

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Tahap awal penelitian adalah pengambilan sampel bentonit alam (dari Desa Kauman, Kemusuk, Boyolali). Karakterisasi atas bentonit alam dilakukan dengan XRD, komposisinya ditentukan dengan AAS (di PPTM Bandung). Treatment terhadap bentonit alam dilakukan menggunakan natrium klorida dan kalsium klorida untuk mengubah bentonit tersebut menjadi bentonit natrium dan bentonit kalsium. Proses pengambilan kadmium oleh ketiga jenis bentonit dilakukan dengan cara batch- menggunakan pengaduk stirer dengan membuat variasi waktu pengadukan dan konsentrasi awal kadmium pada temperatur kamar. Konsentrasi kadmium yang tidak dipertukarkan ditentukan dengan AAS ( di LAKFIP UGM).

#### 3.1 Alat Dan Bahan

##### 3.1.1 Alat.

Alat-alat yang dibutuhkan untuk penelitian:

- Peralatan gelas
- Hot plate /magnetik stirer (Nuova)
- Neraca analitik (Metler)
- Saringan 200 mesh
- Arloji
- Oven
- XRD ( tipe PW 3710 based)
- AAS (Hitachi z 8000)
- pengaduk magnetik, panjang 4 cm
- Gelas Beker 1L ,  $\varnothing = 10$  cm
- Termometer

### 3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian :

- |                     |       |   |        |
|---------------------|-------|---|--------|
| - Bentonit alam     | 300 g | - Akuades   | 50 L   |
| - NaCl              | 200 g | - CdSO <sub>4</sub> 8/3 H <sub>2</sub> O                          | 15 g   |
| - CaCl <sub>2</sub> | 100g  | - AgNO <sub>3</sub>   | 10 mL  |
| - HF                | 50 mL | - CdCl <sub>2</sub> 1000 ppm                                      | 500 mL |
| - HClO <sub>4</sub> | 25 mL | - Al <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | 5 g    |
| - HNO <sub>3</sub>  | 25 mL | - MgCl <sub>2</sub>   | 5 g    |

### 3.2 Preparasi Larutan

#### 3.2.1 Larutan standar CdCl<sub>2</sub>

Larutan standar 0,2 , 0,4 , 0,8 , 1 , 1,6 dan 2 ppm dibuat dengan menempatkan 0,02 , 0,04, 0,08, 0,1 , 0,16 dan 0,2 mL larutan CdCl<sub>2</sub> 1000 ppm masing-masing ke dalam labu takar 100 mL kemudian diencerkan menggunakan akuades sampai tanda batas.

#### 3.2.2 Larutan 0,04 M CdSO<sub>4</sub>8/3 H<sub>2</sub>O

Sebanyak 5,128 g CdSO<sub>4</sub>8/3 H<sub>2</sub>O ditempatkan dalam labu takar 500 mL, dilarutkan menggunakan akuades yang ditambahkan sampai tanda batas. Untuk keperluan adsorpsi ( ad. 3.3.4.1 ) larutan diencerkan menjadi 0,01 M.

### **3.2.3 Larutan CdSO<sub>4</sub>·8/3 H<sub>2</sub>O 1000 ppm**

Sebanyak 1,1406 g CdSO<sub>4</sub>·8/3 H<sub>2</sub>O ditempatkan dalam labu takar 500 mL. Garam dilarutkan dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Untuk keperluan adsorpsi ( ad 3.3.4.2 ) larutan diencerkan menjadi 750, 500, 250 dan 125 ppm.

### **3.2.4 Larutan standard CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 500 ppm**

Sebanyak 1,834 g garam CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O ditempatkan dalam labu takar 1 L. Garam dilarutkan dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Untuk membuat kurva standar diamati absorbansi larutan standar 0, 2, 4 dan 6 ppm.

### **3.2.5 Larutan standar MgCl<sub>2</sub> 500 ppm**

Sebanyak 1,958 g garam MgCl<sub>2</sub> ditempatkan dalam labu takar 1 L. Garam dilarutkan dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Untuk membuat kurva standar diamati absorbansi larutan standar 0, 2, 4, 6 dan 8 ppm.

### **3.2.6 Larutan standar NaCl 1000 ppm.**

Sebanyak 0,255 g garam NaCl ditempatkan dalam labu takar 100 mL. Garam dilarutkan dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Untuk membuat kurva standar diamati absorbansi larutan standar 0, 0,5, 1,0, 1,5 dan 2,0 ppm

### **3.2.7 Larutan standar Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 100 ppm**

Sebanyak 0,45 g Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ditempatkan dalam labu takar 250 mL. Garam dilarutkan dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Untuk membuat kurva standar diamati absorbansi larutan standar 0, 20, 40 dan 60 ppm.

### 3.2.14 Larutan $\text{SrCl}_2$ 5 %

Sebanyak 7,931 g garam  $\text{SrCl}_2$  dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL. Garam dilarutkan dengan akuades, diencerkan sampai tanda batas.

## 3.3 Prosedur Kerja

### 3.3.1 Analisa jenis mineral komponen penyusun bentonit menggunakan XRD <sup>(16)</sup>

Bentonit alam 200 mesh dicampur secara seksama dengan sedikit perekat. Hasil pencampuran diusahakan plastis, namun tidak terlalu encer atau lengket, kemudian digulung diantara 2 kaca penggulung untuk membentuk sebuah tongkat dengan panjang  $\pm 10$  mm, diameter 0,2 – 0,3 mm dan dibiarkan mengeras selama 15 menit atau lebih selanjutnya ditempatkan dalam pasak kuningan khusus untuk dimasukkan ke dalam kamera powder.

### 3.3.2 Pengubahan Bentonit Alam Menjadi Bentonit Natrium Dan Bentonit

#### Kalsium <sup>(17,18)</sup>

Bentonit alam 200 mesh, 20 g dan 350 mL  $\text{NaCl}$  1 N ditempatkan dalam gelas beker 1 L (A), diaduk menggunakan magnetik stirer pada 480 rpm, suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 4 jam. Pemanasan dilanjutkan di dalam oven, pada temperatur yang sama selama 20 jam. Larutan  $\text{NaCl}$  dituang, diganti dengan 350 mL larutan  $\text{NaCl}$  1 N yang baru kemudian diperlakukan seperti 24 jam pertama. Ke dalam gelas beker 1L (B), 30 g bentonit alam 200 mesh dan 300 mL  $\text{CaCl}_2$   $10^{-2}$  N diaduk menggunakan magnetik stirer pada 480 rpm, suhu kamar selama 24 jam. Larutan  $\text{NaCl}$  dituang, diganti dengan 300 mL larutan  $\text{CaCl}_2$   $10^{-2}$  N yang baru, lalu diperlakukan seperti 24

jam pertama. Demikian masing-masing sampel bentonit mendapat perlakuan yang sama sampai hari ke tujuh. Larutan garam di tuang, bentonit dicuci menggunakan akuades sampai bebas Cl<sup>-</sup>, Masing-masing sampel dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 105°C selama 2 jam, kemudian ditumbuk pada lumpang porselin, diayak dengan saringan 200 mesh. . Kadar Na<sub>2</sub>O, CaO, MgO dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> masing-masing sampel bentonit ditentukan menggunakan AAS.

### 3.3.3 Penentuan Kadar Na, Ca, Mg dan Al Bentonit.

Sebanyak 0,2 g bentonit alam, bentonit natrium atau bentonit kalsium ukuran 200 mesh ditempatkan dalam teflon 150 atau 250 mL. Ke dalam teflon ditambahkan 10 mL HF dan 5 mL HNO<sub>3</sub>, kemudian dipanaskan dalam hot plate sampai kering. Kedalam teflon ditambahkan 3 mL HNO<sub>3</sub> dan 2mL HClO<sub>4</sub>, dipanaskan sampai volume berkurang ± 3 mL. Kedalam teflon ditambahkan 3 mL HNO<sub>3</sub>, dipanaskan sampai volumenya tinggal ± 3 mL. Ditambahkan 3-5 mL akuades dan dipanaskan sampai mendidih. Preparat ditempatkan dalam labu takar 100 mL, diencerkan menggunakan akuades sampai tanda batas. Larutan disimpan sebagai larutan induk.

Sebanyak 20 mL larutan induk dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan 20 mL SrCl<sub>2</sub> 5%. Ke dalam 2 buah labu takar 100 mL yang lain dimasukkan larutan yang sama dengan labu takar pertama. Ke dalam labu takar keempat (500 mL) ditambahkan 2,5 mL larutan induk dan 100 mL larutan SrCl<sub>2</sub>. Masing-masing kemudian diencerkan sampai tanda batas dan dianalisa kadar Al<sup>3+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup> dan labu keempat Na<sup>+</sup> menggunakan AAS.

### **3.3.4 Pertukaran Ion Antara Kadmium Dan Bentonit.**

#### **3.3.4.1 Penentuan Kapasitas Pertukaran Kation Bentonit Alam Dan Bentonit**

##### **Hasil Pelakuan. <sup>(17)</sup>**

Sebanyak 1g bentonit alam, bentonit kalsium atau bentonit natrium ukuran 200 mesh dan 100 mL, larutan 0,01M  $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3 \text{H}_2\text{O}$  ditempatkan dalam gelas beker 1 L kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer pada 240 rpm selama 1,5, 3, 6, 12, 24, dan 48 jam. Suspensi dipisahkan menggunakan sentrifuge, dioperasikan selama 10 menit pada 3400 rpm. Supernatan ditempatkan dalam labu takar 250 ml. Bentonit dicuci, filtrat ditempatkan bersama supernatan. Pencucian dilakukan sampai larutan mencapai tanda batas. Sebanyak 2,5 mL filtrat ditempatkan dalam labu takar 100 mL diencerkan menggunakan akuades. Sebanyak 17 mL larutan hasil pengenceran tersebut ditempatkan dalam labu takar 100 mL kemudian diencerkan dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Kandungan kadmium dianalisa menggunakan AAS.

#### **3.3.4.2 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Kadmium Terserap. <sup>(17)</sup>**

Sebanyak 1 g bentonit natrium ukuran 200 mesh dan 100 mL larutan 750 ppm  $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3 \text{H}_2\text{O}$  ditempatkan dalam gelas beker 1 L kemudian diaduk menggunakan stirer pada 240 rpm selama 1,5 jam. Suspensi dipisahkan menggunakan sentrifuge, dioperasikan selama 10 menit 3400 rpm. Supernatan ditempatkan dalam labu takar 250 mL. Bentonit dicuci, filtrat ditempatkan bersama supernatan. Pencucian dilakukan sampai larutan mencapai tanda batas. Sebanyak 2,5 mL filtrat ditempatkan dalam labu takar 100 mL diencerkan menggunakan akuades. Sebanyak

17 mL larutan hasil pengenceran tersebut ditempatkan dalam labu takar 100 mL kemudian diencerkan diencerkan menggunakan akuades dengan menambahkan akuades sampai tanda batas. Kandungan kadmium larutan ditentukan dengan AAS. Dengan cara yang sama masing- masing 1g bentonit natrium diperlakukan terhadap larutan  $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3 \text{H}_2\text{O}$  500, 250 dan 125 ppm.

