

BAB IV

METODE PENELITIAN

Sesuai dengan tujuan penelitian seperti yang dinyatakan di atas maka penelitian ini dirancang untuk dikerjakan secara bertahap selama dua tahun berturut-turut. Adapun rincian penelitian tahun 1 adalah sebagai berikut:

1. Modifikasi lempung alam menggunakan amonium asetat, sodium asetat dan amonium klorida
2. Menguji sifat-sifat fisikokimia lempung dengan XRD, XRF, SEM, FTIR, CEC
3. Menguji kemampuan adsorpsi lempung terhadap logam Cu dan Ni di dalam air secara batch dengan mengamati variabel waktu, konsentrasi dan pH adsorbat serta suhu proses
4. Mempelajari kesetimbangan, kinetik dan termodinamika yang terkait dengan peristiwa adsorpsi kedua logam pada lempung tersebut.

4.1 Bahan-bahan Kimia dan Peralatan

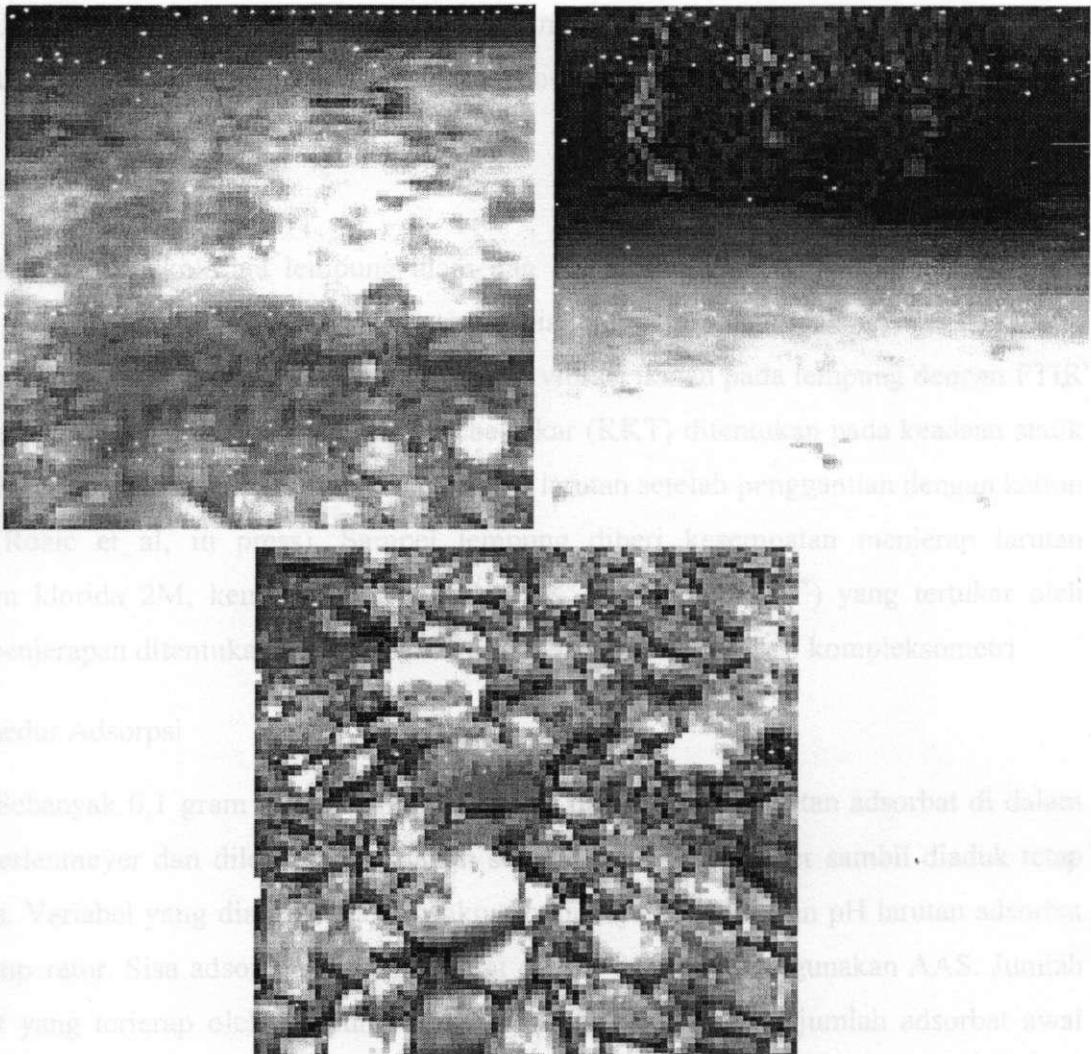
Bahan-bahan kimia untuk penelitian ini semuanya berupa material *analytical grade* yang terdiri atas CH₃COONH₄, CH₃COONa, NH₄Cl, CuSO₄ 5H₂O, Ni(NO₃)₂ 6 H₂O, KCl, NaOH, HCl. Senyawa pemodifikasi disediakan dalam keadaan segar dengan konsentrasi 1M sebanyak 500 ml, sedangkan larutan adsorbat disiapkan dalam konsentrasi induk 100 ppm.

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat-alat gelas, 1 set pengaduk magnet dan bar magnet, *waterbath shaker* dan ditunjang dengan peralatan analisis seperti XRD, XRF, FTIR, SEM, AAS dan flame fotometer.

4.2 Penyiapan adsorben

Lempung alam diambil secara acak di lokasi sumber sampel (gambaran lokasi dan penampakan sampel ditunjukkan pada gambar). Sampel dikering-anginkan, dihaluskan dan diayak dengan ukuran 300-500 μm . Serbuk lempung alam direndam selama 5jam di

dalam air suling sambil sesekali diaduk, kemudian didiamkan 1 malam dan cairan bagian atasnya dibuang. Saring sisa cairan, pastanya dikering-anginkan dan disimpan, selanjutnya siap dimodifikasi.



Gambar 4.1 Gambaran lokasi tempat pengambilan sampel. Menurut arah jarum jam: air mengalir yang jernih setelah melewati lempung dan tumpukan lempung di pinggiran sungai.

Untuk memodifikasi lempung alam, setiap 10 gram lempung diaduk konstan di dalam masing-masing larutan pemodifikasi $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, CH_3COONa atau NH_4Cl selama 5 jam dan didiamkan 1 malam. Bagian atas yang jernih dipisahkan, sisa cairan disaring. Pastanya dicuci beberapa kali dengan air suling sampai bebas anion, kemudian

dikering-anginkan sampai didapat serbuk yang siap dikarakterisasi dan digunakan sebagai adsorben. Selanjutnya sampel diberi kode sebagai berikut:

INC-0 : sampel lempung alam tanpa modifikasi

INC-AA: sampel lempung dengan pemodifikasi amonium asetat

INC-AC: sampel lempung dengan pemodifikasi amonium klorida

INC-SA: sampel lempung dengan pemodifikasi sodium asetat

4.3 Karakterisasi

Keadaan fisikokimia lempung alam dan hasil modifikasinya ditentukan menurut metoda berikut: jenis mineral dan komposisi kimia lempung menggunakan XRD dan XRF, tekstur permukaan lempung menggunakan SEM, vibrasi ikatan pada lempung dengan FTIR, sedangkan kapasitas kation yang mampu bertukar (KKT) ditentukan pada keadaan statik berdasarkan jumlah kation yang masuk ke dalam larutan setelah penggantian dengan kation NH_4^+ (Rozic et al, in press). Sampel lempung diberi kesempatan menjerap larutan amonium klorida 2M, kemudian ion-ion (Na^+ , K^+ , Mg^{++} dan Ca^{++}) yang tertukar oleh proses penjerapan ditentukan secara spektrofotometri nyala dan titrasi kompleksometri

4.4 Prosedur Adsorpsi

Sebanyak 0,1 gram sampel dimasukkan ke dalam 10 ml larutan adsorbat di dalam sebuah erlenmeyer dan diletakkan di dalam sebuah waterbath shaker sambil diaduk tetap 100 rpm. Variabel yang diamati adalah waktu kontak, konsentrasi dan pH larutan adsorbat serta temperatur. Sisa adsorbat di dalam filtrat diukur dengan menggunakan AAS. Jumlah adsorbat yang terjerap oleh lempung merupakan selisih dari pada jumlah adsorbat awal dengan adsorbat akhir.

Pelarut	28	12	6	1
Ammonium	2.12	1.32	1.40	1.37
Klorida	1.93	7.12	1.93	1.03
Sodium	1.81	2.77	3.05	2.5
Ca(OH) ₂	1.84	1.50	2.64	1.85

* dan ** diperoleh juga kurva Cv Ambri et al, 2008 dan M. Iqbal et al, 2001)

Secara umum, langkah pemodifikasi lempung dengan beberapa param-

eter mencakup penambahan, hal ini sesuai dengan sifat-sifat dari pada minera-