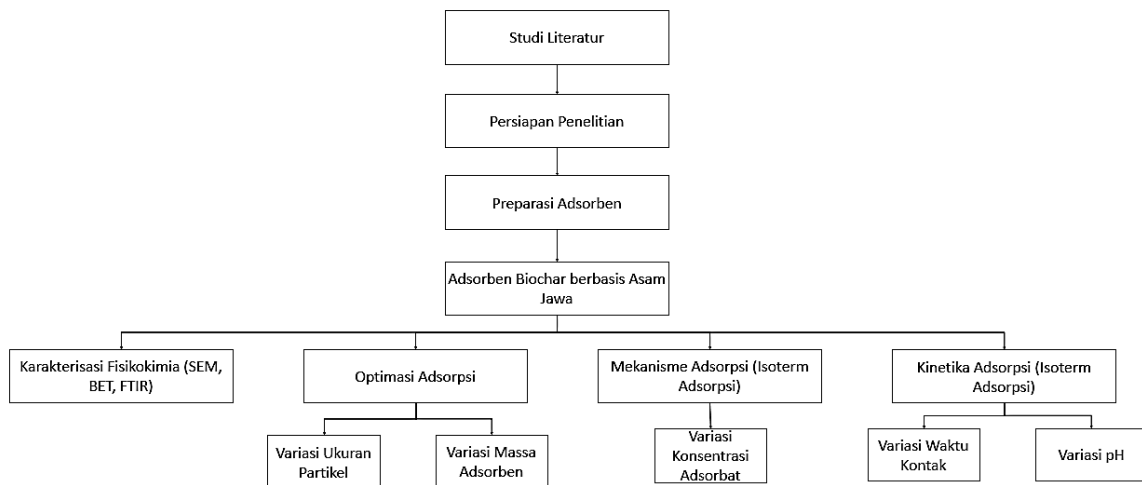


## BAB III

### METODE

#### 3.1. Alur Penelitian

Prosedur penelitian pengolahan air limbah zat warna tekstil indigo carmine melalui pemanfaatan limbah biomasa biji asam jawa sebagai adsorben ditampilkan dalam bentuk diagram alir seperti pada **Gambar 3.1**.



**Gambar 3. 1.** Diagram Alir Penelitian

#### 3.2. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap preparasi, karakterisasi, dan pengujian kinerja dari produk berbasis limbah pertanian yang dihasilkan yang dilakukan di Laboratorium Nanoteknologi yang bertempat di gedung Fakultas Kedokteran, Universitas Pendidikan Indonesia. Waktu pengerjaan penelitian ini adalah selama satu tahun terhitung sejak Agustus 2022 – Juli 2023.

#### 3.3. Bahan, Alat, dan Instrumentasi

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah biji asam jawa (yang dikumpulkan dari Kota Cimahi, Jawa Barat, Indonesia), pewarna organik indigo carmine (IC), asam fosfat, NaOH, dan aquades. Alat – alat yang digunakan meliputi magnetic stirrer, gelas kimia 500 mL, gelas kimia 200 mL, gelas ukur 100 mL, gelas ukur 1000 mL, botol plastik, spatula, syringe, magnetic stirrer, filter membran 45  $\mu\text{m}$ , batang pengaduk, pipet tetes, neraca analitik, furnace, tabung sentrifuse, sentrifugasi, dan sieve dari CV. Yayasan Bumi Publikasi Nusantara.

**Risti Ragadhita, 2023**

***STUDI KINETIKA, MEKANISME, DAN EFESIENSI ADSORPSI PEWARNA INDIGO CARMINE DARI AIR LIMBAH MENGGUNAKAN BIOCHAR BERBASIS LIMBAH BIOMASA BIJI ASAM JAWA***

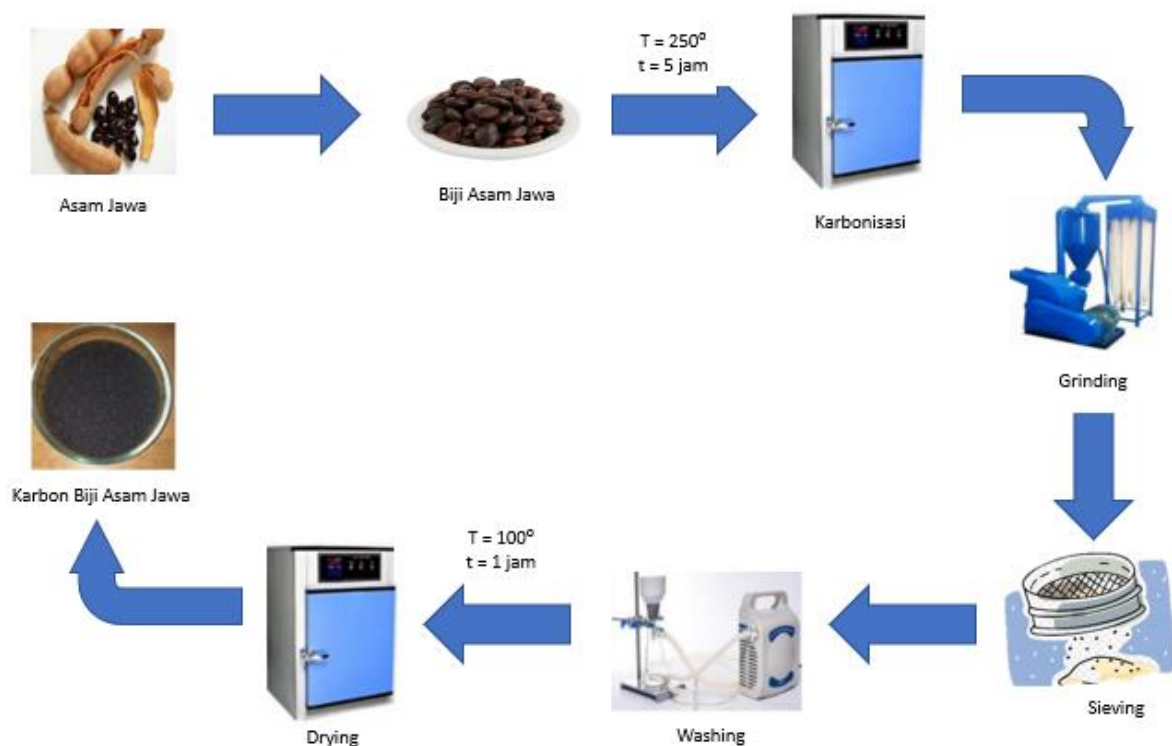
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Adapun karakterisasi digunakan Thermo Scientific Nicolet iS10 Fourier-transform infrared (FTIR) spectrometer, JOEL JSM-IT300 Scanning Electron Microscopy (SEM), Oxford X-Max 50 Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX), Spektroskopi UV-VIS, dan Quantachrome NOVA 2200E Brunauer–Emmett–Teller (BET).

### 3.4. Metode Penelitian

#### 3.4.1. Preparasi Adsorben

Adsorben biochar dibuat dengan mengkarbonisasi 250 g limbah biji asam jawa menggunakan tanur listrik pada suhu 250°C selama 5 jam sehingga menghasilkan biochar berbasis biji asam jawa. Sebelum karbonisasi, biji asam jawa dicuci (menggunakan air ultra murni untuk menghilangkan debu dan kotoran) dan dikeringkan secara alami menggunakan sinar matahari selama 2 hari. Setelah proses karbonisasi selesai, partikel biochar berbasis biji asam jawa digiling untuk mendapatkan ukuran partikel adsorben biochar yang homogen. Untuk mendapatkan ukuran partikel yang spesifik, partikel karbon disaring menggunakan alat *sieve test* (Yayasan Bumi Publikasi Nusantara, Indonesia, dengan variasi lubang 10, 18, 34, 74, dan 99 mesh). Ilustrasi preparasi adsorben biochar berbasis biji asam jawa disajikan pada **Gambar 3.2**.



**Gambar 3. 2.** Ilustrasi preparasi biochar berbasis biji asam jawa

**Risti Ragadhita, 2023**

**STUDI KINETIKA, MEKANISME, DAN EFESIENSI ADSORPSI PEWARNA INDIGO CARMINE DARI AIR LIMBAH MENGGUNAKAN BIOCHAR BERBASIS LIMBAH BIOMASA BIJI ASAM JAWA**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### 3.4.2. Preparasi Larutan Indigo Carmine

Pewarna IC digunakan untuk menyiapkan model air limbah buatan tunggal. Air limbah buatan tunggal yang dimaksud dalam penelitian ini adalah bahwa air hanya mengandung satu jenis kontaminan saja yaitu kontaminan dari pewarna indigo carmine. Model air limbah buatan IC 1000 mg/L dengan pH = 7 ini disiapkan dengan melarutkan 0.05 gram IC dalam 1000 mL aquades.

### 3.4.2. Studi Eksperimen Keseimbangan Batch

Studi adsorpsi dilakukan dalam botol kaca berukuran 200 mL di mana 100 mL larutan IC telah ditempatkan dengan konsentrasi 100 mg/L. Massa adsorben yang telah ditentukan sebelumnya dimasukkan ke masing-masing labu dan ditempatkan di pengaduk magnet pada suhu 30°C selama 1 jam dengan kecepatan agitasi 500 rpm untuk mencapai keseimbangan. Berbagai parameter untuk mengevaluasi efeknya diselidiki selama penelitian termasuk: ukuran partikel adsorben (500, 1000, dan 2000 µm), waktu kontak (5–60 menit), dosis adsorben (0,1–0,5 g), konsentrasi awal IC (10–100 mg/L), dan pH (2 dan 7). Larutan pH dipertahankan dengan menggunakan 1 M NaOH atau asam posfat. Setelah proses adsorpsi dilakukan, 2 mL larutan sampel IC diambil pada interval waktu tertentu dan disaring dengan filter berukuran mikro. Larutan supernatan kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Visible ( $\lambda_{max} = 450-700$ ) (Lambda 25 Perkin Elmer). Efisiensi penyisihan IC (%) dan kapasitas adsorpsi keseimbangan  $q_e$  (mg/g) dihitung menggunakan persamaan (31) dan (32):

$$R(\%) = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100 \quad (31)$$

di mana,  $C_o$  dan  $C_e$  adalah masing-masing konsentrasi awal dan akhir (mg/L) dari IC.

$$q_e = \frac{C_o - C_e}{m} \times V \quad (32)$$

di mana,  $V$  adalah volume kerja yang diambil untuk penelitian (L),  $m$  adalah jumlah adsorben (g), dan  $C_e$  adalah konsentrasi keseimbangan pewarna (mg/L).

Studi kinetik juga dilakukan sesuai dengan metode yang dijelaskan dalam adsorpsi keseimbangan. Larutan kerja diambil pada waktu interval selama percobaan. Kemudian, kapasitas adsorpsi  $q_t$  (mg/g) pada waktu kontak yang berbeda  $t$  (menit) dihitung dengan persamaan (32).

**Risti Ragadhita, 2023**

**STUDI KINETIKA, MEKANISME, DAN EFESIENSI ADSORPSI PEWARNA INDIGO CARMINE DARI AIR LIMBAH MENGGUNAKAN BIOCHAR BERBASIS LIMBAH BIOMASA BIJI ASAM JAWA**

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

### **3.4.3. Karakterisasi**

#### **3.4.3.1. Scanning Electron Microscopy-Dispersive X-Ray Spektroskopi (SEM-EDX)**

Analisis SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui informasi terkait morfologi permukaan sampel dan distribusi dari komposisi kimiawi sampel. Pengujian sampel dilakukan dengan cara menempelkan karbon tip pada sampel holder, kemudian ditempelkan serbuk partikel biochar berbasis biji asam jawa. Sebelum dianalisis, sampel terlebih dahulu di coating menggunakan logam emas. Selanjutnya, sampel dianalisis dengan instrumen SEM/EDX yang dioperasikan pada tingkat vakuum yang rendah. Analisis SEM-EDX ini dilakukan pada saat sebelum dan sesudah material diaplikasikan.

#### **3.4.3.2. Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)**

Analisis FTIR digunakan untuk menganalisis jenis gugus fungsi pada sampel biochar berbasis asam jawa. Sampel diukur dengan FTIR pada rentang bilangan gelombang 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  dengan pelet KBr pada suhu kamar. Analisis FTIR ini juga dilakukan pada saat sebelum dan sesudah material diaplikasikan.

#### **3.4.3.3. Brunauer–Emmett–Teller (BET)**

Analisis BET dilakukan untuk menentukan luas permukaan, volume pori, dan diameter material hasil preparasi. Isoterm adsorpsi-desorpsi gas nitrogen digunakan untuk pengukuran. Sampel dilakukan degassing pada 150°C selama 3 jam sebelum analisis. Hasil analisis memberikan nilai  $P/P_0$  dan nilai transformasi BET  $[1/W(P/P_0)]$  yang digunakan untuk menghitung luas permukaan menggunakan perangkat lunak Quantachrome NovaWin-Data Acquisition and Reduction for NOVA Instruments.

#### **3.4.3.4. Spektrofotometer UV-VIS**

Spektrofotometer UV-VIS digunakan untuk menganalisis kinerja adsorpsi dari adsorben biochar berbasis asam jawa dengan cara memasukan aquades terlebih dahulu sebagai blanko ke dalam kuvet, dilanjutkan dengan sampel zat warna sebelum dan sesudah proses adsorpsi menggunakan biochar berbasis biji asam jawa. Kemudian, cahaya dilewatkan untuk mengetahui cahaya yang terserap dan cahaya yang tersebar. Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi ( $A$ ) sedangkan cahaya yang tersebar diukur sebagai transmisi ( $T$ ). Panjang gelombang yang digunakan pada alat ini berkisar antara 400-700 nm.

**Risti Ragadhita, 2023**

***STUDI KINETIKA, MEKANISME, DAN EFESIENSI ADSORPSI PEWARNA INDIGO CARMINE DARI AIR LIMBAH MENGGUNAKAN BIOCHAR BERBASIS LIMBAH BIOMASA BIJI ASAM JAWA***

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu