

BAB III

METODA PENELITIAN

3.1. Bahan dan Alat

3.1.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu boiler PKS yang diperoleh dari PKS PTPN 3 Asahan Sumatera Utara, $Pb(NO_3)_2$, HNO_3 pekat, NaOH dan akuades.

3.1.2. Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektroskopi Serapan Atom Alpha 4, X- Ray Fluoresence ARL 8680S Total Analyzer Cement, neraca analitik, furnace, ayakan, desikator, krusibel, hot plate, shaker, termometer, pH meter, kertas saring whatman 42 dan peralatan gelas lainnya.

3.2. Rancangan Penelitian

- 3.2.1. Menentukan kandungan kimia dalam abu boiler PKS.
- 3.2.2. Menentukan kemampuan adsorpsi optimum abu boiler PKS terhadap logam berat Pb berdasarkan ukuran butiran (100 mesh, 200 mesh dan 300 mesh).
- 3.2.3. Menentukan kemampuan adsorpsi optimum abu boiler PKS terhadap logam berat Pb berdasarkan pH (3, 4, 5 dan 6) dengan ukuran butiran penyerapan optimum.
- 3.2.4. Menentukan kemampuan adsorpsi abu boiler PKS terhadap logam berat Pb berdasarkan waktu kontak (15, 30, 45, 60 dan 75 menit) dengan ukuran butiran dan pH optimum.
- 3.2.5. Menentukan kemampuan adsorpsi abu boiler PKS terhadap logam berat Pb berdasarkan temperatur ($30^\circ C$, $40^\circ C$, $50^\circ C$, $60^\circ C$ dan $70^\circ C$) dengan ukuran butiran, pH, dan waktu kontak optimum.
- 3.2.6. Menentukan kemampuan adsorpsi abu boiler PKS terhadap logam berat Pb berdasarkan kecepatan pengadukan (145 rpm, 150 rpm, 155 rpm, 160 rpm dan 165 rpm) dengan ukuran butiran, pH, waktu kontak, dan temperatur optimum.

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Persiapan abu boiler PKS.

Abu boiler PKS diayak dengan ayakan 100mesh, 200 mesh, 300 mesh. Hasil ayakan dikeringkan dalam furnace dengan suhu 900⁰C selama 3 jam, kemudian abu boiler PKS didinginkan di dalam desikator selama 30 menit sampai didapatkan berat konstan. Abu boiler PKS siap digunakan sebagai adsorben.

3.3.2. Pembuatan larutan sampel

Larutan logam berat Pb dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm. Dengan melarutkan 1,5985 gram Pb(NO₃)₂ ditambahkan 2 tetes HNO₃ pekat ditepatkan volumenya dengan akuades. Kemudian diencerkan menjadi 100 ppm.

3.3.3. Penentuan kandungan oksida logam dalam abu boiler PKS

Sampel abu boiler PKS ditimbang 30 gram, kemudian sampel dimasukkan kedalam grinding mill setelah itu sampel di press dengan memasukkan sampel kedalam pressing equipment, dan dilanjutkan dengan analisis X-Ray Fluoresence (XRF).

3.3.4. Karakterisasi

3.3.4.1. Penentuan ukuran butiran optimum adsorpsi abu boiler PKS

Sebanyak 50 ml larutan sampel dengan konsentrasi 100 ppm dikontakkan selama 30 menit dengan 1 gram abu boiler PKS yang telah diayak dengan ukuran 100 mesh, 200 mesh dan 300 mesh. Setelah interaksi, abu boiler PKS dipisahkan dengan cara penyaringan menggunakan kertas saring Whatman No. 42 dan sisa logam berat di dalam filtrat diukur dengan AAS. Ukuran butiran optimum digunakan untuk karakterisasi yang lainnya.

3.3.4.2. Penentuan pH optimum adsorpsi abu boiler PKS (pada ukuran butiran optimum)

Sebanyak 50 ml larutan sampel dengan konsentrasi 100 ppm dikontakkan selama 30 menit dengan 1 gram abu boiler PKS dengan ukuran yang optimum 300 mesh pada pH 3,4,5,6. Setelah interaksi, abu boiler PKS dipisahkan dari larutan dengan cara penyaringan menggunakan kertas saring Whatman No. 42 dan sisa logam berat di dalam filtrat diukur dengan AAS. pH optimum digunakan untuk karakterisasi yang lainnya.

3.3.4.3. Penentuan waktu kontak optimum adsorpsi Abu boiler PKS (pada ukuran butiran dan pH optimum)

Sebanyak 50 ml larutan sampel dengan konsentrasi 100 ppm dikontakkan dengan 1 gram abu boiler PKS dengan ukuran butiran 300 mesh dan suasana larutan sampel pada pH 5 selama 15, 30, 45, 60 dan 75menit. Setelah interaksi, abu boiler PKS dipisahkan dengan cara penyaringan menggunakan kertas saring Whatman No. 42 dan sisa logam berat di dalam filtrat diukur dengan AAS. Waktu kontak optimum digunakan untuk karakterisasi lainnya.

3.3.4.4. Penentuan temperatur optimum Adsorpsi Abu boiler PKS (pada ukuran butiran, pH dan waktu kontak optimum)

Sebanyak 50 ml larutan sampel dengan konsentrasi 100 ppm dikontakkan selama 30 menit dengan 1 gram abu boiler PKS dengan ukuran butiran 300 mesh dan sampel pH 5 pada suhu 30⁰C, 40⁰C, 50⁰C,60⁰C, dan 70⁰C. Setelah interaksi, abu boiler PKS dipisahkan dengan cara penyaringan menggunakan kertas saring Whatman No. 42 dan sisa logam berat di dalam filtrat diukur dengan AAS. Temperatur optimum digunakan untuk karakterisasi lainnya.

3.3.4.5. Penentuan kecepatan pengadukan optimum Adsorpsi Abu boiler PKS (pada ukuran butiran, pH, waktu kontak dan temperatur optimum)

Sebanyak 50 ml larutan sampel dengan konsentrasi 100 ppm dikontakkan selama 30 menit dengan 1 gram abu boiler PKS dengan ukuran butiran 300 mesh dan pH 5 untuk larutan sampel dengan variasi kecepatan pengadukan 145 rpm, 150 rpm, 155 rpm, 160 rpm dan 165 rpm. Setelah interaksi, abu boiler PKS dipisahkan dengan cara penyaringan menggunakan kertas saring Whatman No. 42 dan sisa logam berat di dalam filtrat diukur dengan AAS.

3.3.5. Penentuan serapan logam berat Pb secara spektrofotometri serapan atom (SSA)

Siapkan larutan standar Pb dengan konsentrasi 5 ppm; 10 ppm; 15 ppm; dan 25 ppm. Siapkan larutan sampel yang akan dianalisis. Ukur absorbansi larutan standar tersebut pada λ 228,8 nm dengan spektrofotometer serapan atom. Buat kurva kalibrasi larutan standar dengan metoda persamaan regresi linier. Ukur absorbansi larutan sampel. Hitung konsentrasi Pb di dalam larutan sampel dengan menggunakan kurva kalibrasi larutan standar yang telah dibuat.