BAB III
DASAR TEORI

3.1 Kulit Singkong

Singkong adalah tanaman yang memiliki beragam sebutan seperti ubi kayu atau ketela pohon tergandung dari tiap daerah. Singkong memiliki kandungan gizi yang cukup lengkap. Kandungan kimia dan zat gizi pada singkong adalah karbohidrat, lemak, protein, serat makanan, vitamin (B1, C), mineral (Fe, F, Ca), dan zat non gizi. Umbi singkong mengandung senyawa non gizi tannin (Suherman, 2009). Tanaman ini merupakan salah satu tanaman yang mudah dibudidayakan dan memiliki banyak manfaat yakni daun singkong dapat dimanfaat sebagai sayuran, umbinya dimanfaatkan sebagai bahan makanan tambahan dan masih banyak lagi. Sedangkan kulit singkong belum dimanfaatkan secara maksimal oleh masyarakat. Limbah kulit singkong merupakan residu hasil pertanian yang banyak ditemukan dalam jumlah melimpah. Oleh karena itu, kulit singkong perlu dioalah sebagai upaya untuk mengaktivasi selulosa non reduksi pada biomassa sehingga memiliki nilai ekonomis. Limbah kulit singkong bisa dimanfaatkan sebagai bahan baku *biochar*.

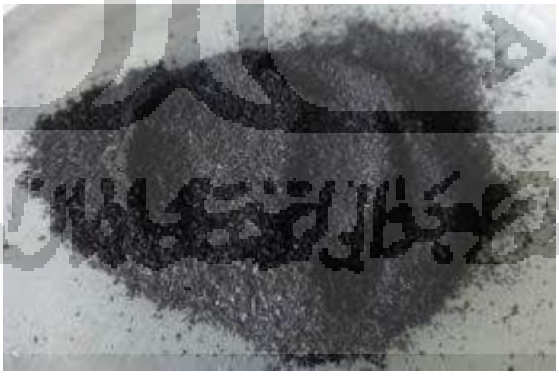
Gambar 1. Kulit singkong

Kulit singkong adalah limbah dari ubi kayu yang memiliki kandungan karbon sebesar 59,31%. Dengan adanya kandungan karbon yang cukup tinggi maka kulit singkong dapat dimanfaatkan sebagai *biochar*. Persentase kulit singkong kurang

lebih 20% dari umbinya sehingga per kg umni singkong menghasilkan 0,2 kg kulit singkong. Komponen kimia dan zat gizi yang terkandung dalam kulit singkong adalah protein 8,11 gram, serat kasar 15,2 gram, pectin 0,22 gram, lemak 1,29 gram dan kalsium 0,63 gram (Ariyani et al., 2017).

3.2 Biochar

Biochar atau *biocharcoal* adalah suatu produk yang kaya dengan karbon yang diperoleh dari biomas. *Biochar* merupakan bahan yang memiliki sifat tidak mudah termineralisasi atau mampu bertahan dalam jangka waktu yang panjang. *Biochar* dikenal sebagai arang yang terbuat dari bahan organik, dengan melalui proses pirolisis (tanpa O_2 dan suhu tinggi). Pirolisis merupakan kasus khusus termolisis yang bertujuan melepaskan zat terbang (*volatile matter*) pada kandungan dalam biomassa. Umumnya, kandungn zat terbang dalam biomassa cukup tinggi (Zarror and Pyle, 1982). Secara teknis, *biochar* dapat dihasilkan melalui suatu proses yang disebut dekomposisi termal dari bahan organik pada suhu yang tergolong rendah (< 700 ^{o}C) dan di bawah kondisi pasokan oksigen yang terbatas. Bahan baku *biochar* berasal dari bahan organik atau bahan berlignoselulosa, seperti kayu, tempurung kelapa, pelepah kelapa sawit, tongkol jagung, kulit singkong, limbah pertanian dan lainnya (Goenadi et al., 2017).



Gambar 2. *Biochar*

Biochar merupakan subtansi arang kayu yang memiliki pori (*porous*) dan sering disebut *charcoal* atau *agrichar*. Karena *biochar* berasal dari makhluk hidup, maka disebut juga arang hayati (Gani, 2009). *Biochar* dibuat pertama kali menggunakan metode pirolisis lambat dimana bahan dasarnya berupa biomassa..

Dalam penelitian Byrne and Marsh (1995) menyatakan, *biochar* yang baik mempunyai luas permukaan yang besar, yaitu berkisar antara 300 – 3500 m^2/gram. Hal ini dikarenakan luas permukaan biochar ini berhubungan dengan struktur pori internal yang menyebabkan *biochar* tersebut mampu mempunyai sifat sebagai adsorben. Menurut IUPAC *(International Union of Pure and Applied Chemical)*, porositas klasifikasi pori dibagi menjadi 3, yaitu: mikropori yang memiliki diameter pori < 2nm, mesopori dengan diameter pori antara 2-50 nm, dan makropori dengan diameter pori > 50 nm (Rahmayani dan Siswarni, 2013). Luas permukaan memberikan informasi mengenai jumlah pori – pori dalam *biochar* yang akan digunakan untuk mengadsorpsi zat (Siregar, 2009).

Menurut Fauziah (2009), penilaian kualitas *biochar* dapat dilakukan berdasarkan:

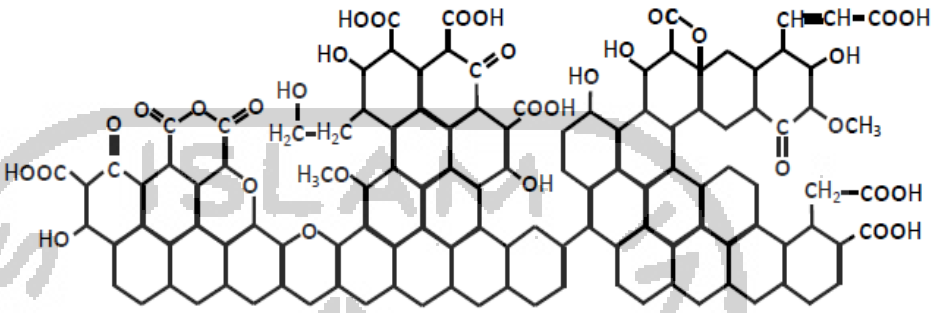
1. Ukuran, misalnya berupa serbuk halus, pecahan, atau batangan.
2. Sifat fisik, seperti warna, kekerasan, nilai kalor, nyala, bunyi, berat jenis, dan kerapuhan.
3. Analisa karbon, meliputi beberapa analisa seperti analisa kadar abu, kadar air, zat mudah menguap, dan karbon sisa.
4. Suhu maksimum karbonisasi dan kemurnian karbon

Biochar merupakan karbon yang telah diproses sedemikian rupa sehingga mempunyai daya serap yang tinggi terhadap suatu zat dalam bentuk larutan maupun uap. Perbedaan struktur karbon aktif dengan karbon biasa terletak pada persilangan rantai karbon dan ketebalan lapisannya (*microcrystalin*) (Suhartana, 2006).

Oleh sebab itu, sebelum digunakan sebagai adsorben, *biochar* dari kulit singkong perlu diaktivasi. Proses aktivasi berfungsi untuk membuka pori – pori permukaan arang dengan cara mengoksidasi molekul atau memecah ikatan hidrokarbon yang terdapat pada permukaannya (Basuki, 2008).

Kemampuan *biochar* dalam mengadsorpsi suatu adsorbat ditentukan oleh luas permukaan dan struktur kimianya yaitu atom C, H dan O yang terikat secara kimia membentuk suatu gugus fungsi seperti karboksil, fenol dan eter. Gugus fungsi dapat berasal dari bahan baku *biochar* atau terbentuk karena proses aktivasi. Gugus fungsi akan mempengaruhi sifat adsorpsinya (Murti, 2008). Adanya gugus fungsi

tersebut, menjadikan permukaan *biochar* lebih reaktif secara kimiawi, sehingga mampu mempengaruhi sifat adsorpsinya (Pujiyanto, 2010).



Gambar 3. Ilustrasi struktur kimia *biochar* (Sudibandriyo, 2015)

Luas permukaan dan distribusi karbon pada *biochar* tergantung pada bahan baku dan proses aktivasinya. Struktur pori berhubungan dengan luas permukaan, maka semakin kecil pori – pori pada biochar akan mengakibatkan luas permukaan semakin besar, ini akan menambah kecepatan adsorpsinya (Konno, 2008).

3.3 Aktivasi

Aktivasi merupakan salah satu bagian dari proses pembuatan *biochar*. Aktivasi dilakukan untuk memperbesar diameter pori, manambah atau mengembangkan volume pori yang telah terbentuk saat proses karbonisasi serta untuk membuat beberapa pori baru. Dengan proses aktivasi daya adsorpsi *biochar* akan meningkat, karena *biochar* hasil karbonasi kemungkinan masih mengandung zat yang menutupi permukaan pori (Budiono, 2009).

Proses aktivasi terjadi karena adanya interaksi antara zat pengaktivasi dengan atom – atom karbon dari hasil karbonasi. Aktivator dapat meningkatkan daya serap adsorben dengan mekanisme sebagai berikut:

1. Aktivator menembus celah atau pori – pori diantara pelat – pelat kristalin karbon aktif yang membentuk heksagonel dan menyebar di dalam pori – pori tersebut, sehingga pengikisan terjadi pada permukaan kristalin karbon.

2. Menurut teori interkalasi, jika struktur dari suatu komposisi senyawa disisipi ion atau atom lain maka struktur tersebut akan mengalami modifikasi. Pada proses aktivasi, ion atau atom yang disisipkan adalah aktivator.
3. Aktivasi dapat dilakukan secara kimia dan fisika. Aktivasi kimia menggunakan aktivator dari bahan kimia untuk meningkatkan luas permukaan adsorben dengan cara menghilangkan senyawa non karbon dari pori – pori. Sedangkan aktivasi fisik menggunakan gas – gas inert seperti uap air (*steam*), CO_2 dan N_2 (Serrano et al., 1996).

Dalam penelitiannya Elly (2008) menyatakan, ada dua cara aktivasi, yaitu aktivasi kimia dan aktivasi fisika. Pada aktivasi kimia, bahan kimia digunakan sebagai agen pengaktivasi dengan cara merendam arang ke dalam larutan kimia seperti H_3PO_4 (Haimour dan Emeish, 2006), H_2SO_4 (Martin, 2003; Prabarini dan Okayadnya, 2014), NaOH (Rahmi dan Octania, 2010), dan $ZnCl_2$ (Tay, 2001) dalam suasana inert. Sedangkan untuk aktivasi fisik menggunakan uap, panas dan CO_2 dengan suhu tinggi dalam sistem tertutup tanpa udara sambil dialiri gas inert.

3.4 Impregnasi Basah

Impregnasi adalah proses penjenuhan total suatu zat dengan menggunakan zat tertentu. Metode ini merupakan teknik yang paling sering digunakan untuk preparasi katalis daripada metode lainnya. Metode ini sering dipakai karena kemudahan dalam pengerjaannya. Tujuan impregnasi adalah untuk mengisi pori – pori menggunakan surfaktan dengan konsentrasi tertentu. Setelah diimpregnasi, langkah selanjutnya adalah pengeringan dan pemanasan pada suhu tinggi (kalsinasi), sehingga terjadi dekomposisi precursor menjadi spesi aktif.

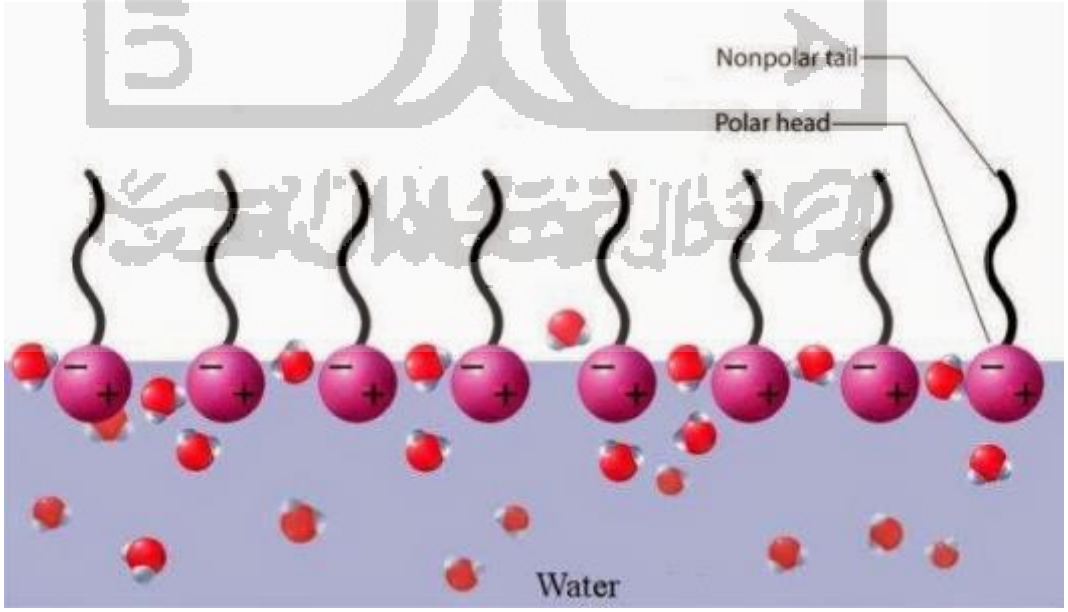
Ada dua metode impregnasi, yaitu:

1. Impregnasi basah (*wet impregnation*), pada impregnasi ini, jumlah larutan precursor fasa aktif ditambahkan ke penyangga melebihi volume pori penyangga. Walaupun metode ini adalah yang termudah, tetapi dapat menghasilkan deposisi prekursor fasa aktif yang sangat banyak pada bagian luar penyangga setelah dikeringkan dan menghasikan distribusi fasa aktif mirip kulit telur pada bagian luar penyangga.

2. Impregnasi kering (*incipient wetness impregnation*), pada impregnasi ini, jumlah larutan prekursor aktif (impregnan) yang ditambahkan sama dengan jumlah volume penyangga. Keuntungan dari metode adalah akurat dalam mengontrol komponen aktif yang akan digabungkan dalam katalis, kelemahannya sulit melakukan pembuatan dengan % berat komponen aktif yang besar.

3.5 Surfaktan

Surfaktan adalah senyawa yang dapat menurunkan tegangan permukaan air atau larutan. Aktivitas surfaktan diperoleh karena memiliki sifat ganda dari molekulnya. Molekul surfaktan memiliki sifat polar (gugus hidrofilik) dapat dengan mudah larut di dalam air dan sifat non polar (gugus hidrofobik) yang mudah larut dalam minyak. Jika proses interaksi dengan fasa air lebih kuat dibandingkan dengan fasa minyak, hal ini menunjukkan bahwa jumlah gugus hidrofiliknya lebih banyak. Sebagai akibatnya, tegangan permukaan air menjadi lebih rendah sehingga dengan mudah menyebar dan menjadi fasa kontinu. Demikian pula sebaliknya, jika interaksi dengan fasa minyak lebih kuat dibandingkan dengan fasa air, yang diakibatkan oleh jumlah gugus hidrofobik yang lebih dominan. Hal ini akan mengakibatkan tegangan permukaan minyak menjadi lebih rendah sehingga dengan mudah menyebar dan menjadi fasa kontinu (Tang & Suendo, 2011).



Gambar 4. Molekul surfaktan pada permukaan zat cair (Gevarsio, 1996)

Istilah surfaktan merupakan singkatan dari surface active agent yang berarti zat yang bekerja aktif pada permukaan. Dengan kata lain karakteristik surfaktan adalah kecenderungannya untuk terabsorbsi pada permukaan (surface) atau antar muka (interface). Surfaktan biasanya merupakan suatu senyawa organik yang amfipatik, yaitu memiliki gugus hidrofobik (non polar pada ekor) dan hidrofilik (polar pada kepala). Oleh karena itu surfaktan dapat terlarut dalam pelarut organik dan air (Jonsson et.al, 1999). Tegangan muka suatu larutan akan bergantung pada zat pelarut. Apabila surfaktan mempunyai gugus hidrofilik dan lipofilik sekaligus, kemudian ditambahkan ke dalam air, maka tegangan muka air akan turun. Sebaliknya apabila ditambah kedalam minyak maka tegangan muka akan cenderung naik (Rosen, 2004).

a. Jenis – jenis surfaktan berdasarkan jenis pelarut

1. Surfaktan yang larut dalam minyak

Ada tiga yang termasuk dalam golongan ini, yaitu senyawa polar berantai panjang, senyawa fluorokarbon, dan senyawa silikon.

2. Surfaktan yang larut dalam air

Golongan ini banyak digunakan sebagai zat pembasah, zat pembusa, zat pengemulsi, zat anti busa, detergen, zat flotasi, pencegah korosi, dan lainlain. Ada empat yang termasuk dalam golongan ini, yaitu surfaktan anion yang bermuatan negatif, surfaktan kation yang bermuatan positif, surfaktan nonion yang tak terionisasi dalam larutan, dan surfaktan amfoter yang bermuatan negatif dan positif bergantung pada pH-nya.

b. Macam – Macam Surfaktan Berdasarkan Hidrofilik

1. Surfaktan Anionik

Surfaktan anionik adalah surfaktan yang gugus hidrofiliknya bermuatan negatif. Surfaktan anionik dalam penggunaannya dibagi 4 kelompok yaitu karboksilat, surfonat, sulfat, fosfat. Surfaktan anionik digunakan secara luas pada industri sabun dan minyak karena surfaktan ini mudah dibuat dan harganya lebih murah.

2. Surfaktan kationik

Surfaktan Kationik adalah surfaktan yang gugus hidrofiliknya bermuatan positif. Surfaktan kationik umumnya mengandung atom nitrogen seperti rantai panjang amina dan garam amonium kuartener. Surfaktan ini sering digunakan di industri tekstil sebagai bahan pelembut kain.

3. Surfaktan Nonionik

Surfaktan nonionik adalah jenis surfaktan yang gugus hidrofiliknya tidak bermuatan. Surfaktan ini tidak sensitif terhadap air sadah, tidak dipengaruhi oleh elektrolit serta terabsorbsi secara kuat pada permukaan yang bermuatan sehingga sukar larut didalam air. Surfaktan ini banyak digunakan di industri tekstil.

4. Surfaktan zwiterionik

Surfaktan zwiterionik adalah jenis surfaktan yang gugus hidrofiliknya mengandung muatan positif dan negatif. Surfaktan ini umumnya stabil dalam asam dan basa serta tidak larut dalam pelarut organik (Suryanti, 2008).

c. Karakterisasi Surfaktan

1. Tegangan Muka

Surfaktan adalah suatu zat yang dapat mengurangi atau menurunkan tegangan permukaan zat cair, misalnya sabun atau detergen, asam sulfonat dan zat – zat organik tertentu. Surfaktan dapat pula disebut zat aktif permukaan atau zat pembasah (Arsyad, 2001).

2. Kestabilan Busa

Salah satu fenomena khas dari larutan surfaktan adalah kemampuannya dalam membentuk busa. Busa terbentuk ketika larutan surfaktan diaduk atau dialiri udara (Indraswari, 2006).

3. CMC (*Critical Micelle Concentration*)

Penambahan surfaktan dalam larutan akan menyebabkan turunnya tegangan permukaan larutan. Setelah mencapai konsentrasi tertentu, tegangan permukaan akan konstan walaupun konsentrasi surfaktan ditingkatkan. Bila surfaktan ditambahkan melebihi konsentrasi ini maka surfaktan mengagregasi membentuk misel. Penambahan surfaktan akan meningkatkan konsentrasi micelle sehingga bila

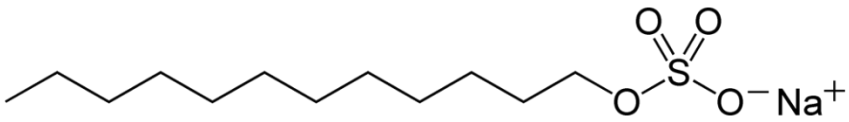
surfaktan terus ditambahkan akan tercapai konsentrasi kritis micelle yang disebut *Critical Micelle Concentration* (CMC). Tegangan permukaan akan menurun hingga CMC tercapai. Setelah CMC tercapai, tegangan permukaan akan konstan 25 yang menunjukkan bahwa antar muka menjadi jenuh dan terbentuk misel yang berada dalam keseimbangan dinamis dengan monomernya (Genaro, 1990).

Critical Micelle Concentration atau CMC merupakan sifat penting surfaktan yang menunjukkan batas konsentrasi kritis surfaktan dalam suatu larutan. Di atas batas tersebut, surfaktan akan membentuk micelle atau agregat. Dosis optimum pemakaian surfaktan berada di sekitar batas CMC nya. Penggunaan dosis surfaktan yang jauh dia atas batas CMC mengakibatkan terjadinya emulsi balik (*remulsification*). Penentuan CMC pada umumnya dengan cara mengukur tegangan muka atau tegangan antar muka dari larutan surfaktan sebagai fungsi dari konsentrasi. Makin tinggi konsentrasi surfaktan menyebabkan tegangan muka makin rendah sampai mencapai suatu konsentrasi di mana tegangan antar mukanya konstan (Broto, 2010).

Surfaktan dalam polimer emulsi berfungsi sebagai pengemulsi yang berperan dalam penyediaan tempat untuk nukleasi partikel serta berfungsi sebagai penstabil koloid dari partikel yang sedang tumbuh sebagai hasil dari adsorpsi surfaktan pada antarmuka partikel air. Umumnya proses polimerisasi emulsi menggunakan surfaktan anionik. Dalam penelitian ini, surfaktan yang digunakan adalah *sodium dedocyl sulphate* (SDS) yang termasuk surfaktan anionik.

3.6 *Sodium Dodecyl Sulfate* (SDS)

Surfaktan atau *surface active agent* atau *wetting agent* merupakan bahan organik yang berperan sebagai bahan aktif pada detergen, sabun, dan shampo. Surfaktan dapat menurunkan tegangan permukaan yang memungkinkan partikel-partikel yang menempel pada bahan-bahan yang dicuci terlepas dan mengapung atau terlarut dalam air (Effendi, 2003).



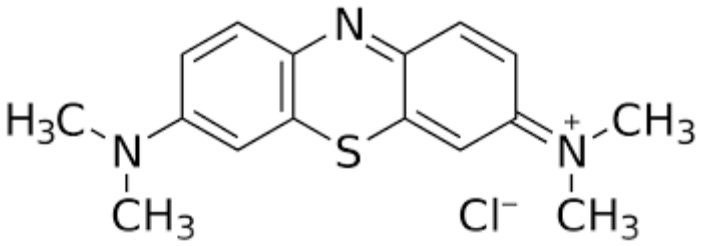
Gambar 5. Struktur *sodium dodecyl sulfate* (SDS) (Calvero, 2006)

Sodium Dodecyl Sulfat (SDS) atau sulfat alkil primer adalah turunan Alkohol sulfat. Pembuatan sulfat alkil primer didasarkan pada bahan baku yang berasal dari olefin rantai panjang dengan menggunakan proses okso, yang menghasilkan campuran linear dan bercabang alkohol primer. Sulfonasi dari alkohol dicampur menghasilkan campuran linear sulfat primer alkil (LPAS) dan bercabang sulfat alkil primer (BPAS), yang memiliki sifat deterjen yang sangat baik dan secara luas digunakan dalam aplikasi deterjen heavy duty. SDS dinyatakan dengan rumus molekul $NaC_{12}H_{25}SO_4$, memiliki berat molekul 288,38 g mol-1.

SDS banyak digunakan dalam produk rumah tangga seperti pasta gigi, shampoo, busa cukur, sabun mandi dan kosmetik. Dalam industri digunakan sebagai agen pelunakan kulit, agen pembersih wol, dalam industri kertas sebagai penetran, agen flokulasi, agen penghilang tinta, dalam konstruksi bangunan sebagai aditif beton, perangkat pemadam kebakaran, minyak pelumas mesin, pembersih lantai, dan sabun cuci mobil dll. SDS dapat meningkatkan penyerapan bahan kimia melalui kulit, mukosa saluran cerna, dan membran mukosa lainnya.

3.7 Metilen Biru

Metilen biru memiliki rumus kimia $C_{16}H_{18}N_3SCl$ yang membentuk struktur seperti Gambar 6 yang merupakan senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan termasuk zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat. Pada umumnya metilen biru digunakan sebagai pewarna sutra, wool, tekstil, kertas, peralatan kantor, dan kosmetik. Senyawa ini berupa kristal berwarna hijau gelap. Ketika dilarutkan, metilen biru dalam air atau alkohol akan menghasilkan larutan berwarna biru. Metilen biru memiliki berat molekul 319,86 gr/mol, dengan titik lebur 105°C dan daya larut sebesar 4,36 x 104 mg/L (Palupi, 2006).



Gambar 6. Struktur metilen biru

Gugus kromofor adalah gugus yang menyebabkan molekul menjadi berwarna. Kromofor zat warna reaktif biasanya merupakan sistem azo dan antrakuinon dengan berat molekul relatif kecil. Daya serap terhadap serat tidak besar sehingga zat warna yang tidak bereaksi dengan serat mudah dihilangkan.

Metilen Biru merupakan parameter yang sering digunakan untuk mengetahui kemampuan dari suatu adsorben dalam menyerap molekul – molekul dengan ukuran besar. Pengujian metilen biru menunjukkan jumlah relatif makropori yang terdapat pada adsorben (Saragih, 2008).

Metilen biru mempunyai warna yang kompementer berupa warna biru yang memiliki spectrum cahaya pada panjang gelombang daerah visible yaitu terletak diantara 500 – 700 nm, sehingga pada penentuan panjang gelombang maksimumnya menggunakan range pada daerah panjang gelombang tersebut (Day dan Underwood, 2002). Konsentrasi metilen biru yang berada dalam larutan dapat dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm (Hong et al., 2009; Gao et al., 2013; Hussin et al., 2015).

3.8 Adsorpsi

Menurut Alberty dan Daniel (1987), adsorpsi merupakan fenomena yang terjadi pada permukaan. Adsorpsi secara umum didefinisikan sebagai akumulasi sejumlah molekul, ion atau atom yang terjadi pada batas antara dua fasa. Fasa yang menyerap disebut adsorben dan fasa yang terserap disebut adsorbat. Kebanyakan adsorben adalah bahan-bahan yang memiliki pori karena adsorpsi berlangsung terutama pada dinding-dinding pori atau pada letak-letak tertentu di dalam adsorben. Gaya tarik-menarik dari suatu padatan dibedakan menjadi dua jenis gaya,

yaitu gaya fisika dan gaya kimia yang masing-masing menghasilkan adsorpsi fisika (physisorption) dan adsorpsi kimia (chemisorption) (Oscik, 1982).

Menurut Martell and Hancock (1996), adsorpsi fisika adalah proses interaksi antara adsorben dengan adsorbat yang melibatkan gaya-gaya antar molekul seperti gaya Van der Waals, sedangkan adsorpsi kimia terjadi jika interaksi adsorben dan adsorbat melibatkan pembentukan ikatan kimia. Dalam proses adsorpsi melibatkan berbagai macam gaya yakni gaya Van der Waals, gaya elektrostatik, ikatan hidrogen serta ikatan kovalen. Dalam adsorpsi fisika, molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan dengan ikatan yang lemah. Adsorpsi ini umumnya bersifat reversibel sehingga substansi yang telah teradsorpsi relatif mudah dilepaskan kembali dengan cara menurunkan tekanan gas atau konsentrasi zat terlarut. Energi yang menyertai fisisorpsi tergolong rendah yaitu berkisar antara 10 kJ/mol dan lebih rendah dari energi adsorpsi kimia (Adamson and Gast, 1997).

Sifat adsorpsi karbon aktif yang paling utama adalah daya serap. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi daya serap adsorpsi, yaitu:

A. Sifat Adsorben

Semakin banyak pembentukan luas permukaan internal yang berukuran mikro atau meso menyebabkan pori-pori *biochar* semakin bertambah, akibatnya jumlah molekul adsorbat yang diserap oleh adsorben akan meningkat. Dengan demikian, besarnya luas permukaan adsorben akan meningkatkan penyerapan yang terjadi.

B. Ukuran Partikel

Semakin kecil ukuran partikel akan menyebabkan semakin cepatnya proses adsorpsi. Untuk meningkatkan kecepatan adsorpsi digunakan *biochar* yang telah dihaluskan (Surdia, 1983).

C. Sifat Adsorbat

Adsorpsi akan semakin besar jika molekul adsorbat lebih kecil dari pori adsorben. *Biochar* mampu menyerap molekul lain yang mempunyai ukuran lebih kecil atau sama dengan diameter pori adsorben. Proses adsorpsi oleh *biochar* terjadi karena molekul adsorbat yang terperangkap dalam rongga *biochar*.

D. Derajat Keasaman (pH)

Nilai pH dapat mempengaruhi proses adsorpsi zat warna metilen biru pada permukaan adsorben. Semakin tinggi pH larutan metilen biru, maka kemampuan adsorpsi terhadap metilen biru naik 80% hingga 100 % (Zendehdel et al., 2011). Hal ini dapat dilakukan dengan penambahan larutan basa Arrhenius karena ion OH^- akan membuat permukaan adsorben bermuatan negatif, sehingga metilen biru yang bermuatan positif akan terikat pada adsorben.

E. Waktu Kontak

Apabila *biochar* ditambahkan dalam suatu cairan, dibutuhkan waktu untuk mencapai kesetimbangan. Waktu yang dibutuhkan berbanding terbalik dengan jumlah *biochar* yang digunakan. Untuk larutan yang memiliki viskositas tinggi, dibutuhkan waktu kontak yang lebih lama (Sembiring dan Sinaga, 2003).

3.9 Karakterisasi

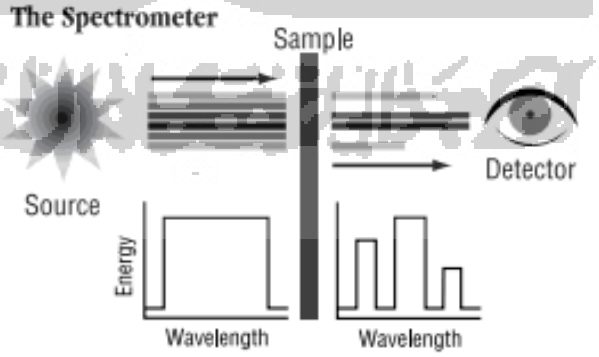
3.9.1 *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Spektroskopi Infra Merah merupakan suatu metode untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik pada daerah bilangan gelombang 13.000-10 cm^{-1}. (Earnshaw A, 1997). Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui jenis – jenis gugus fungsi. FTIR juga digunakan untuk menganalisa senyawa organik dan anorganik serta analisa kualitatif dan kuantitatif dengan melihat kekuatan absorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu (Hindrayawati, 2010).

Fourier Transform Infra Red (FTIR) merupakan salah satu instrumen yang menggunakan prinsip spektroskopi. Spektroskopi adalah spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrumnya (Anam. 2007). Spektroskopi inframerah berguna untuk identifikasi senyawa organik karena spektrumnya yang sangat kompleks yang terdiri dari banyak puncak-puncak (Chusnul. 2011). Selain itu, masing-masing kelompok fungsional menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang unik.

Identifikasi pita absorpsi khas yang disebabkan oleh berbagai gugus fungsi merupakan dasar penafsiran spektrum inframerah. Hadirnya sebuah puncak serapan dalam daerah gugus fungsi dalam sebuah spektrum inframerah hampir selalu merupakan petunjuk pasti bahwa beberapa gugus fungsi tertentu terdapat dalam senyawa cuplikan. Demikian pula, tidak adanya puncak dalam bagian tertentu dari daerah gugus fungsi sebuah spektrum inframerah biasnya berarti bahwa gugus tersebut yang menyerap pada daerah itu tidak ada (Pine, 1980). Asam karboksilat mempunyai dua karakteristik absorbsi IR yang membuat senyawa -CO_2H dapat diidentifikasi sengan mudah. Ikatan O-H dari golongan karboksil diabsorbsi pada daerah 2500 sampai 3300 cm-1, dan ikatan C=O yang ditunjukkan diabsorbsi di antara 1710 sampai 1750 cm-1 (McMurry, 2007).

Spectroscopy FTIR menggunakan sistem optik dengan laser yang berfungsi sebagai sumber radiasi yang kemudian diinterferensikan oleh radiasi inframerah agar sinyal radiasi yang diterima oleh detektor memiliki kualitas yang baik dan bersifat utuh (Giwangkara,2006). Prinsip kerja FTIR berupa infrared yang melewati celah kesampel, dimana celah tersebut berfungsi mengontrol jumlah energi ysng disampaikan kepada sampel. Kemudian beberapa infrared diserap oleh sampel dan yang lainnya ditransmisikan melalui permukaan sampel sehingga sinar infrared lolos ke detektor dan sinyal yang terukur kemudian dikirim kekomputer seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4 dibawah ini (Thermo, 2001).



Gambar 7. Skematik prinsip kerja FTIR (Thermo, 2001)

Pada sistim optik FTIR digunakan radiasi LASER (Light Amplification by Stimulated Emmission of Radiation) yang berfungsi sebagai radiasi yang di

interferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik. Detektor yang digunakan dalam Spektrofotometer FTIR adalah TGS (Tetra Glycerine Sulphate) atau MCT (Mercury Cadmium Telluride). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekwensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah.

Adsorpsi radiasi IR berkaitan dengan sistem vibrasi yang berinteraksi dalam molekul. Getaran atom dalam molekul dapat digambarkan dalam tingkat energi vibrasi. Jika suatu molekul menyerap radiasi inframerah, maka molekul tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Frekuensi getaran yang diserap haruslah sama dengan frekuensi getaran molekul atau atom bergetar dengan frekuensi radiasi inframerah (Fessenden, 1997).

3.9.2 *Elemental Analyzer*

Elementa analyzer merupakan peralatan yang digunakan untuk menganalisa komposisi karbon (C), hidrogen (H), dan nitrogen (N) pada suatu sampel material. Dewasa ini, *Elementa analyzer* sudah mampu menganalisa kandungan oksigen (O) dan sulfur (S) pada sampel material, sehingga peralatan tersebut kini disebut juga CHNS/O Analyzer.

Peralatan ini mampu membantu kita untuk menentukan persentase kandungan karbon, hidrogen, nitrogen, sulfur, dan oksigen pada senyawa organik berdasarkan metode Dumas. Metode tersebut melibatkan oksidasi yang sempurna dan sesaat dari sampel dengan cara pembakaran sekejap (*flash combustion*). Gas hasil pembakaran dipisahkan oleh kolom *chromatographic* dan kemudian dideteksi oleh *thermal conductivity detector* (TCD) yang memberi sinyal keluaran yang proporsional dengan konsentrasi dari komponen individu dari campuran gas.

Prinsip Kerja dari *elementa analyzer* yaitu, terdapat beberapa teknik yang berbeda untuk menentukan kandungan C, H, N, S, dan O pada sampel. Setiap teknik memiliki level presisi, akurasi, kecepatan analisa, dan tingkat kemudahan operasi

yang berbeda. Susunan kolom kromatografi mengubah komponen menjadi bentuk NO_2, CO_2, SO_2, dan H_2O yang kemudian dideteksi dengan menggunakan bantuan thermal conductivity detector.

Instrumen dikalibrasi dengan analisa komponen standard menggunakan perhitungan K-faktor. Dengan demikian, instrumen tersebut menjamin keandalan yang maksimal dari hasil keluaran karena gas hasil pembakaran tidak dipisah ataupun diencerkan, melainkan langsung dilewatkan pada sistem kromatografi gas, sehingga hasil analisa komponen CHNS dapat dilakukan dalam waktu kurang dari 10 menit. Metode ini sangat bermanfaat untuk menentukan persentase C, H, N, S, dan O pada senyawa organik yang secara umum dapat terbakar pada suhu 1800 ^{o}C.

3.9.3 *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) merupakan mikroskop elektron digunakan sebagai alat pendeteksi objek pada skala yang amat kecil. *Scanning Electron Microscope* (SEM) digunakan untuk menentukan struktur dan ukuran pori. Prinsip kerja SEM adalah deteksi elektron yang dihamburkan oleh suatu sampel padatan ketika ditembak oleh berkas elektron berenergi tinggi secara kontinu yang dipercepat di dalam kumparan elektromagnetik yang dihubungkan dengan tabung sinar katoda sehingga dihasilkan suatu informasi mengenai keadaan permukaan suatu sampel senyawa.

Sebelum dianalisis dengan SEM, dilakukan preparasi sampel yang meliputi penghilangan pelarut, pemilihan sampel, dan lapisan. Detektor didalam SEM mendeteksi elektron yang dipantulkan dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut akan memberi informasi profil permukaan benda. Bila elektron dengan energi cukup besar menumbuk pada sampel, maka akan menyebabkan terjadinya emisi sinar-X yang energinya dan intensitasnya bergantung pada komposisi elemental sampel (Abdullah dkk., 2008).

SEM menggunakan berkas elektron, media vakum dan beberapa tambahan seperti spektrometer sinar-X, dan detektor elektron (Reimer, 1998). Prinsip kerja SEM yaitu dengan menembakkan suatu sinar elektron berenergi tinggi, biasanya dengan energi 1-20 keV melewati sampel kemudian mendeteksi "*secondary*

electron" dan "*backscattered electron"* yang dikeluarkan (Gergely, 2010). Elektron yang terdeteksi tersebut diperkuat sinyalnya, kemudian besar amplitudonya ditampilkan dalam gradasi gelap-terang pada monitor CRT (*cathode ray tube*). Dari layar CRT tersebut gambar struktur obyek yang sudah diperbesar dapat dilihat. *Secondary electron* berasal dari 5-15 nm dari permukaan sampel dan memberikan informasi topografi. *Backscattered electron* akan terlepas dari daerah sampel yang lebih dalam dan memberikan informasi terutama jumlah atom rata – rata dari sampel (Saleha, 2015). Karakterisasi bahan menggunakan SEM dimanfaatkan untuk melihat struktur topografi permukaan, ukuran butiran, cacat struktural, dan komposisi pencemaran suatu bahan. Hasil SEM yang berupa gambar topografi bentuk permukaan dengan lekukan dan tonjolan (Stuart, 2004).

3.9.4 Spektrometer UV – Visible

Spektrofotometri Sinar Tampak (UV-Vis) adalah pengukuran energi cahaya oleh suatu sistem kimia pada panjang gelombang tertentu. Sinar ultraungu (*ultra violet*) mempunyai panjang gelombang antara 200-400 nm, dan sinar tampak (*visible*) mempunyai panjang gelombang 400-750 nm. Pengukuran panjang gelombang dan absorbansi analit menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrum UV-Vis sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorban pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Day dan Underwood, 2002).

Menurut Skoog (1996), menjelaskan bahwa secara garis besar spektrofotometer terdiri dari 4 bagian penting yaitu:

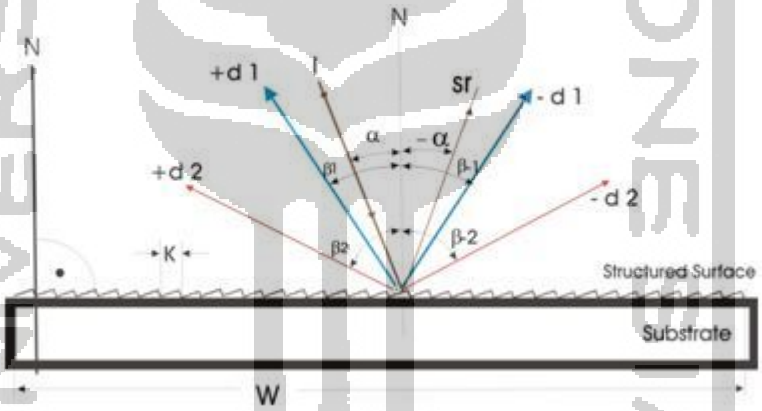
1. Sumber Cahaya

Sebagai sumber cahaya pada spektrofotometer, haruslah memiliki pancaran radiasi yang stabil dan intensitasnya tinggi. Sumber energi cahaya yang biasa untuk daerah tampak, ultraviolet dekat dan inframerah dekat adalah sebuah lampu pijar dengan kawat rambut terbuat dari wolfram (tungsten). Lampu ini mirip dengan bola

lampu pijar biasa, daerah panjang gelombang (λ) adalah 350 – 2200 nanometer (nm). Lampu hidrogen atau lampu deuterium digunakan untuk sumber pada daerah ultraungu (UV). Lampu wolfram juga digunakan sebagai sumber cahayanya, kelebihan lampu wolfarm adalah energi radiasi yang dibebaskan tidak bervariasi pada berbagai panjang gelombang. Sumber cahaya untuk spektrofotometer inframerah, sekitar 2 ke 15 µm menggunakan pemijar Nernst.

2. Monokromator

Monokromator adalah alat yang berfungsi untuk menguraikan cahaya polikromatis menjadi beberapa komponen panjang gelombang tertentu (monokromatis) yang bebeda. Ada 2 macam monokromator yaitu prisma dan kisi difraksi. Kisi difraksi tersebut dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 8. Kisi difraksi (Skoog, 1996).

Cahaya monokromatis ini dapat dipilih panjang gelombang tertentu yang sesuai untuk kemudian dilewatkan melalui celah sempit yang disebut slit. Ketelitian dari monokromator dipengaruhi juga oleh lebar celah yang dipakai.

3. Kuvet

Kuvet spektrofotometer adalah suatu alat yang digunakan sebagai tempat sampel atau cuplikan yang akan dianalisis. Kuvet harus memenuhi syarat- syarat sebagai berikut :

1) Tidak berwarna sehingga dapat mentransmisikan semua cahaya.

2) Permukaannya secara optis harus benar- benar sejajar.

3) Harus tahan (tidak bereaksi) terhadap bahan- bahan kimia.

4) Tidak boleh rapuh.

5) Mempunyai bentuk yang sederhana

Kuvet biasanya terbuat dari kwarsa, plexiglass, plastik dengan bentuk tabung empat persegi panjang 1x1 cm dan tinggi 5 cm. Pada pengukuran di daerah UV dipakai kuvet kwarsa atau plexiglass, sedangkan kuvet dari kaca tidak dapat dipakai sebab kaca mengabsorbsi sinar UV. Semua macam kuvet dapat dipakai untuk pengukuran di daerah sinar tampak.

4. Detektor

Peranan detektor penerima adalah memberikan respon terhadap cahaya pada berbagai panjang gelombang. Detektor akan mengubah cahaya menjadi sinyal listrik yang selanjutnya akan ditampilkan oleh penampil data dalam bentuk jarum penunjuk atau angka digital. Syarat-syarat ideal sebuah detektor :

a. Kepekaan yang tinggi

b. Perbandingan isyarat atau signal dengan bising tinggi

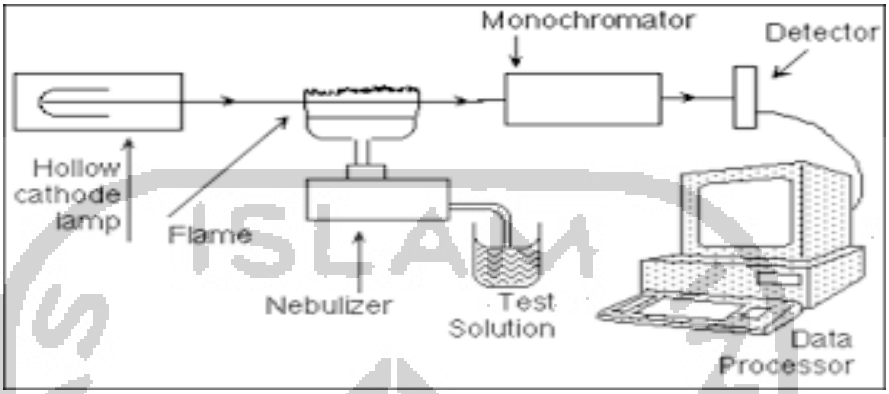
c. Respon konstan pada berbagai panjang gelombang.

d. Waktu respon cepat dan signal minimum tanpa radiasi.

e. Signal listrik yang dihasilkan harus sebanding dengan tenaga radiasi.

Prinsip kerja dari alat ini adalah Cahaya yang berasal dari lampu deuterium maupun wolfram yang bersifat polikromatis di teruskan melalui lensa menuju ke monokromator pada spektrofotometer dan filter cahaya pada fotometer. Monokromator kemudian akan mengubah cahaya polikromatis menjadi cahaya monokromatis (tunggal). Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Oleh karena itu, terdapat cahaya yang diserap (diadsorbsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang dilewatkan ini kemudian di terima oleh detektor. Detektor kemudian akan menghitung cahaya yang diterima dan mengetahui cahaya yang diserap oleh sampel. Cahaya yang diserap sebanding dengan konsentrasi zat yang terkandung dalam sampel sehingga akan diketahui konsentrasi zat dalam

sampel secara kuantitatif. Berikut ini merupakan skema alat spektrofotometer UV-Vis.



Gambar 9. Skema alat spektrofotometer UV-Vis (Skoog, 1996)