BAB IV
METODE PENELITIAN

4.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Peralatan gelas (Herma & Iwaki), Botol kaca 100ml, Cawan porselin, Neraca Analitik, Oven, *Furnace Vulcan* A-550, *Shaker SCILOGEX* SK-L330-PRO, pH meter, Kertas pH, *Hotplate Stirrer*, *Magnetic Stirrer*, Mortar dan Alu, Spatula, Sendok sungu, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) *PerkinElmer Spectrum Version 10.5.1*, *Elemental Analyzer* (CHNS) varioMACRO Cube V4.0.11, *Scanning Electron Microscopy* (SEM) JEOL JSM 6510 LA dan Spektrofotometer Uv – *Visible Double Beam Hitchi UH5300.*

4.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Limbah kulit singkong, Asam fosfat (H_3PO_4 14%), Surfaktan *Sodium Dodecyl Sulphate* (SDS), Metilen biru, Akuades, Kertas saring, Tisu dan Larutan Buffer pH 2, 4, 7, 10, 12.

4.3 Cara Kerja Penelitian

4.3.1 Preparasi Biochar

Sampel berupa 10 kg kulit singkong basah dibersihkan dan dipotong kecil – kecil, lalu dijemur di bawah sinar matahari sampai kering. Selanjutnya sampel dipanaskan dengan *furnace* pada suhu 300 ^oC selama 1 jam. Kemudian sampel dihaluskan dan diayak hingga menjadi serbuk.

4.3.2 Aktivasi Asam

Biochar dari kulit singkong ditimbang sebanyak 40 gram, lalu ditambahkan 80 ml larutan H_3PO_4 14% dan diaduk menggunakan *stirrer* hingga homogen, selanjutnya didiamkan selama 24 jam. Kemudian *biochar* dicuci menggunakan akuades hingga pH akuades. Setelah itu, *biochar* disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 110 ^oC selama 1 jam. *Biochar* yang telah kering dimasukkan ke wadah tertutup pada suhu ruang, diperoleh sampel *biochar* yang telah diaktivasi.

4.3.3 Impregnasi Basah Surfaktan

Ditimbang surfaktan SDS sebanyak 3, 6, 9, 12, 15 mg dan ditambahkan 10 ml akuades, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 5 menit agar surfaktan SDS larut dalam akuades, selanjutnya surfaktan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Kemudian surfaktan SDS dimasukkan ke dalam botol vial yang berisi *biochar* sebanyak 1 gram, lalu diaduk dengan *shaker* selama 6 jam dengan 250 rpm. Setelah itu, *biochar* disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 90 ^{o}C selama 1 jam. *Biochar* yang telah diimpregnasi basah dimasukkan ke wadah tertutup pada suhu ruang untuk selanjutnya dilakukan analisis dan diaplikasikan sebagai adsorben.

4.3.4 Karakterisasi Biochar

Pada penelitian ini *biochar* yang telah dilapisi surfaktan SDS dikarakterisasi menggunakan beberapa instrument diantaranya yaitu, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dan mengidentifikasi senyawa berdasarkan panjang gelombang *biochar*, Elemental Analyzer digunakan untuk menganalisa kandungan karbon (C), hidrogen (H), nitrogen (N) dan sulfur (S) pada *biochar* dan SEM untuk mengetahui karakterisasi morfologi dari *biochar*-SDS dengan perbesaran yang memperlihatkan komposisi unsur permukaan dan informasi kristalografi.

4.3.5 Pembuatan Larutan Induk

Larutan induk metilen biru dibuat dengan cara menimbang sebuk metilen biru sebanyak 50 mg lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen, didapatkan larutan induk metilen biru dengan konsentrasi 200 ppm.

4.3.6 Uji Adsorpsi

4.3.6.1 Penentuan Massa Surfaktan Maksimum

Biochar yang telah dilapisi surfaktan SDS 0, 3, 6, 9, 12 dan 15 mg ditimbang sebanyak 0,125 gram lalu dimasukkan ke dalam botol vial. Selanjutnya pada masing – masing botol ditambahkan 25 ml larutan metilen biru dengan konsentrasi 25 ppm. Kemudian larutan diaduk dengan *shaker* selama 1 jam dengan 250 rpm. Setelah itu, larutan disaring dan filtrat yang didapat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombng 663 nm. Diperoleh absorbansi dari filtrat yang dianalisis dan dilihat massa surfaktan optimumnya.

Jumlah metilen biru yang teradsorpsi dalam mg per gram adsorben *biochar*-SDS ditentukan dengan persamaan :

$$qe = \frac{(Co - Ce)V}{w}$$

Sedangkan untuk banyaknya metilen biru yang teradsorpsi dalam persen adsorben *biochar*-SDS ditentukan dengan persamaan :

$$\%\ teradsorpsi = \frac{(Co - Ce)}{Co}\ x\ 100\ \%$$

Dimana :

qe = jumlah rhodamin B yang teradsorpsi (mg/g)

C_o = konsentrasi rhodamin B sebelum adsorpsi

C_e = konsentrasi rhodamin B setelah adsorpsi

V = volume larutan rhodamin B (L)

w = jumlah adsorben, komposit ZnO/KA (g)

% teradsorpsi = jumlah rhodamin B yang teradsorpsi (%)

4.3.6.2 Penentuan pH Optimum

Penentuan pH optimum dilakukan dengan menimbang *biochar* - SDS 15 mg sebanyak 0,125 gram, lalu dimasukkan ke dalam botol vial. Selanjutnya pada masing – masing botol ditambahkan 25 ml larutan metilen biru dengan variasi pH 2, 4, 7, 10 dan 12 pada konsentrasi 25 ppm. Kemudian diaduk dengan *shaker* selama 1 jam dengan kecepatan 250 rpm. Setelah itu, larutan disaring dan filtrat yang

didapat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 663 nm. Diperoleh absorbansi dari filtrat yang dianalisis dan dilihat pH optimumnya.

4.3.6.3 Penentuan Waktu Kontak Maksimum

Biochar-SDS 15 mg ditimbang sebanyak 0,125 gram, lalu dimasukkan ke dalam botol vial. Selanjutnya ditambahkan 25 ml larutan metilen biru dengan konsentrasi 25 ppm pada pH 10. Kemudian diaduk dengan variasi *shaker* 15, 30, 45, 60 dan 75 menit dengan kecepatan 250 rpm. Setelah itu, larutan disaring dan filtrat yang didapat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 663 nm. Diperoleh absorbansi dari filtrate yang dianalisi dan dilihat waktu kontak optimumnya.