BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Pembuatan *Biochar* Berbahan Kulit Singkong

Pada penelitian ini, pembuatan *biochar* dilakuakan dengan menggunakan limbah dari kulit singkong. Kulit singkong dipilih sebagai bahan pembuatan *biochar* karena mudah ditemukan dan mengandung protein, selulosa non reduksi dan unsur karbon yang cukup tinggi yaitu 59,31%, serta merupakan salah satu biomaterial yang dapat menyerap zat warna. Proses pembuatan *biochar* diawali dengan membersihkan kulit singkong dan dipotong kecil – kecil untuk memperluas permukaan dan mempercepat proses pengeringan.

Gambar 10. Kulit singkong yang sudah dibersihkan dan dipotong

Gambar 10 merupakan kulit singkong yang sudah dibersihkan dan dipotong kecil – kecil, yang kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari. Kulit singkong yang telah kering dimasukkan ke dalam *furnace* dan dipanaskan pada suhu 300 ºC selama 1 jam hingga membentuk *biochar*. *Biochar* yang telah didapat selanjutnya dihaluskan dengan ditumbuk dan diayak untuk dapat diaplikasikan sebagai adsorben metien biru.

5.2 Aktivasi *Biochar* dengan Larutan H_3PO_4 14%

Proses aktivasi ini dilakukan dengan cara merendam 40 gram *biochar* yang telah dihaluskan menggunakan 80 ml larutan H_3PO_4 14% dan diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen, lalu didiamkan selama 24 jam pada suhu ruang 25 ^oC (Chen et al., 2018). Penambahan H_3PO_4 pada *biochar* berfungsi untuk menghilangkan pengotor dan menambah daya serap dari *biochar*. H_3PO_4 merupakan salah satu jenis asam yang memiliki sifat *non-pollutan* dan dapat dibersihkan menggunakan akuades (Peng et al., 2017). *Biochar* dicuci dengan akuades untuk menghilangkan larutan H_3PO_4 hingga mencapai pH netral atau pH akuades. Kemudian *biochar* disaring menggunakan kertas saring lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 110 ^oC selama 1 jam. Aktivasi *biochar* menggunakan larutan H_3PO_4 bertujuan untuk membuka pori – pori arang yang tertutupi saat karbonasi dan mengurangi air yang terjabak dalam pori – pori sehingga mampu meningkatkan daya adsorpsi terhadap metilen biru. Pemilihan H_3PO_4 sebagai aktivator berdasarkan penelitian Sandi et, al., 2014, yang menyatakan larutan H_3PO_4 merupakan senyawa asam yang mampu mengangkat senyawa hidrokarbon atau zat pengotor sehingga dapat menyebabkan terjadinya pembentukan pori pada permukaan karbon.

5.3 Impregnasi Basah

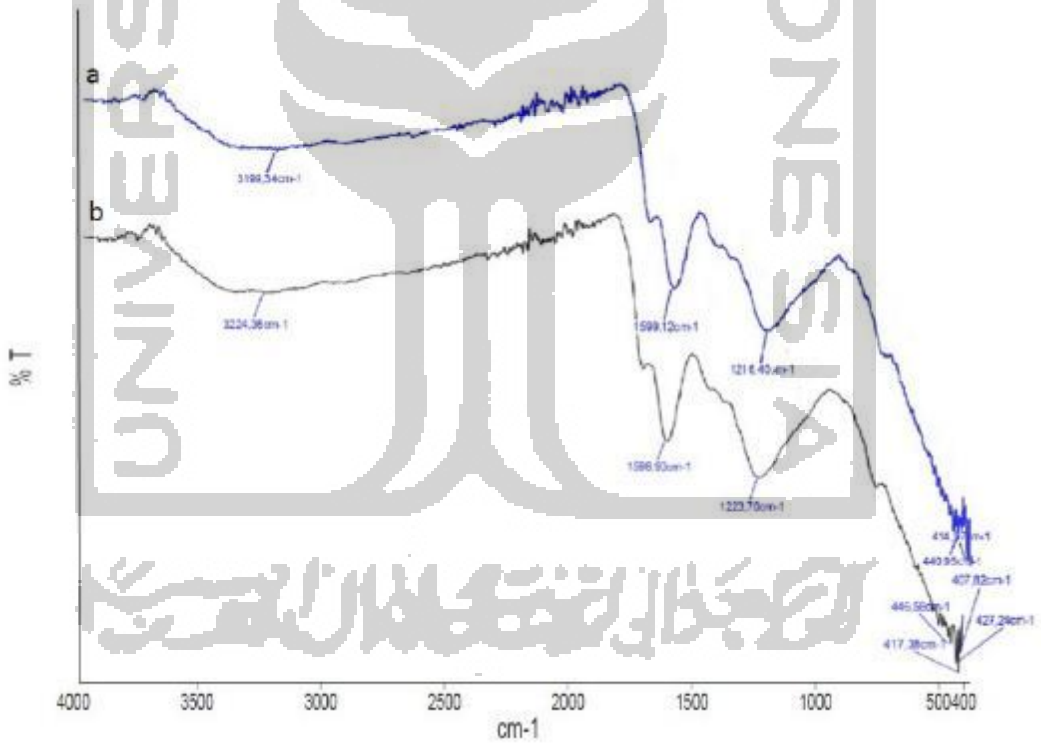
Proses impregnasi basah dilakukan dengan menimbang surfaktan SDS sebanyak 3, 6, 9, 12 dan 15 mg lalu ditambahkan akuades 10 ml dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 5 menit. Pengadukan ini dilakukan agar surfaktan SDS larut dalam akuades. Surfaktan SDS yang sudah larut dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan air hingga tanda batas dan digojog hingga homogen. Selanjutnya surfaktan SDS dimasukkan ke dalam botol vial berisi 1 gram *biochar* yang telah diaktivasi lalu diaduk dengan *shaker* selama 6 jam dengan kecepatan 250 rpm. Pada proses impregnasi basah ini SDS akan menempel pada permukaan *biochar* sehingga akan meningkatkan sisi aktif *biochar* dan meningkatkan daya serap terhadap larutan metilen biru. Setelah itu, *biochar* dipisahkan menggunakan

kertas saring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 90 ^{o}C selama 1 jam. *Biochar*-SDS yang telah kering digunakan untuk uji aktivasi terhadap adsorpsi metilen biru.

5.4 Karakterisasi

5.4.1 Identifikasi Gugus Fungsi *Biochar*-SDS Menggunakan FTIR

Kararterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui dan membandingkan gugus fungsi yang ada pada *biochar* tanpa surfaktan dan *biochar* dengan surfaktan SDS berdasarkan puncak serapan yang dihasilkan FTIR. Gugus fungsi yang terkandung didalam adsorben perlu diketahui karna akan berkaitan dengan kemampuan adsorpsinya. Spektra gugus fungsi yang terkandung dalam *biochar* dari kulit singkong yang dimodifikasi surfaktan SDS dapat dilihat pada Gambar 11.



Gambar 11. (a) Spektrum FTIR *biochar*-SDS dan (b) Spektrum FTIR *biochar* tanpa surfaktan

Pada Gambar 11 dapat dilihat spektrum FTIR dari *biochar* yang telah dimodifkasi dengan surfaktan SDS dan *biochar* tanpa surfaktan. Spektrum serapan

dari *biochar* tanpa surfaktan mengalami perubahan setelah ditambahkan surfaktan SDS melalui proses impregnasi basah. Pada spektrum tersebut terlihat pergeseran panjang gelombang yang terjadi diantara *biochar* tanpa surfaktan dengan *biochar*-SDS.

Berdasarkan gambar 11, diperoleh informasi mengenai panjang gelombang dan gugus fungsi yng terdapat didalam masing – masing sampel tercantum pada tabel 1.

Tabel 1. Data hasil analisis spektrum FTIR

Bilangan gelombang Biochar- SDS (cm^{-1})	Bilangan gelombang Biochar No SDS (cm^{-1})	Gugus fungsi
3199,34	3224,36	O-H
1599,12	1598,93	C=C
1371,46	1372,85	S=O
1216,4	1223,7	C-O

Tabel 1 menunjukkan perbedaan gugus fungsi pada *biochar* tanpa surfaktan dan *biochar*-SDS. Dari data tersebut diperoleh informasi gugus fungsi yang terdapat pada biochar dari kulit singkong. Pada gambar (a) terjadi vibrasi pada bilangan gelombang 3199,34 cm^{-1} yang merupakan gugus hidroksi (-OH) *stretching*. Pada bilangan gelombang 1599,12 cm^{-1} menunjukkan gugus C=C *stretching* . Pada panjang gelombang 1371,46 cm^{-1} terjadi vibrasi dengan gugus fungsi S=O *strerching* dari *sulfonat*. Pada bilangan gelombang 1216,4 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-O *stretching* dari *ester*.

Sedangkan pada Gambar (b) yang merupakan *biochar* tanpa surfaktan terlihat terjadi pergeseran pada puncak yang muncul. Terdapat vibrasi pada bilangan gelombang 3224,36 cm^{-1} yang merupakan gugus hidroksi (-OH). Pada bilangan gelombang 1598,93 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi C=C. Pada bilangan gelombang 1372,85 cm^{-1} terjadi vibrasi gugus fungsi S=O .Pada bilangan gelombang 1223,7 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C-O *stretching*.

Posisi relative dari suatu atom dengan atom lainnya dalam suatu molekul akan selalu berubah yang diakibatkan dari gerakan vibrasi. Atom dalam suatu molekul akan bervibrasi atau berinteraksi bila molekul menyerap radiasi IR.

Panjang gelombang berbanding lurus dengan energi, dimana semakin besar panjang gelombang yang dihasilkan maka energinya akan semakin besar pula. Dari hasil yang didapat, maka diketahui *biochar* yang ditambahkan SDS memiliki energi yang lebih kecil dibandingkan biochar yang tidak ditambahkan SDS.

Penambahan SDS dapat mempengaruhi sifat kimia dari biochar. Interaksi antara *biochar* dengan SDS terjadi secara fisika, dimana *biochar* dengan SDS saling membentuk ikatan hidrogen dan ikatan Van Der Waals (CH_3-CH_3). Interaksi ini yang akan menyebabkan terjadinya pembentukan pori dan meningkatkan sifat hidrofilitas *biochar*. SDS yang ditambahkan ke *biochar* dapat mempengaruhi sudut kontak yang dibentuk. Sudut kontak merupakan sudut yang dibentuk antara bahan permukaan uji dengan air yang diteteskan ke permukaan bahan uji (Maria, 2000). Sudut kontak akan memberikan informasi mengenai permukaan *biochar* bersifat hidrofobik atau hidrofilik. Semakin banyak massa SDS yang ditambahkan maka semakin banyak pula ion SO_3^- (polar) pada SDS yang akan berinteraksi dengan biochar, sehingga memyebabkan permukaan biochar bersifat hidrofilik.

5.4.2 Analisis Komposisi CHNS Menggunakan *Elemental Analyzer*

Elemental analyzer digunakan untuk manganalisa komposisi karbon (C), hidrogen (H), nitrogen (N) dan Sulfur (S) pada *biochar*. Hasil yang didapat dari analisis menggunakan *elemental analyzer* dapat dilihat pada tabel

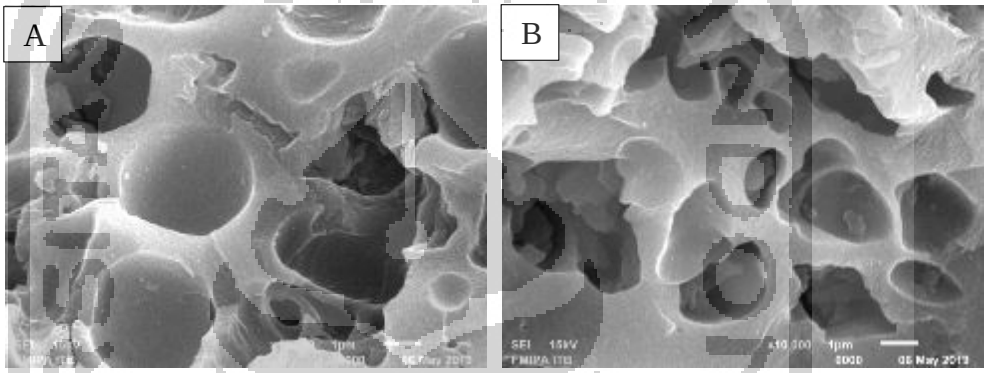
Tabel 2. Data hasil analisis *elemental analyzer*

Nama	C [%]	H [%]	N [%]	S [%]
Biochar tanpa surfaktan	64.13	3.65	1.89	0.233
Biochar-SDS 15 mg	64.80	3.59	1.85	0.220

Pada tabel 2 mengungkapkan bahwa *biochar* memiliki 64,13% karbon, setelah ditambahkan surfaktan SDS meningkat menjadi 64,80%. Dari data yang didapat diketahui *biochar* yang ditambahkan surfaktan SDS memiliki jumlah karbon lebih banyak dan mengalami peningkatan sebesar 0,67%.

5.4.3 Identifikasi Morfologi Permukaan dan Komposisi Biochar-SDS Menggunakan SEM

Karakterisasi menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran pori pada *biochar*-SDS dengan perbesaran 10.000x karena pada perbesaran ini morfologi serta diameter pori lebih jelas. Gambar hasil SEM dapat dilihat pada gambar 12.



Gambar 12. (A) *Biochar* tanpa surfaktan dan (B) *Biochar* dengan surfaktan SDS

Pada Gambar 12 terlihat perbedaan ukuran pori antara *biochar* tanpa surfaktan dan *biochar* dengan surfaktan SDS. *Biochar* yang dilapisi surfakatan memiliki bentuk pori yang cenderung kecil karena pori - porinya tertutup oleh surfaktan SDS, sedangkan *biochar* tanpa surfaktan memiliki bentuk pori yang lebih besar. Struktur dan bentuk pori hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa selama proses aktivasi dengan larutan H_3PO_4 pelat – pelat karbon kristalit yang tidak teratur mengalami pergeseran sehingga permukaan kristalit menjadi terbuka. Pergeseran pelat karbon menghasilkan pori yang baru dan mengembangkan mikripori awal menjai makropori serta menurunkan derajat kritalinitas (Hassler, 19974).

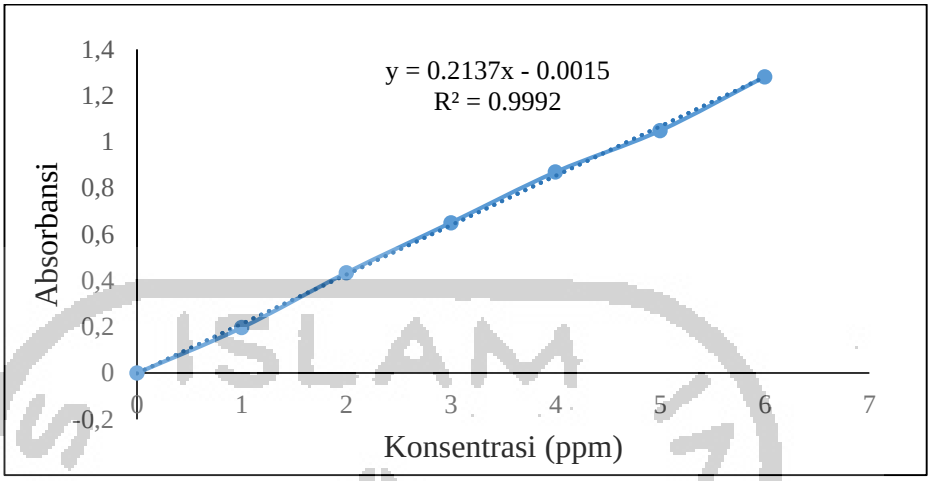
Penambahan surfaktan SDS pada *biochar* mengakibatkan pori – pori *biochar* yang terbuka jadi tertutup dengan surfaktan SDS sehingga bentuk porinya menjadi lebih kecil

5.5 Uji Aktifasi *Biochar*-SDS sebagai Adsorben Metilen Biru

5.5.1 Penentuan Massa Surfaktan Maksimum

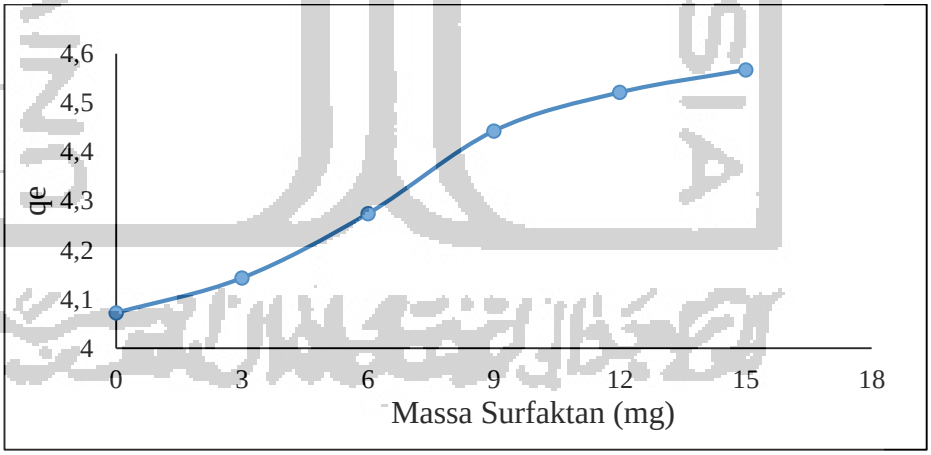
Penentuan massa surfaktan optimum bertujuan untuk mengetahui massa surfaktan yang mampu mengadsorpsi metilen biru dengan persentase paling banyak. Penentuan massa surfaktan optimum dilakukan dengan variasi 0, 3, 6, 9, 12 dan 15 mg, dimana 0 adalah *biochar* yang tidak dilapisi surfaktan SDS. Pada langkah pertama, dibuat larutan metilen biru dengan konsentrasi 25 ppm. Kemudian 25 ml larutan metilen biru 25 ppm dimasukkan ke dalam botol yang berisi *biochar*-SDS sebanyak 0,125 gram dengan variasi massa tersebut lalu diaduk dengan *shaker* selama 1 jam pada kecepatan 250 rpm. Selanjutnya *biochar*-SDS dan larutan metilen biru dipisahkan menggunakan kertas saring, filtrat yang didapatkan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 663 nm.

Sebelum filtrat dianalisis dengan spektrofotometer Uv-Vis, dibuat larutan standar dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 ppm. Larutan standar dibuat dari larutan induk yang diencerkan sesuai konsentrasi tersebut. Larutan standar adalah larutan yang dibuat dengan konsentrasi tertentu atau konsentarasinya sudah diketahui. Larutan standar berfungsi untuk menentukan konsentrasi larutan metilen biru dalam grafik. Semakin besar konsentrasi larutan metilen biru yang digunakan, maka nilai absorbansinya semakin meningkat. Hal ini terjadi karena pada konsentrasi yang pekat penyerapanya semakin kecil. Hasil grafik larutan standar metilen biru ini memenuhi hukum Lambert-Beer yang menyatakan, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Dari grafik larutan standar didapatkan persamaan regresi linear, yaitu $y = 0,2137x – 0,0015$ dengan $R^2 = 0,9992$ dimana y adalah adsorbansi dan x adalah konsentrasi metilen biru. Hasil dari pembuatan grafik larutan metilen biru adalah seperti pada Gambar 13.



Gambar 13. Grafik hubungan absorbansi dan konsentrasi metilen biru

Persamaan regresi linear pada Gambar 13 digunakan untuk menentukan konsentrasi metilen biru setelah analisis laruatan metilen biru teradsorpsi *biochar*-SDS menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 663 nm. Dari analisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis tersebut didapatkan absorbansi untuk mengetahui kapasitas adsorpsi (qe) metilen biru seperti pada Gambar 14.

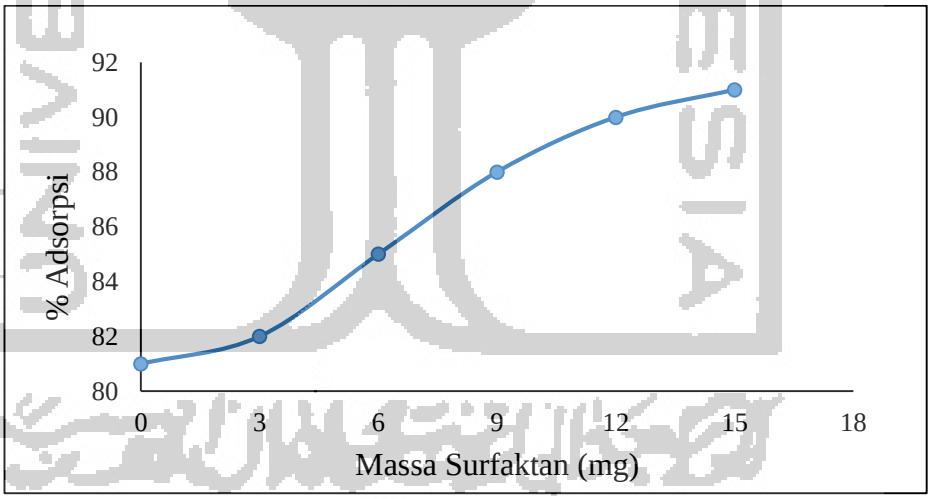


Gambar 14. Grafik hubungan qe dan variasi massa surfaktan

Pada Gambar 14 menunjukkan hubungan antara kapasitas adsorpsi (qe) dan massa surfaktan. Dimana qe adalah jumlah metilen biru yang diserap oleh adsorben dan massa surfaktan adalah banyaknya SDS yang ditambahkan pada *biochar*. Dari grafik tersebut dapat dilihat terjadinya peningkatan qe secara signifikan yaitu, pada

biochar yang tidak ditambahkan surfaktan nilai qe adalah 4,0721 mg/g; pada penambahan 3 mg SDS nilai qe adalah 4,1432 mg/g, pada penambahan 6 mg SDS nilai qe adalah 4,2742 mg/g, pada penambahan 9 mg SDS nilai qe adalah 4,4427 mg/g, pada penambahan 12 mg SDS nilai qe adalah 4,5213 mg/g dan pada penambahan 15 mg SDS nilai qe adalah 4,5672 mg/g. Hal ini terjadi karena semakin banyak massa surfaktan SDS yang ditambahkan pada *biochar* maka akan lebih banyak pori yang terbuka, serta meningkatkan sifat hidrofilisitas membran selulosa pada *biochar*. Dari hasil tersebut dapat diketahui bahwa massa surfaktan maksimum adalah 15 mg SDS.

Kapasitas adsorpsi (qe) adalah banyaknya jumlah adsorbat yang diadsorpsi per satuan bobot adsorben, maka nilainya akan dipengaruhi oleh besarnya bobot adsorben. Sedangkan persentase adsorpsi menunjukkan banyaknya konsentrasi metilen biru yang diserap oleh adsorben, maka nilainya hanya akan ditentukan oleh perubahan konsentrasi metilen biru setelah diserap oleh adsorben. Persentase adsorpsi dapat dilihat pada Gambar 15.



Gambar 15. Grafik hubungan % adsorbansi dan variasi massa surfaktan

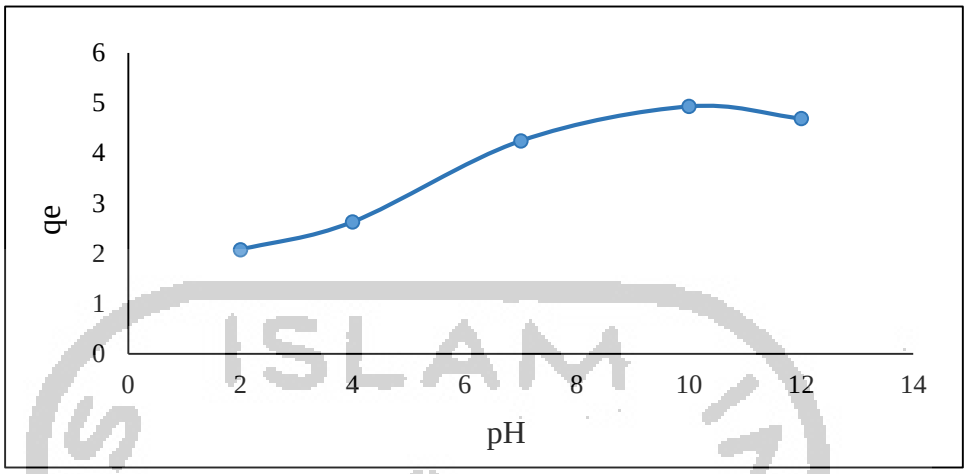
Gambar 15 menunjukkan banyaknya konsentrasi metilen biru yang diserap oleh adsorben dengan variasi massa surfaktan. Pada *biochar* yang tidak ditambahkan surfaktan SDS meliliki persentase adsorpsi sebanyak 81,4412%, Pada *biochar* yang ditambahkan surfaktan SDS sebanyak 3, 6, 9, 12 dan 15 mg memiliki persentase adsorpsi secara berturut – turut yaitu, 82,8640%; 85,4844%; 88,8536%;

90,4260% dan 91,3432%. Dari hasil tersebut dapat dilihat persentase adsorpsi meningkat, ini menbuktikan semakin banyak massa surfaktan yang ditambahkan, maka semakin meningkat metilen biru yang diserap oleh adsorben.

5.5.2 Penentuan pH Optimim

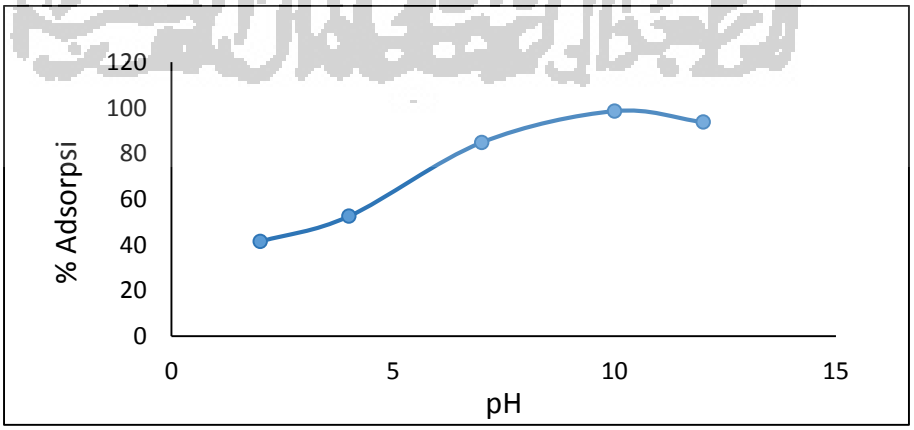
pH adalah salah satu parameter yang dapat mempengaruhi proses adsorpsi. Penentuan pH optimum bertujuan untuk mengetahui pengaruh derajat keasaman (pH) terhadap adsorpsi metilen biru menggunakan *biochar* yang ditambahkan 15 mg SDS. Penentuan variasi pH dilakukan pada pH 2,4,7,10 dan 12 dengan tujuan untuk mengetahui pH optimum yang dibutuhkan oleh adsorben untuk mengadsorpsi metilen biru. Variasi tersebut mewakili keadaan asam, netral dan basa. Penentuan variasi pH ini akan mengubah konsentrasi ion H^+ dan OH^- dalam larutan. Pada kondisi asam (pH < 7) konsentrasi H^+ akan lebih besar daripada ion OH^-, dan sebaliknya dalam kondisi basa (pH > 7) konsentrasi ion OH^- akan lebih besar dibanding ion H^+.

Proses penentuan pH optimum dilakukan pada konsentrasi metilen biru 25 ppm yang ditambahkan variasi pH 2, 4, 7, 10 dan 12 kemudian 25 ml larutan metilen biru dari masing – masing pH dimasukkan ke dalam botol vial yang berisi 0,125 gram *biochar*-SDS 15 mg lalu dihomogenkan menggunakan *shaker* selama 1 jam dengan kecepatan 250 rpm. Setelah itu, pemisahan metilen biru dengan *biochar*-SDS dilakukan menggunakan kertas saring. Selanjutnya filtrat yang didapat dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 663 nm. Hasil dari analisis spektrofotometer UV-Vis tersebut didapatkan nilai absorbansi yang dimasukkan kedalam persamaan regresi linier untuk mencari kapasitas adsorpsi (qe) dan persentase adsorpsi. Berdasarkan perhitungan yang telah dilakukan, didapatkan grafik seperti pada Gambar 16.



Gambar 16. Grafik hubungan qe dan variasi pH

Gambar 16 menunjukkan grafik hasil uji aktivitas *biochar*-SDS sebagai adsorben metilen biru dengan variasi pH. Dari grafik di atas diperoleh kapasitas adsorpsi dengan variasi yaitu, pada pH 2 nilai qe adalah 2,0754 mg/g, pada pH 4 nilai adalah 2,6276 mg/g, pada pH 7 nilai qe adalah 4,2443 mg/g, pada pH 10 nilai qe adalah 4,9312 mg/g dan pada pH 12 nilai qe adalah 4,6907mg/g. Hasil dari data yang diperoleh menunjukkan semakin meningkat pH larutan metilen biru, maka kapasitas adsorpsinya akan meningkat pula hingga mencapai pH optimum. Dari gambar 14 diketahui kapasitas adsorpsi meninggkat hingga mencapai pH optimum pada pH 10 dan mengalami penurunan pada pH 12. Metilen biru memiliki ion kation sehingga akan lebih banyak terserap pada kondisi basa karena konsentrasi OH^- yang lebih banyak, sedangkan pada kondisi asam penyerapan metilen biru akan terganggu karena konsentrasi H^+ yang banyak.



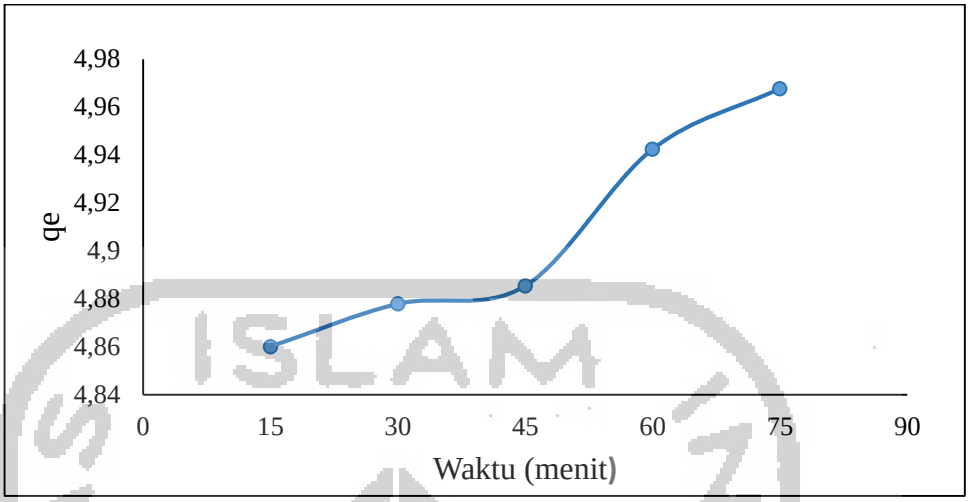
Gambar 17 . Hubungan % adsorpsi dan variasi pH

Dari grafik diatas dapat dilihat banyaknya konsentrasi metilen biru yang diserap oleh adsorben. Pada pH 2 persentase adsorpsinya sebanyak 41,5080%, pada pH 4 persentase adsorpsinya sebanyak 52,5520%, pada pH 7 persentase adsorpsinya sebanyak 84,8852%, pada pH 10 persentase adsorpsinya sebanyak 98,6244% dimana penyerapan yang paling baik terjadi pada pH 10, dan pada pH 12 terjadi penurunan dengan persentase adsorpsi sebanyak 93,8136%.

5.5.3 Penentuan Waktu Kontak Optimum

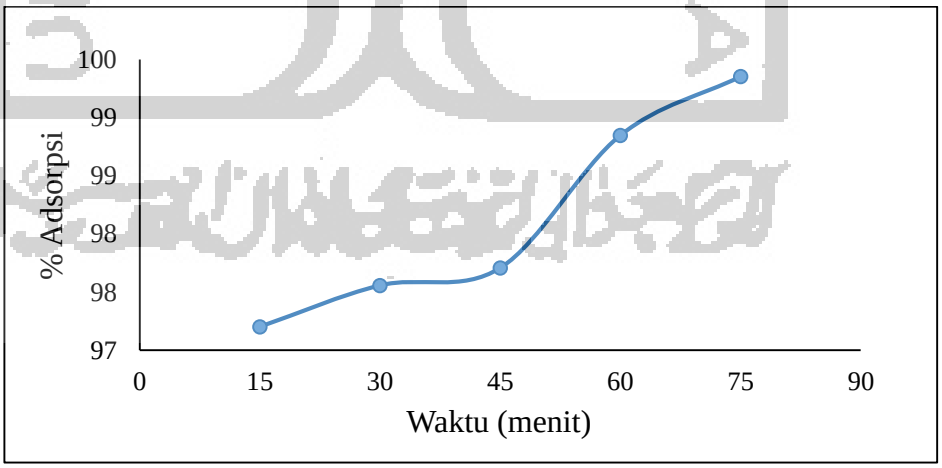
Waktu kontak adalah waktu yang dibutuhkan oleh *biochar*–SDS untuk berinteraksi pada saat proses adsorpsi larutan metilen biru. Penentuan waktu kontak optimum bertujuan untuk mengetahui lamanya waktu kontak biochar-SDS dapat mengadsorpsi metilen biru secara optimum. Variasi waktu kontak dilakukan pada saat proses penggojokan menggunakan *shaker* yaitu, pada variasi 15, 30, 45, 60 dan 75 menit. Semakin lama waktu kontak dapat memungkinkan terjadi proses difusi dan penyerapan molekul adsorbat berlangsung lebih baik. Waktu kontak dapat mempengaruhi gaya tarik – menarik atau interaksi antara adsorben dengan adsorbat seperti gaya Van Der Waals dan gaya elektrostatik (Falahiyah, 2015).

Penelitian ini dilakukan pada konsentrasi 25 ppm dan pada pH 10 yang merupakan pH optimum, sebanyak 25 ml larutan metilen biru dimasukkan ke dalam botol vial yang berisi *biochar*-SDS sebanyak 0,125 gram. Kemudian diaduk menggunakan *shaker* dengan variasi waktu 15, 30, 45, 60 dan 75 menit. Pada proses *shaker* ini terjadi kontak antara komposit dengan MB yang menyebabkan penurunan konsentrasi MB setelah adsorpsi. Selanjutnya larutan metilen biru dan *biochar*-SDS dipisahkan menggunakan kertas saring. Hasil penyaringan tersebut berupa filtrat yang akan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 663 nm. Hasil adsorbansi yang didapat dari spektrofotometer UV-Vis dimasukkan kedalam persamaan regresi linier untuk mencari kapasitas adsorpsi (qe) dan persentase adsorpsi. Dari perhitungan yang telah dilakukan, didapatkan grafik seperti pada Gambar 18.



Gambar 18. Hubungan qe dan variasi waktu kontak

Gambar 18 menunjukkan grafik hubungan antara kapaitas adsorpsi (qe) dengan variasi waktu kontak. Dimana semakin lama waktu kontak maka penyerapan metilen biru semakin besar. Dari hasil yang didapat diketahui semakin lama waktu kontak makan kapasitas adsorpsinya akan semakin meningkat. Dilihat dari garfik pada waktu kontak 15 menit nilai qe 4.8601 mg/g, pada waktu kontak 30 menit nilai qe 4,8779 mg/g, pada waktu kontak 45 menit nilai qe 4,8854 mg/g, pada waktu kontak 60 menit nilai qe 4,9424 mg/g dan pada waktu kontak 75 menit mencapai waktu kontak optimum dengan nilai qe 4.9677 mg/g.



Gambar 19 . Hubungan % adsorpsi dan variasi waktu kontak

Dari gambar 19 dapat dilihat hubungan antara persentase adsorpsi dengan variasi waktu kontak, dimana semakin lama waktu kontak maka pesentase adsorpsinya akan semakin meningkat. Hal ini terjadi karena lamanya waktu kontak yang digunakan sehingga adsorben dapat berinteraksi dengan adsorbat secara maksimal. Hasil dari grafik yang diperoleh menunjukkan persentase adsopsi yang meningkat yaitu, pada waktu kontak 15, 30, 45, 60 dan 90 menit persentasi adsorpsinya secara berturut – turut adalah 97,2016%; 97,5572%; 97,7072%; 98,8488%; dan 99,3544%. Oleh karena itu, dapat dilihat bahwa waktu kontak maksimum terjadi pada 75 menit dengan kapasitas adsorpsi 4.9677 mg/g dan persentase adsorpsi 99,3544%.