

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat Penelitian

Seperangkat Alat Gelas Herman dan Iwaki, *Autoclave*, Cawan Porselen, Pengaduk kaca, Spatula, Sendok sungsu, Oven *Memmert*, *Magnetic stirrer Labinco*, *Neraca Analitic Sartorius*. Perangkat instrument yang digunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) Perkin-Elmer*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Xray (SEM-EDX)* seri *Phenone*, Spektrofotometer sinar tampak UV-Visible.

4.1.2 Bahan

Tandan pisang, Larutan 2M NaOH, Larutan H₃PO₄ 7%, Larutan HNO₃ 65%, 35gr Fe₂O₃ serbuk Merck, Metanol pa Merck, Etanol pa Merck, Aquadest, Larutan Induk Metil Violet 200 ppm.

4.2 Prosedur Penelitian

4.2.1 Pembuatan Karbon Aktif Tandan Pisang (Metode Impregnasi)

Tandan pisang diperoleh dari para petani pisang yang berada di kawasan Pasar Pakem, Sleman, Yogyakarta. Tandan pisang dirajang berserat panjang dan dijemur dibawah matahari hingga tandan pisang benar-benar kering lalu dilakukan penggilingan (*grinding*) menjadi serbuk halus kering tandan pisang. Sebanyak 1,5 kg sampel tandan pisang direndam menggunakan NaOH 2 M dengan dipanaskan metode *presto* selama 3-4 jam sekali pemanasan. Perendaman dilakukan selama 34 jam untuk memastikan bahwa zat pengaktivasi dapat beraksi dengan menggunakan tandan pisang yang merupakan selulosa. Perlakuan setelah *presto* yaitu dibersihkan dan disaring hasil perendaman dengan *Aquadest* hingga bersih, lalu dilakukan penambahan pengaktivasi tambahan dengan menggunakan Larutan H₃PO₄ 7% dengan perendaman kembali selama 3-4 jam dengan dipanaskan lewat *presto* untuk agen pengaktivasi pori pada tandan pisang.

4.2.2 Aktivasi Karbon Aktif Tandan Pisang

Pembuatan karbon pada proses ini menggunakan 1,5 kg serbuk tandan pisang yang sudah direndam dengan dengan NaOH 2M dan Larutan H₃PO₄ 7%. Tandan pisang direndam dengan menggunakan *Aquadest* sebanyak ±3 liter dalam tabung hidrotermal, lalu dimasukkan N₂ (gas nitrogen) dalam tabung hingga terisi penuh. Lakukan proses hidrotermal selama 4-5 jam dalam temperatur 300 °C.

Selanjutnya karbon didinginkan dengan digerus menggunakan lumpang porselen supaya ukuran karbon menjadi lebih halus. Karbon yang dihasilkan kemudian dicuci menggunakan *aquadest* hingga pH mencapai netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 12 jam. Karbon aktif dengan proses hidrotermal dilanjutkan dengan aktivasi secara fisika ke dalam *muffle furnace* dengan suhu 200 °C selama 2 jam. Setelah dilakukan aktivasi secara fisik karbon aktif direndam ke dalam Larutan HNO₃ 65% selama 6 jam, untuk menghilangkan sisa-sisa logam dan zat pengotor yang masih terikat pada karbon aktif. Karbon aktif dioven kembali pada suhu 105 °C selama 12 jam.

4.2.3 Sintesis Komposit KA/Fe₂O₃

Sebanyak 17,5 gram karbon aktif tandan pisang dicampurkan dengan Fe₂O₃ serbuk sebanyak 35 gram dan diberi pelarut etanol pa sampai terendam sempurna sambil diaduk perlahan menggunakan pengaduk kaca yang mana akan mendapatkan perbandingan (karbon aktif : Fe₂O₃) konsentrasi 1:2. Kemudian dilakukan pengadukan dan pemanasan menggunakan *magnetic stirrer* selama ± 1 jam, lakukan hingga etanol pa berkurang dan terlihat terserap pada campuran. Setelah selesai. Lalu, didiamkan sampai campuran tidak begitu panas. Tambahkan *aquadest* sampai campuran terendam homogen dan dibiarkan selama satu malam.

Setelah didiamkan satu malam buang *aquadest* dan lakukan pencucian pada campuran karbon aktif dan Fe₂O₃ menggunakan *aquadest* sebanyak 2 kali. Kemudian keringkan campuran dalam oven pada suhu 110 °C.

Setelah itu campuran karbon aktif dan Fe₂O₃ dalam tabung hidrotermal dan tambahkan *aquadest* dan etanol pa sampai terendam. Agar proses pencampuran

komposit dan logam oksida berlangsung sempurna. Lakukan proses hidrotermal selama 3 jam dengan suhu 250 °C dan 5 jam dengan suhu 300 °C.

Setelah itu, komposit KA/Fe₂O₃ dicuci dengan *aquadest* sebanyak 50 mL selama 3 kali atau sampai air hasil cucian jernih. Kemudian keringkan selama 1 jam dalam oven pada suhu 110 °C. Timbang hasil akhir setelah dingin.

4.2.4 Karakterisasi Komposit KA/Fe₂O₃

Dalam penelitian ini dilakukan karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM-EDX. Sebagai pembandingan hasil karakterisasi digunakan Karbon Aktif yang tidak diberi perlakuan penambahan logam oksida sebagai parameter sekunder.

Karakterisasi gugus fungsi dengan spektrofotometer infra merah dilakukan untuk mengetahui gugus yang terletak pada karbon aktif tandan pisang. Sampel karbon aktif dianalisis dengan menggunakan FTIR pada bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹. Karakterisasi XRD dengan menentukan sifat material pada setengah puncak yang dapat diamati besar rata-rata dari ukuran kristalit

Karakterisasi karbon aktif dengan SEM-EDS dilakukan untuk mengetahui topologi dan morfologi dari permukaan karbon aktif dan komposit. Sekaligus mendapatkan pembacaan visual komposisi komposit dan karbon aktif.

4.2.5 Analisis Penjerapan Metil Violet

4.2.5.1 Pembuatan Larutan Standar Metil Violet

Dibuat larutan standar metil violet 200 ppm dalam Labu Ukur 500 mL. kemudian dibuat Larutan Standar variasi primer metil violet 0, 5, 10, 15, dan 20 ppm dalam Labu Ukur 50 mL kemudian diukur absorbansi larutan menggunakan Spektroskopi UV-Vis hasil absorbansi yang diperoleh digunakan untuk Kurva Kalibrasi.

4.2.5.2 Identifikasi Parameter (Konsentrasi dan Waktu Kontak)

A. Variasi Konsentrasi Aplikasi

Dibuat larutan standar metil violet 0, 5, 10, 15, dan 20 ppm dalam Labu Ukur 50 mL sebanyak empat buah dengan kondisi 5 pH. Kemudian dimasukkan sebanyak 20 mL larutan variasi metil violet dalam 4 botol vial yang telah diberi komposit KA/Fe₂O₃ sebanyak 0,2 gram. Dilakukan proses adsorpsi selama 15 menit pada semua variasi dengan *shaker*. Diamati hasil dengan instrumentasi Spektrofotometer sinar tampak UV-Visible dengan $\lambda_{\text{max}} = 583 \text{ nm}$

B. Variasi Waktu Kontak Proses *Treatment*

Dibuat larutan standar metil violet 10 ppm dalam Labu Ukur 50 mL sebanyak empat buah dengan kondisi 5 pH. Kemudian dimasukkan sebanyak 20 mL larutan variasi metil violet dalam 4 botol vial yang telah dimasukkan komposit sebanyak 0,2 gram dengan variasi 15, 30, 45 dan 60 menit. Diamati hasil dengan instrumentasi Spektrofotometer sinar tampak UV-Visible

4.2.6 Identifikasi Termodinamika Adsorpsi Komposit KA/ Fe₂O₃

Identifikasi Termodinamika Adsorpsi komposit KA/Fe₂O₃ dilakukan dengan mengamati hasil variasi analisis konsentrasi dari hasil instrumentasi Spektrofotometer sinar tampak UV-Visible. Dan didapatkan sifat adsorpsi dan termodinamika adsorpsi dengan nilai satuan energi bebas Gibbs (ΔG).