III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Kerja Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan dari bulan Juli hingga September 2012 di Laboratorium Kimia Polimer FMIPA Universitas Lampung. Untuk proses pembuatan adsorben, pengolahan sampel dengan kombinasi metode elektrokoagulasi dan adsorpsi dilakukan di Laboratorium Polimer FMIPA Universitas Lampung, pengukuran daya hantar listrik, analisis spektrofotometer UV-Vis, karakterisasi gugus fungsi, morfologi permukaan dan komposisi kimia dilakukan di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung. Dan karakterisasi struktur fasa dilakukan di Laboratorium Instrumen UGM Yokyakarta.

B. Alat dan Bahan

1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah perangkat elektrokoagulator, elektroda alumunium, Metrohm untuk pengukuran DHL, spektrofotometer UV-Vis *Varian Cary* 50, reaktor pembakar (*pirolisis*), spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) tipe *Varian Scimitar* 2000, *X-Ray Diffractomoter* (XRD), dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectrometer* (SEM/EDX), statip, timbangan, dan alat-alat gelas laboratorium.

Perangkat elektrokoagulator yang digunakan terbuat dari kaca transparan sehingga berlangsungnya proses elektrokoagulasi dapat diamati secara visual, dengan kapasitas sebanyak 5 liter dan menggunakan elektroda alumunium (Al) sebanyak

tiga pasang elektroda. Alat ini juga dihubungkan dengan *power supply* untuk mengatur besarnya potensial yang digunakan dalam proses elektrokoagulasi.

2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah air, karbosil sekam padi, sampel air payau dari sumur penduduk yang diambil di pesisir pantai daerah Panjang,

C. Prosedur Penelitian

1. Pengambilan Sampel

Sampel air payau diambil langsung dari sumur bersama di kecamatan Teluk Betung Selatan, Desa Way Lunik RT 024 Bandar Lampung, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1.

Gambar 3.1. Sumur penduduk Desa Way Lunik RT.024

2. Preparasi Adsorben

Sekam padi dibersihkan dari pengotor-pengotor yang masih menempel pada sekam padi dan dicuci dengan air lalu direndam selama sehari untuk melarutkan bahan organik yang larut air sehingga bahan ini tidak menjadi pengotor dalam proses pembuatan karbosil. Pisahkan sekam yang mengendap dan yang mengapung. Sekam Padi yang mengapung diambil dan dibuang, sedangkan sekam padi yang telah terbebas dari pengotor organik kemudian dikeringanginkan. Kemudian sebanyak 500 gram sekam padi yang siap digunakan dimasukkan ke dalam reaktor pembakar untuk proses pengarangan pada suhu 400ºC selama 3 jam pada suhu puncak. Perangkat elektrolisis ditunjukkan pada Gambar 3.2.

Gambar 3.2. Perangkat pirolisis

Perangkat pirolisis terdiri dari reaktor dan kondensor. Reaktor terbuat dari *stainless steel* sebagai tempat sampel (sekam padi) ditempatkan dalam tabung pelapis yang terbuat dari semen. Antara reaktor dan tabung semen, ditempatkan

pemanas melingkar agar pemanasan reaktor dapat berlangsung secara merata. Unit reaktor dihubungan dengan suatu *termocouple*, yang dilengkapi dengan pengontrol suhu menggunakan sensor suhu. Unit reaktor selanjutnya dihubungkan dengan kondensor yang dilengkapi dengan sistem pendingin air menggalir. Kondensor ini berfungsi untuk mengembunkan gas yang terbentuk selama pirolisis, sehingga dapat ditampung dalam bentuk asap cair. Asap cair yang dihasilkan dapat dimanfaatkan untuk tujuan lain, misalnya sebagai penggumpal lateks dan pengawet makanan. Proses pengarangan ini dilakukan pada kondisi tanpa oksigen, sehingga reaksi yang terjadi merupakan reaksi tidak sempurna atau dikenal dengan istilah karbonasi. Setelah itu, arang karbosil ini digiling dan dihaluskan dan siap digunakan sebagai adsorben.

3. Preparasi elektroda

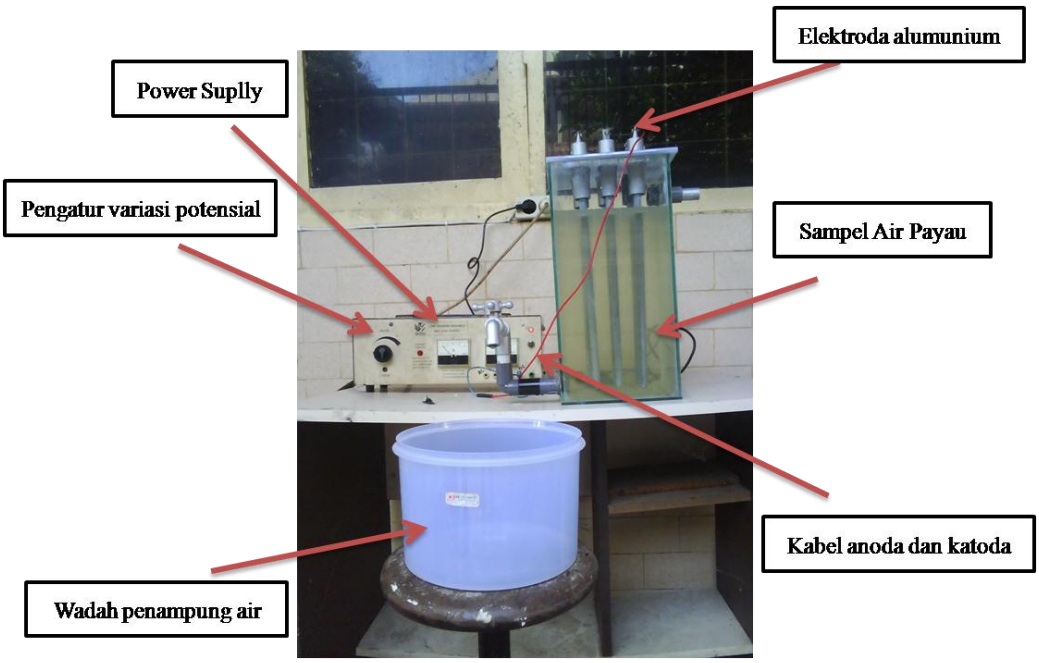
Elektroda yang akan digunakan pada proses elektrokoagulasi adalah Alumunium (Al), kemudian diamplas, dicuci, dan dikeringkan. Elektroda tersebut dipasang secara paralel pada elektrokoagulator dan dihubungkan dengan *power supply*.

D. Percobaan

Secara garis besar penelitian ini mencangkup 2 metode yaitu metode elektrokoagulasi dan metode adsorpsi. Untuk metode elektrokoagulasi digunakan variasi voltase sedangkan untuk adsorpsi menggunakan variasi waktu kontak yang berbeda. Adapun dilakukannya variasi ini bertujuan untuk melihat efektifitas proses elektrokoagulasi dan adsorpsi terhadap pengolahan air payau.

a. Percobaan menggunakan metode elektrokoagulasi

Penentuan potensial optimum, air payau sebanyak 5 L dimasukkan ke dalam perangkat elektrokoagulasi yang dilengkapi dengan enam (6) buah elektroda alumminium (Al) pada waktu kontak tetap yaitu 60 menit dan dengan memvariasikan potensial elektrokoagulasi sebesar 4, 6, dan 8 volt. Perangkat elektrokoagulasi yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.3.

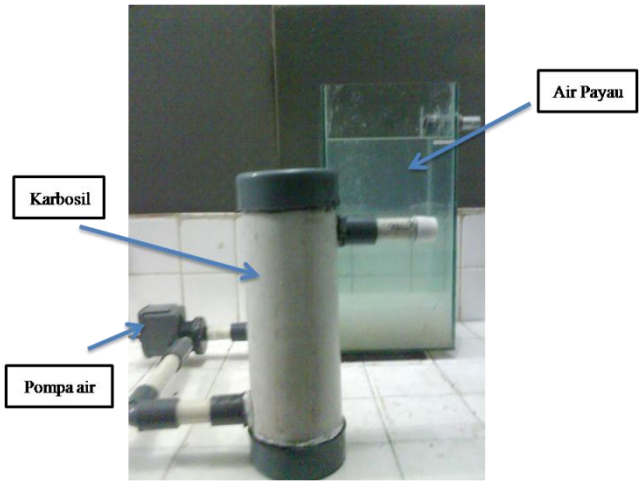


Gambar 3.3. Perangkat elektrokoagulasi

b. Percobaan menggunakan metode adsorpsi

Dalam percobaan adsorpsi air payau menggunakan karbosil dari sekam padi. Percobaan ini dilakukan dengan sistem mengalir yaitu 5 L air payau yang telah diolah secara elektrokoagulasi dialirkan ke dalam tabung yang dihubungkan dengan pipa yang telah diisi karbosil halus, sehingga akan terjadi proses adsorpsi. Pada percobaan adsorbsi ini dilakukan variasi waktu kontak yang bertujuan untuk

mengetahui pengaruh waktu kontak terhadap efektifitas proses adsorpsi yang berlangsung serta menentukan waktu kontak optimumnya. Variasi waktu yang digunakan adalah 20, 40, dan 60 menit. Perangkat adsorpsi yang digunakan ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4. Perangkat adsorpsi

E. Analisis sampel

Untuk menentukan kualitas sampel air yang dihasilkan dilakukan analisis dengan spektrofotometer UV-Vis dan pengukuran nilai daya hantar listrik (DHL) sebelum dan sesudah proses elektrokoagulasi dan adsorpsi.

1. Spektrofotometer UV-Vis

Sampel air payau sebelum dan sesudah diperlakukan secara elektrokoagulasi dan adsorpsi selanjutnya dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 254, 272, 285, 365, 436 dan 665 nm.

2. Pengukuran daya hantar listrik (DHL)

Untuk mengetahui penurunan kadar garam dalam sampel air payau dilakukan pengukuran daya hantar listrik (DHL) sebelum dan sesudah diolah secara elektrokoagulasi dan diadsorpsi.

F. Karakterisasi Zat Padat

Karakterisasi dilakukan pada karbosil yang memiliki kapasitas adsorpsi tertinggi yakni karbosil yang dibuat pada suhu pengarangan 400^0C (KBL_{400}) menggunakan FTIR, XRD dan SEM/EDX.

1. Karakterisasi menggunakan FTIR

Karakterisasi gugus fungsi dilakukan pada sekam padi dan KBL_{400}. Tahapan analisisnya yakni sebagai berikut 0,1 gram KBr padat dihaluskan kemudian dibuat bentuk *pellet* dan digunakan sebagai blangko. Selanjutnya sekam padi maupun KBL_{400} ditambahkan KBr dan digerus kemudian dibentuk pellet. Pellet sampel dalam KBr selanjutnya dimasukkan ke dalam wadah sampel dan dianalisis. Hasil analisis menggunakan FTIR diperoleh dalam bentuk spektrum hubungan antara % transmitan terhadap bilangan gelombang.

2. Karakterisasi menggunakan XRD

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur fasa KBL_{400} sebelum uji adsorpsi. Adapun langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis XRD yakni KBL_{400} disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada

tempatnya berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (*sample holder)* dengan bantuan malam (lilin perekat). Selanjutnya KBL $_{400}$ dipasang pada *sample holder* kemudian dilekatkan pada sampel stand dibagian goniometer.

Parameter pengukuran dimasukan pada *softwere* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan scan mode, penentuan rentang sudut, kecepatan scan cuplikan, selanjutnya memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah "*Start*" pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å. Hasil difraksi dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.

3. Karaktersisasi menggunakan SEM/EDX

Karakterisasi SEM /EDX dilakukan untuk mengetahui struktur mikro dan komposisi kimia pada KBL_{400} sebelum dan sesudah adsorpsi menggunakan sampel air payau. Adapun langkah-langkah dalam analisis menggunakan SEM yakni sebelum menghidupkan alat SEM, terlebih dahulu menghidupkan mesin pendingin *chiller*. Jika kevakuman telah dicapai yaitu lampu V1 & V3 menyala, menunjukkan alat SEM siap digunakan. Selanjutnya menentukan tegangan (*accelerating voltage*) SEM yang akan digunakan.

Tegangan ditentukan dengan perkiraan 1,5-3 kali energi dispersi unsur/elemen yang terkandung dalam sampel. Selanjutnya KBL_{400} yang telah dipersiapkan dan sudah ditempel pada dudukan sampel (*stub*) kemudian divakum. Setelah kevakuman dicapai (lampu V1 & V3 menyala), langkah selanjutnya menyalakan

tombol tegangan, detector, mengatur posisi kemiringan KBL_{400}, mengatur posisi KBL_{400} yang akan diamati dan perbesaran yang dikehendaki. Kemudian mengatur ketajaman (*focus*) dan penyinarannya (*contrast & brightness*) dan dilakukan proses pengambilan gambar (pemotretan).

Langkah awal dalam menganalisis menggunakan EDX yakni menentukan terlebih dahulu parameter yaitu : a) *take off angle*nya yang ditentukan dari jarak sampel (FWD) yang terdapat pada monitor SEM, *intersection distance* (D) = 34, *elevation angle* (E) = 25, *azimuth angle* (A) = 45, *scale setting* (S) yaitu jarak detector yang tergantung pada besarnya sampel pada umumnya 65 mm tetapi jika sampel lebih besar maka jarak > 65 mm; b) posisi kemiringan sampel (*tilt*) = M dapat dibaca pada ruang sampel SEM; c) tegangan operasi (*accelerating voltage*) SEM. Selanjutnya menentukan tipe analisis yakni *bulk* atau *thin* dalam % berat atau % atom. Kemudian dilakukan pencacahan dalam waktu yang sudah diatur dan analisis terhadap hasil pencacahan yang berupa grafik energi terhadap cacah.