

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Persiapan Penelitian

Tahap persiapan ini meliputi persiapan alat-alat dan bahan-bahan yang akan digunakan antara lain :

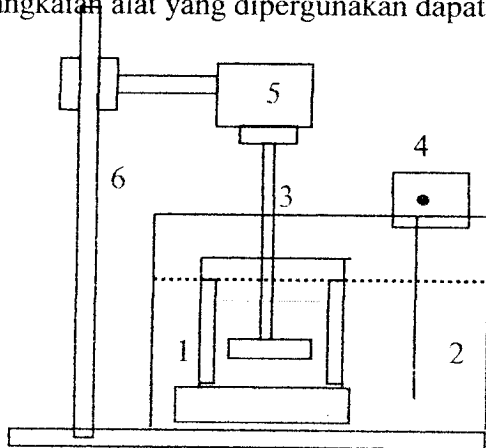
Bahan-bahan :

- Lignit
- CaCl_2
- H_2SO_4
- Aquades

Alat-alat :

- Ayakan ukuran : 40 mesh, 60 mesh
- Ball mill
- Oven
- Waterbath
- Pengaduk listrik
- Tangki Sulfonasi
- Tangki Adsorpsi
- Termocouple
- Pipet ukur dan tetes
- Biuret
- Labu ukur
- Erlenmeyer

Rangkaian alat yang dipergunakan dapat dilihat pada gambar 1.



Keterangan gambar :

1. Tangki dilengkapi *baffle*
2. *Water batch*
3. Pengaduk
4. *Heater*
5. Motor Pengaduk
6. Statif dan klem

Gambar 1. Rangkaian alat penelitian

3.2 Pelaksanaan Penelitian

Untuk proses sulfonasi lignit ini meliputi beberapa tahap :

a. Proses Sulfonasi Lignit

Lignit dengan berat tertentu dimasukkan ke dalam alat *ball mill* untuk dihancurkan dan diayak dengan ayakan ukuran $-40+60$ mesh, sehingga diperoleh ukuran butiran yang seragam dan memenuhi ukuran standar sebagai adsorben. Kemudian lignit dicuci dengan aquades untuk menghilangkan kotoran yang ada di pori-pori dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C .

Larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 4M dimasukkan dalam reaktor sulfonasi dan dipanaskan sampai suhu 75°C , kemudian lignit dimasukan dalam reaktor tersebut dan diaduk dengan kecepatan 700 rpm selama 6 jam. Kemudian lignit dipisahkan dengan larutan H_2SO_4 dan dicuci dengan aquades sampai netral. Lignit yang sudah dicuci selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C sampai beratnya konstan.

b. Penentuan waktu kesetimbangan

Larutan Ca^{2+} dengan konsentrasi 100 ppm dimasukkan dalam tangki berpengaduk sebanyak 1 liter, kemudian pada tangki dimasukkan lignit

tersulfonasi dengan jumlah 5 gram dan diaduk dengan kecepatan 500 rpm pada suhu 30°C . Ambil cairan sampel ± 10 ml tiap 15 menit. Percobaan dihentikan setelah konsentrasi Ca^{2+} dalam larutan relatif konstan, maka diperoleh waktu kesetimbangan.

c. Percobaan kesetimbangan

Larutan Ca^{2+} dengan konsentrasi 100 ppm dimasukkan dalam tangki berpengaduk sebanyak 1 liter, kemudian pada tangki dimasukkan lignit tersulfonasi dengan ukuran $-40+60$ mesh sejumlah 5 gram dan diaduk dengan kecepatan 500 rpm pada suhu kamar. Pengambilan sampel dilakukan pada waktu kesetimbangan. Percobaan diulangi dengan 110, 120, 130, dan 140 ppm

d. Variasi suhu

Percobaan variasi konsentrasi diatas dilakukan pada suhu yang berbeda-beda yaitu : 40°C dan 50°C .

e. Analisis hasil

Filtrat dari setiap percobaan diambil 10 ml dan diencerkan menjadi 100 ml. Sampel yang telah diencerkan dianalisa dengan AAS untuk mengetahui kadar sisa dari Ca^{2+} .

f. Analisis data

Dari percobaan diperoleh konsentrasi Ca^{2+} setimbang yang nilainya bervariasi yaitu fungsi konsentrasi awal Ca^{2+} dan suhu. Dengan didapat data tersebut, maka konsentrasi Ca^{2+} yang terserap pada butiran lignit dapat dihitung. Kemudian data-data tersebut dievaluasi dengan model kesetimbangan yang diajukan, sehingga diperoleh konstanta kesetimbangan. Untuk menentukan model yang cocok, maka dicari yang persen kesalahan terkecil. Selanjutnya dibahas pengaruh suhu terhadap konstanta kesetimbangan.