

BAB III

METODE PENELITIAN

Metode untuk penelitian pada judul ini adalah metode penelitian eksperimental yang kuantitatif pada skala laboratorium. Zeolit Alam sebagai adsorben diaktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat), sedangkan limbah sintesis Cr(VI) digunakan sebagai adsorbat dalam percobaan ini.

3.1 Tempat Penelitian

Penelitian tentang adsorpsi limbah Cr(VI) dengan zeolit alam diaktivasi H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilakukan di Laboratorium Sains, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Brawijaya Malang. Di laboratorium ini juga dilakukan analisa konsentrasi Cr(VI) setelah mengalami proses adsorpsi menggunakan alat spektrofotometer UV-VIS, Analisa FT-IR (*Fourier Transform Infrared*) untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada zeolit alam baik sebelum aktivasi maupun sesudah aktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilaksanakan di Laboratorium Sentral (Laboratorium Mineral dan Material Maju), Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang. Analisa XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kandungan unsur bahan yang terdapat pada zeolit alam baik sebelum aktivasi maupun sesudah aktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilaksanakan di Laboratorium Sentral (Laboratorium Mineral dan Material Maju), Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang. Analisa BET digunakan untuk mengetahui luas permukaan dan porositas zeolit alam baik sebelum aktivasi maupun sesudah aktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilaksanakan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung, Bandung.

3.2 Variabel Penelitian

1. Laju alir umpan larutan Cr(VI) yaitu 4, 6, 8, dan 10 ml/menit.
2. Konsentrasi umpan awal larutan Cr(VI) sebagai adsorbat, yaitu 60, 80, dan 100 ppm.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

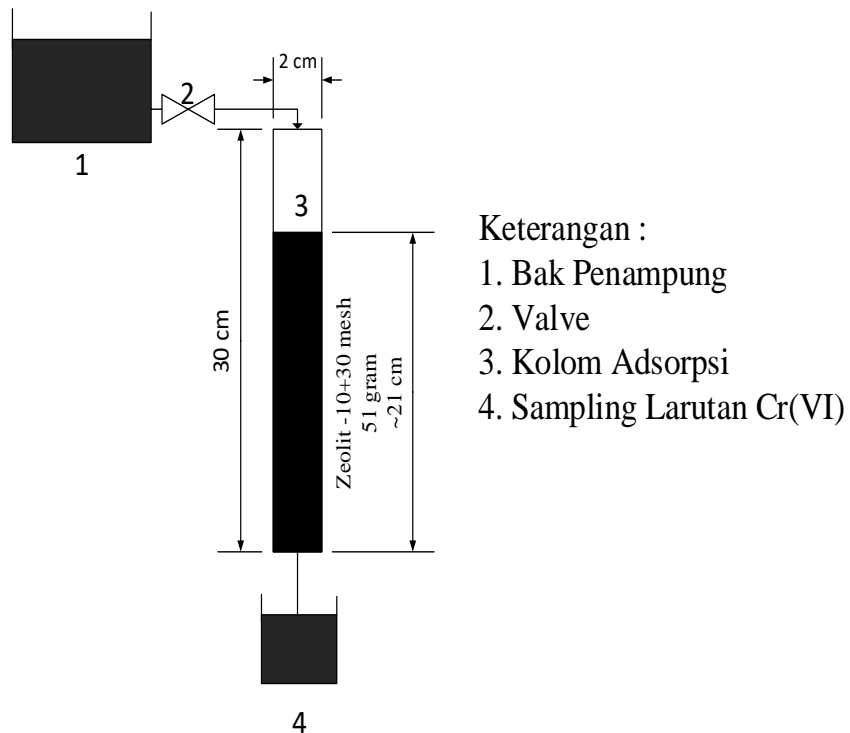
3.3.1 Alat Penelitian

Alat penelitian yang digunakan yaitu : neraca analitik, thermometer, *hotplate* dan *magnetic stirrer*, pH meter, *oven*, ayakan 10 mesh, ayakan 30 mesh, spektrofotometer UV-Visible, kertas saring serta peralatan gelas.

3.3.2 Bahan Penelitian

- a. Padatan Zeolit Alam
- b. $K_2Cr_2O_7$
- c. H_2SO_4
- d. 1,5-diphenylcarbazide
- e. H_3PO_4 pure analisis.
- f. Tepung Kanji
- g. Aquades
- h. Kertas Saring

3.3.3 Rangkaian Alat

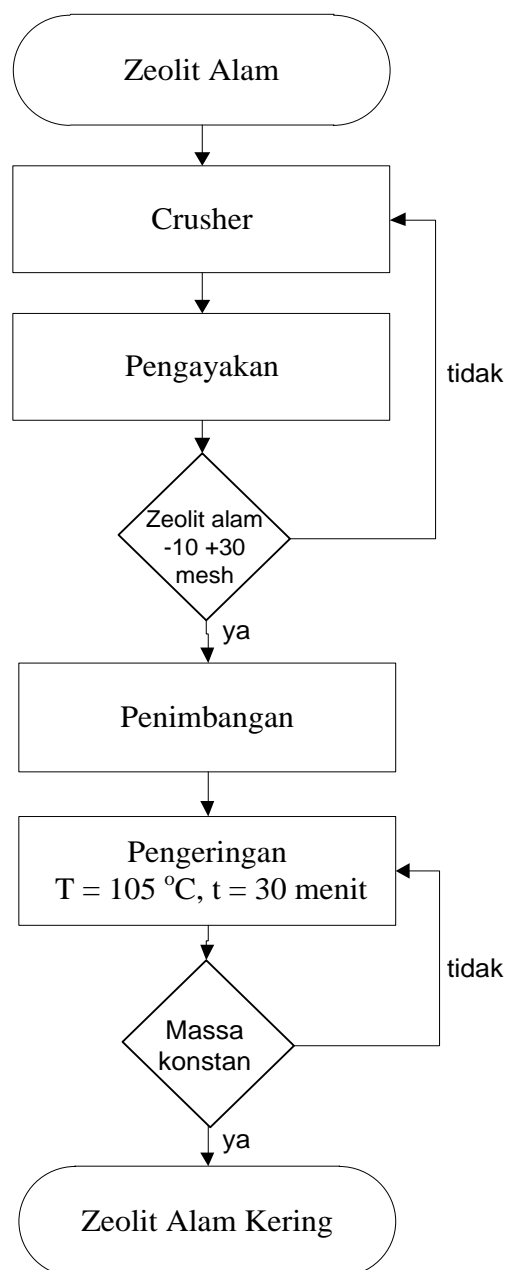


Gambar 3.1 Rangkaian alat adsorpsi

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Zeolit Alam

Zeolit alam melalui proses pengayakan diseragamkan ukurannya. Kualifikasi zeolit yang diseragamkan adalah lolos pada ayakan 10 mesh dapat tertahan pada ayakan 30 mesh. Selanjutnya zeolit alam melalui proses penimbangan, kemudian dikeringkan dengan suhu 105°C dalam waktu 30 menit. Pengeringan dilakukan hingga didapatkan massa konstan. Diagram alir untuk persiapan zeolit alam ini ditunjukkan pada gambar 3.2 dibawah ini.



Gambar 3.2 Persiapan zeolit alam

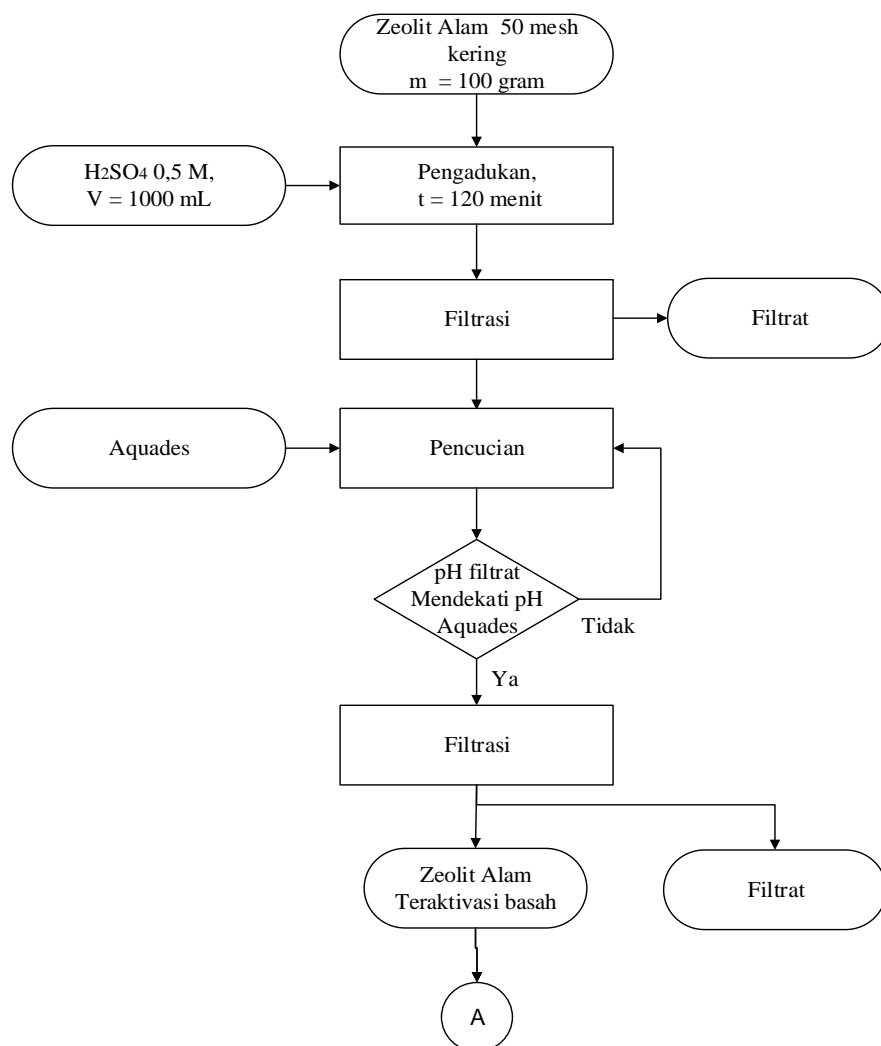
3.4.2 Aktivasi Zeolit Alam Menggunakan H₂SO₄

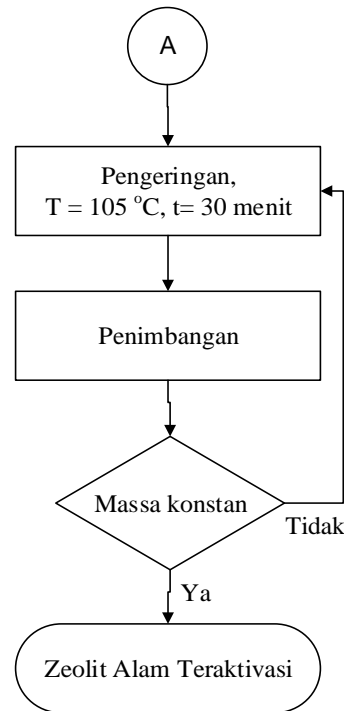
Metode aktivasi dengan H₂SO₄ didasarkan pada penelitian Wahidatun (2015).

Adapun prosesnya sebagai berikut:

1. Mencampurkan 1000 mL larutan H₂SO₄ 0,5 M dengan 100 gram zeolit alam.
2. Melakukan pengadukan dengan waktu pengadukan selama 120 menit.
3. Mencuci Zeolit alam hasil filtrasi hingga didapatkan pH larutan mendekati pH aquades.
4. Mengeringkan Zeolit alam pada *oven* dengan temperatur 105°C dalam waktu 30 menit dan dilakukan penimbangan sampai didapatkan massa zeolite yang konstan.

Diagram alir aktivasi zeolit alam menggunakan H₂SO₄ ditunjukkan pada gambar 3.3 dibawah ini.





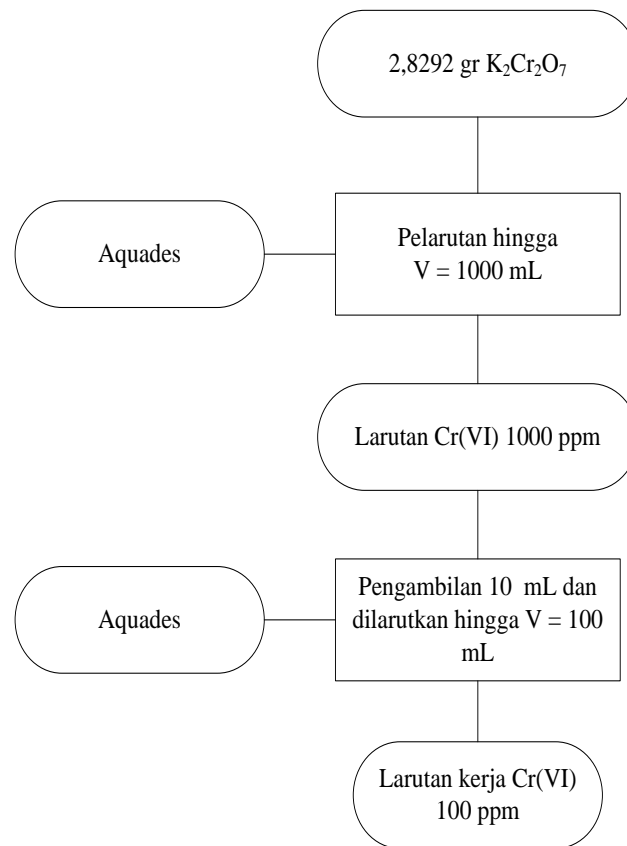
Gambar 3.3 Aktivasi zeolit alam menggunakan H_2SO_4

3.4.3 Pembuatan Sampel Sintetik Cr(VI)

Berdasarkan buku Standard Method (1999), pembuatan larutan sampel sintetik Cr(VI) dengan konsentrasi 1000 ppm adalah sebagai berikut:

1. Melakukan penimbangan $K_2Cr_2O_{7(s)}$ sejumlah 2,8292 gram.
2. Melarutkan padatan $K_2Cr_2O_{7(s)}$ kedalam aquades sehingga volumenya 1000 mL.

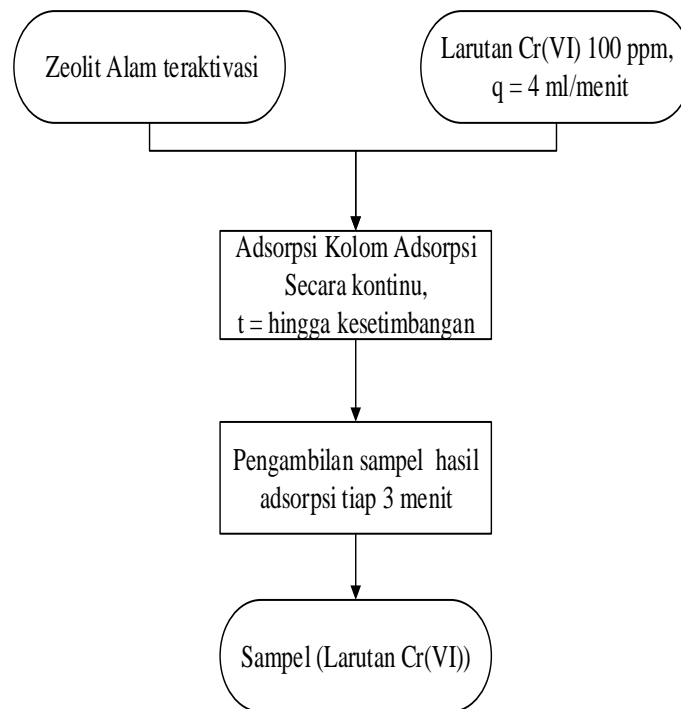
Kemudian pembuatan larutan kerja Cr(VI) pada konsentrasi 100 ppm dengan mengambil sampel 10 mL larutan Cr(VI) konsentrasi 1000 ppm, kemudian diencerkan dengan aquades sehingga volumenya mencapai 100 mL sehingga akan diperoleh larutan Cr(VI) dengan konsentrasi 100 ppm. Cara yang serupa dilakukan pengulangan untuk membuat larutan Cr(VI) dengan berbagai konsentrasi sesuai variabel. Proses pembuatan larutan kerja Cr(VI) konsentrasi 100 ppm dapat dilihat pada gambar 3.4 dibawah ini.



Gambar 3.4 Proses pembuatan larutan kerja Cr(VI)

3.4.4 Proses Adsorpsi

Proses adsorpsi Cr(VI) dengan menggunakan zeolit alam teraktivasi H_2SO_4 dilakukan pada zeolit alam seberat 51 gram. Kemudian ke dalam kolom adsorpsi berisi zeolit alam teraktivasi H_2SO_4 ditambahkan limbah sintesis Cr(VI) yang memiliki konsentrasi masing-masing yaitu 60, 80, dan 100 ppm dengan laju alir 4, 6, 8, dan 10 ml/menit. Untuk penetapan konsentrasi Cr(VI) dalam penelitian ini didasarkan pada limbah cair industri penyamakan kulit yang memiliki konsentrasi Cr(VI) sekitar 80,067 ppm. Kemudian, adsorpsi dilakukan menggunakan kolom adsorpsi secara *kontinu* pada kondisi ruang. Kemudian, dilakukan pengambilan sampel hasil adsorpsi setiap 3 menit.



Gambar 3.5 Proses adsorpsi

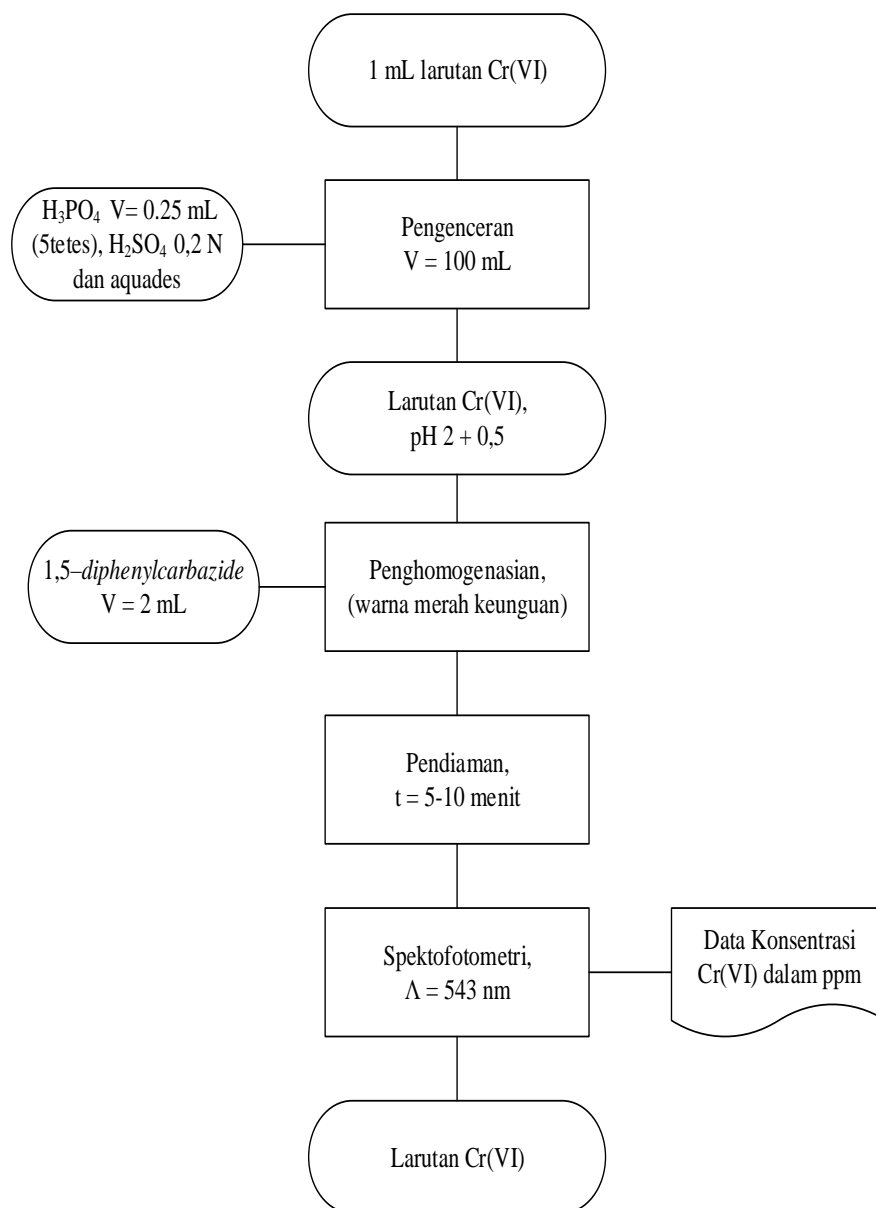
**Proses pengulangan dilakukan juga pada variasi laju alir dan variasi konsentrasi limbah sintesis Cr(VI) yang lain

3.4.5 Analisa Kandungan Cr(VI) dengan Spektrofotometer UV-VIS

Uji kadar Cr(VI) didalam larutan sampel sesuai dengan APHA 3500-Cr b yang menggunakan *1,5-diphenylcarbazide* sebagai pengompleks pada kondisi pH = $2 \pm 0,5$. Metode pengujiannya sesuai dengan langkah-langkah berikut:

1. Melakukan pengondisian larutan sampel Cr(VI) pada suhu ruang.
2. Menambahkan 5 tetes H_3PO_4 *pure* analisis atau sekitar 0,25 mL pada larutan sampel.
3. Mengencerkan larutan sampel dengan aquades hingga volume 100 mL.
4. Menambahkan asam sulfat (H_2SO_4) 0,2 N untuk mengatur pH hingga $2 \pm 0,5$.
5. Menambahkan 2 mL larutan *1,5-diphenylcarbazide* sebanyak 2 ml ke dalam larutan sampel, kemudian melakukan pendiaman selama 5–10 menit agar terbentuk kompleks yang membuat warna merah keunguan pada larutan sampel.
6. Menganalisa larutan sampel menggunakan sprktrofotometer UV-Visible pada panjang gelombang 543nm, menggunakan kurva standar Cr(VI) dengan konsentrasi 0 ppm, 0.5 ppm, 1 ppm, 1.5 ppm, dan 2.5 ppm.

Metode analisa jumlah konsentrasi Cr(VI) melalui alat Spektrofotometer UV-Visible dapat dilihat pada gambar 3.6 dibawah ini.



Gambar 3.6 Analisa Cr(VI) menggunakan spektrofotometer UV-VIS

Perhitungan analisa kadar Cr(VI) pada sampel yaitu :

$$\text{Konsentrasi larutan Cr(VI) (ppm)} = \frac{\mu\text{g Cr(VI)}(102 \text{ mL volume akhir})}{A} \quad (3-1)$$

Keterangan : A = volume sampel original (mL)

Perhitungan penyisihan kadar Cr(VI) (%) pada sampel yaitu:

$$\text{Penyisihan (\%)} = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100\% \quad (3-2)$$

Keterangan : C₀ = Konsentrasi awal Cr(VI)

C = Konsentrasi Cr(VI) sesudah proses adsorpsi

3.4.6 Karakterisasi Zeolit Alam

3.4.6.1 Analisa BET

BET digunakan untuk mengetahui luas permukaan dan porositas zeolit alam baik sebelum aktivasi maupun sesudah aktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilaksanakan di Laboratorium Institut Teknologi Bandung, Bandung.

3.4.6.2 Analisa FT-IR (*Fourier Transform- Infra Red*)

FT-IR (*Fourier Transform- Infra Red*) digunakan dalam menganalisa sampel dengan metode spektroskopi *infrared* secara kualitatif. Analisa FT-IR ini akan menghasilkan gugus fungsional yang terkandung pada zeolit alam baik sebelum aktivasi maupun sesudah aktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilaksanakan di Laboratorium Sentral (Laboratorium Mineral dan Material Maju), Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang.

3.4.6.3 Analisa XRF (*X-Ray Fluorescence*)

Analisa XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kandungan unsur bahan mulai dari Natrium sampai Uranium yang terkandung pada zeolit alam baik sebelum aktivasi maupun sesudah aktivasi dengan H₂SO₄ (Asam Sulfat) dilaksanakan di Laboratorium Sentral (Laboratorium Mineral dan Material Maju), Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang.

3.5 Diagram Alir Penelitian

Adapun untuk diagram alir penelitian yang dilakukan ditunjukkan oleh gambar 3.8 dibawah ini.



Gambar 3.7 Diagram alir penelitian

Halaman ini sengaja dikosongkan