)

Sejumlah GASP dianalisis dengan menggunakan SAA, kemudian dibandingkan dengan hasil analisis granul zeolit aktif.

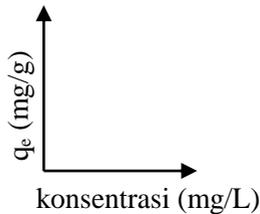
3.4.8 Analisis data

Berdasarkan hasil karakterisasi ASP dan zeolit aktif menggunakan XRF diperoleh komposisi unsur dan senyawa oksidanya. Hasil karakterisasi GASP menggunakan FT-IR diperoleh gugus fungsi GASP dan SAA diperoleh luas permukaannya. Sedangkan penentuan kondisi optimum dibuat dalam bentuk grafik yaitu,

- a. Hubungan waktu kontak (jam) Vs massa Cr(VI) yang diserap per gram adsorben GASP (q_e).



- b. Hubungan variasi konsentrasi Cr(VI) (mg/L) Vs massa Cr(VI) yang diserap per gram adsorben GASP (q_e).



Massa Cr(VI) yang diserap per gram adsorben GASP (q_e) dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$q_e = (C_o - C_e)x \frac{V}{m}$$

Keterangan:

C_o = konsentrasi Cr(VI) sebelum adsorpsi (mg/L)

C_e = konsentrasi Cr(VI) sesudah adsorpsi (mg/L)

V = volume larutan Cr(VI) yang digunakan saat proses adsorpsi (L)

m = massa adsorben yang digunakan saat proses adsorpsi (g)

Penentuan kapasitas adsorpsi juga dibuat dalam bentuk grafik hubungan C_e/q_e (sumbu y) terhadap C_e (sumbu x) berdasarkan persamaan Langmuir sebagai berikut:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m b} + \frac{1}{q_m} C_e$$

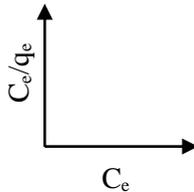
Keterangan :

C_e = konsentrasi ion adsorbat dalam larutan setelah diadsorpsi(mg/L)

q_e = massa ion adsorbat yang diserap per gram adsorben(mg/g)

b = konstanta Langmuir / parameter afinitas (L/mg)

q_m = kapasitas adsorpsi maksimum (mg/g)



Sehingga diperoleh persamaan linear dengan intersep ($1/q_m b$) dan kemiringan ($1/q_m$).