

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap sintesis, karakterisasi, dan pengujian kinerja. Tahapan sintesis dan uji kinerja dilakukan di Laboratorium Riset Kimia, FPMIPA, UPI dan Laboratorium Riset Kimia, Kasetsart University, Thailand. Sedangkan pada tahapan karakterisasi dilaksanakan di Laboratorium Instrumen Kimia, FPMIPA UPI, GreenLab Bandung, serta Fakultas Sains, Kasetsart University, Thailand. Waktu penelitian dimulai dari bulan Desember 2023 sampai Agustus 2024.

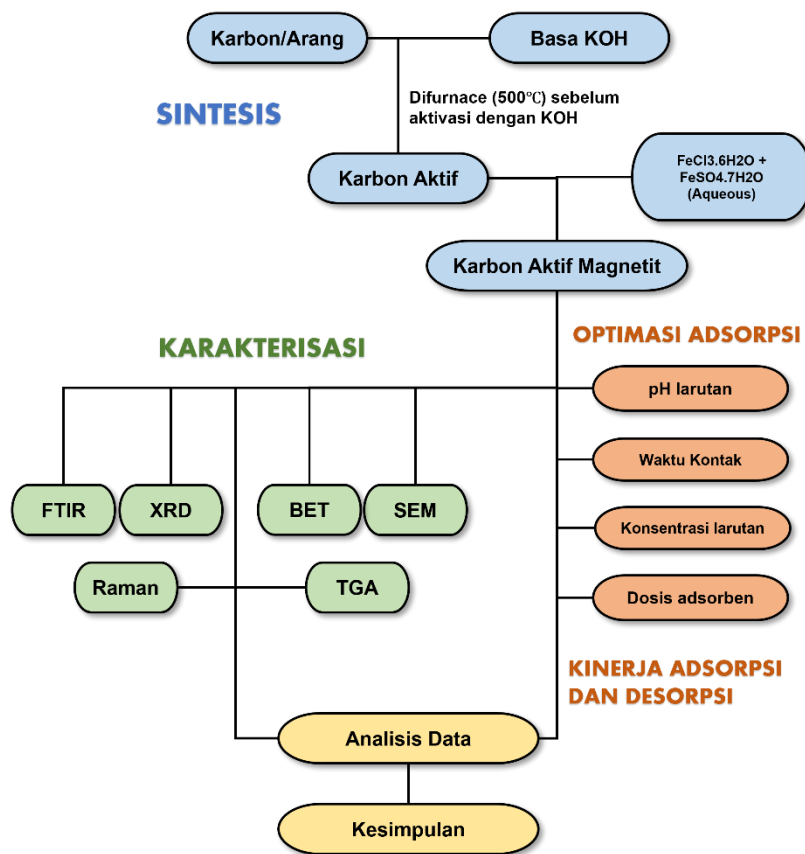
3.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada tahap sintesis berupa gelas kimia, gelas ukur, batang pengaduk, spatula, pengaduk magnetik, botol semprot, kaca arloji, pipet tetes, neraca analitik, pH meter, desikator, *magnetic stirrer*, *hot plate*, *shaker*, oven, furnace, mesh, dan sentrifugasi. Karakterisasi karbon aktif magnetit dilakukan menggunakan beberapa instrumentasi seperti XRD Bruker, D8 *Advance*, Perkin Elmer Spektrofotometer FTIR, FEI Model Quanta 450 SEM, *Micromeritics ASAP 2020 SAA*, Horiba XploRa PLUS Raman, dan Perkin Elmer Model 8000 TGA.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah karbon aktif dibeli secara daring dari batok kelapa, natrium hidroksida (NaOH; Merck), $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (Merck), $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck), air deionisasi, padatan kalsium hidroksida (KOH; Sigma Aldrich), paracetamol, larutan asam klorida (HCl 37%; Merck), aquades, kertas saring Whatmann nomor 42, kertas timbang, dan kertas pH (Merck).

3.3 Tahapan Penelitian

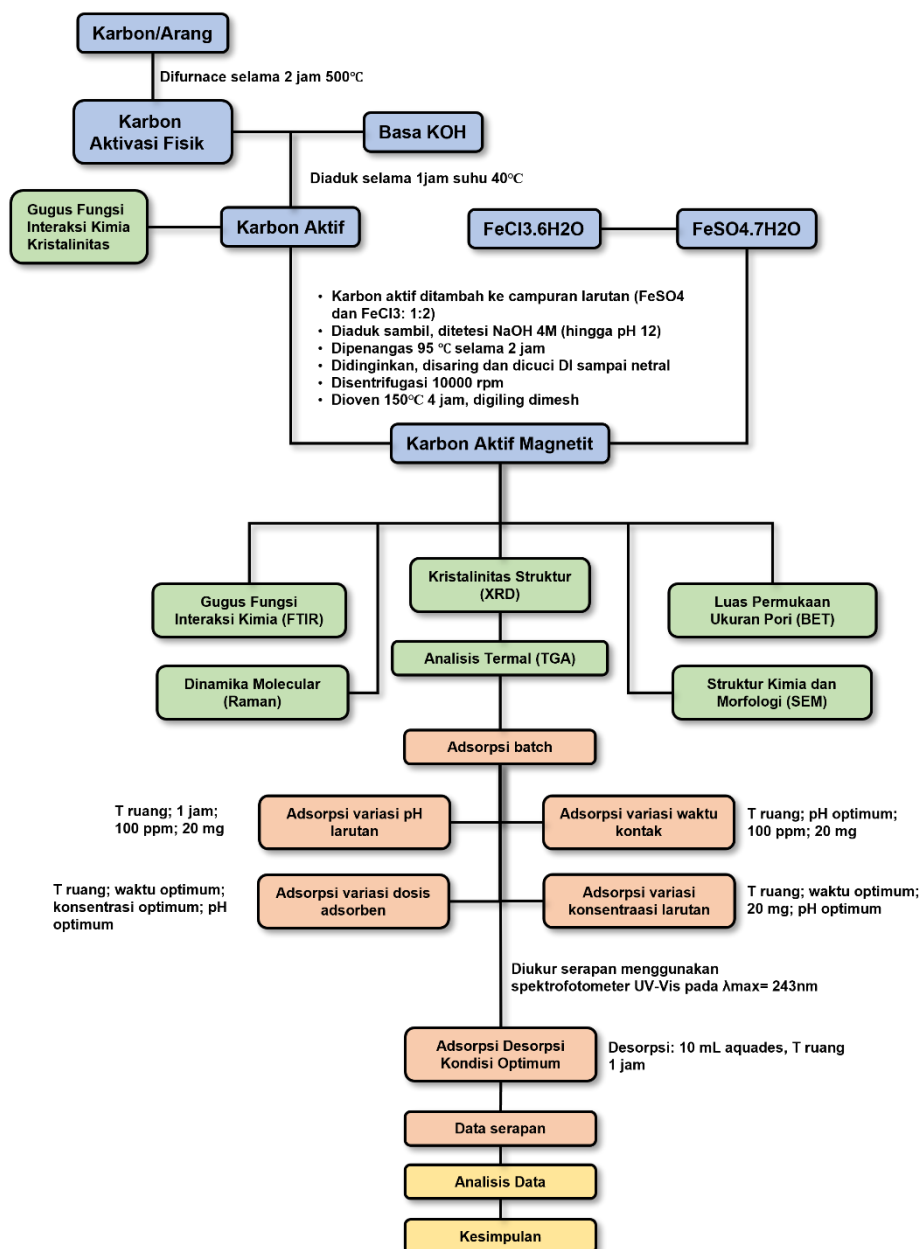
Secara umum, penelitian ini terbagi kedalam tiga bagian yaitu sintesis karbon aktif magnetit, karakterisasi karbon aktif magnetit, serta uji kinerja adsorpsi karbon aktif magnetit seperti yang disajikan pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3. 1 Tahapan penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

Tahapan sintesis terdiri dari dua bagian. Sintesis pertama untuk pembentukan karbon aktif dan sintesis kedua untuk pembentukan karbon aktif magnetit. Tahapan karakterisasi akan dilakukan menggunakan instrumentasi FTIR, XRD, SEM, BET, TG-DTG dan spektroskopi Raman. Pengujian kinerja adsorpsi karbon aktif magnetit menggunakan limbah paracetamol akan dilakukan dengan metode *batch* dengan empat variasi parameter adsorpsi seperti pH, waktu kontak, konsentrasi larutan dan dosis adsorben. Konsentrasi paracetamol yang teradsorpsi pada karbon aktif magnetit ditentukan dari absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hal diatas dirangkum dalam **Gambar 3.2.**



Gambar 3. 2 Prosedur penelitian

3.4.1 Sintesis Material Komposit

3.4.1.1 Sintesis Karbon Aktif

Sebanyak 20 gram arang dipanaskan dari suhu 25°C menjadi 500°C selama 2 jam untuk proses karbonisasi. Sampel digiling dan dilakukan pemisahan ukuran menggunakan mesh (140 mesh) (Y. Li et al., 2024). Selanjutnya sampel padatan karbon dicampur dengan larutan KOH 1 M, 1.5 M, 2 M, 2.5 M dan 3 M selama 1 jam dengan suhu 40°C dan kecepatan 250 rpm. Campuran tersebut di oven pada suhu 150°C selama 3 jam dan dicuci menggunakan HCl 0,1 M dan air deionisasi

Brigitta Stacia Maharani, 2024

PENGARUH INKORPORASI MAGNETIT TERHADAP KARAKTERISTIK DAN KINERJA KARBON AKTIF MIKROPORI TERHADAP ADSORPSI PARASETAMOL

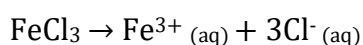
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

hingga pH netral. Selanjutnya difiltrasi vakum dan dikeringkan dengan oven pada suhu 150°C selama 4 jam (Le Van et al., 2019). Adapun penamaan setiap sampel terdiri dari AC1, AC15, AC2, AC25, dan AC3 yang merujuk pada konsentrasi basa KOH 1 M, 1,5 M, 2 M, 2.5 M dan 3 M. Untuk AC0 merujuk pada material karbon aktif tanpa aktivasi menggunakan KOH.

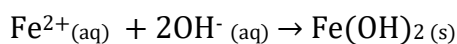
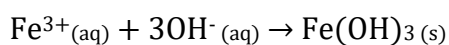
3.4.1.2 Sintesis Karbon Aktif Magnetit

Sintesis karbon aktif magnetik mengikuti metode eksperimental yang diusulkan oleh Meng, dkk. (Meng et al., 2013). Dalam metode ini, karbon aktif (AC) ditambahkan dalam jumlah tertentu ke dalam campuran $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ pada suasana basa (pH 12) dengan perbandingan $n\text{Fe}^{2+} : n\text{Fe}^{3+} = 1:2$. Perbandingan massa antara FeO dan massa karbon aktif ditampilkan pada **Tabel 3.1**. Campuran ditaruh pada penangas air pada suhu 95 °C (4 jam). Setelah itu, campuran didinginkan. Proses ini diikuti dengan pencucian berulang menggunakan air deionisasi hingga pH netral dan disentrifugasi selama 10 menit pada kecepatan 10000 rpm. Padatan yang dihasilkan kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 150°C selama 4 jam. Setelah pendinginan, spesimen tersebut diuji sifat magnetnya dengan magnet neodinium (Hariyani et al., 2018). Persamaan reaksi utama yang terjadi selama proses persiapan tersebut juga dapat diidentifikasi pada **Persamaan 3.1**.

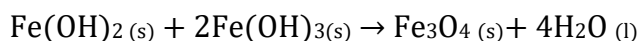
1. Pembentukan Ion Fe^{2+} dan Fe^{3+}



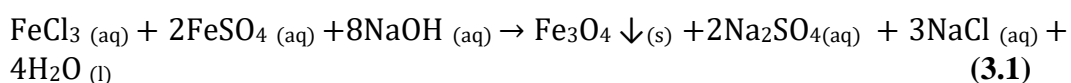
2. Penambahan Basa (NaOH)



3. Pembentukan Fe_3O_4



4. Reaksi Keseluruhan



Tabel 3. 1 Penamaan sampel karbon aktif magnetit

Nama Sampel	Massa FeO	Massa Karbon Aktif AC2
MAC1	1 gram (1mL)	7 gram
MAC3	3 gram (3mL)	7 gram
MAC5	5 gram (5mL)	7 gram
MAC7	7 gram (7mL)	7 gram

3.4.2 Karakterisasi Material Komposit

3.4.2.1 XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristalinitas dari karbon aktif magnetit. Karakterisasi ini dilakukan di Fakultas Teknik, *Kasetsart University*, Thailand dengan menggunakan instrumentasi XRD Bruker, *D8 Advance*. Adapun tegangan dan arus yang digunakan sebesar 30 kV dan 30 mA dengan panjang gelombang (λ) logam target Cu sebesar 1.5406 Å. Rentang difraksi yang akan digunakan adalah 5-90° dengan ukuran langkah 0,02° dan waktu per langkah adalah 2.5 detik. Data difraksi akan didapatkan secara langsung dari komputer.

3.4.2.2 FTIR (*Frontier Transform Infra-Red*)

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung di dalam karbon aktif magnetit. Instrumentasi Perkin Elmer Spektrofotometer digunakan pada proses ini. Prinsip dari pengukuran FTIR adalah penyerapan radiasi inframerah oleh molekul berikatan yang menyebabkan vibrasi molekul. Sampel diuji dengan mencampurkan ± 1 mg serbuk karbon dan serbuk KBr, kemudian sampel diletakkan pada cetakan pelet KBr. Spektrum yang dihasilkan dari setiap material memiliki pola khas yang mengindikasikan gugus fungsi dan interaksi kimia yang diukur pada rentang bilangan gelombang 500 - 4000 cm^{-1} , dengan scanning rate 1 cm/s .

3.4.2.3 SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Tahapan ini digunakan untuk mengetahui struktur dan morfologi karbon aktif magnetit. Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Kimia, *Kasetsart University*, Thailand menggunakan instrumentasi FEI Model Quanta450 SEM pada akselerasi voltase 25 kV. Pada karakterisasi ini, perlu disiapkan sampel yang dianalisa dan

direkatkan dengan *specimen holder*. Lalu *holder* tersebut dibersihkan dengan *hand blower*. Sampel yang sudah bersih dimasukkan ke dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis berupa gold-palladium selama 30 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400Å. Setelahnya, sampel dimasukkan ke dalam *specimen chamber* dan dilakukan pengamatan dengan perbesaran 2000x dan 10000x.

3.4.2.4 BET (Brunauer-Emmett-Teller) Surface Area Analyzer

Tahapan ini digunakan untuk mengukur luas permukaan serta ukuran pori pada karbon aktif magnetit. Karakterisasi BET akan dilakukan pada Laboratorium Kimia, Kasetsart University, Thailand dengan menggunakan instrumentasi *Micromeritics ASAP 2020*. Pada karakterisasi ini, sampel akan dipreparasi dengan dilakukan degassing selama 4 jam pada suhu 150°C dan tekanan 10^{-5} Torr yang bertujuan untuk menghilangkan segala gas pada partikel sehingga dalam kondisi vakum. Pengukuran ini akan dilakukan menggunakan gas nitrogen pada suhu 77 K dengan perhitungan menggunakan metode BET dan BJH (Barrett, Joyner dan Halenda).

3.4.2.5 Spektrokopi Raman

Pengukuran menggunakan spektroskopi Raman bertujuan untuk mengetahui dinamika molekular pada karbon aktif magnetit. Pengukuran dilakukan Fakultas Earth Science, Kasetsart University, Thailand menggunakan instrumentasi XploRa PLUS pada Raman Shift 500-3500 cm^{-1} . Spektrum Raman dikumpulkan dengan menggunakan panjang gelombang eksitasi pada 532nm dan grating 1800 (450-850). Pengukuran ini menggunakan filter sebanyak 10% dan akumulasi perhitungan tiga kali untuk mendapat nilai standar deviasinya.

3.4.2.6 TG-DTG (Thermogravimetry and Differential Thermal Analysis)

Penentuan sifat termal karbon aktif dilakukan di Laboratorium Kimia, Kasetsart University, Thailand dengan instrumentasi Perkin Elmer Model 8000TGA. Analisis ini menggunakan *heating rate* 10°C/menit pada jangkauan suhu 25-900°C. Massa karbon yang diukur sebanyak 10 mg menggunakan atmosfer gas nitrogen dan *flow rate* sebesar 100 mL/min.

3.4.3 Uji Kinerja Adsorpsi Karbon Aktif Magnetit

Uji kinerja karbon aktif magnetit (MAC) dilakukan mengikuti metode eksperimental yang dilakukan oleh Spessato dkk. pada tahun 2019 (Spessato et al., 2020). Larutan stok parasetamol (PCT) disiapkan dengan pelarutan 500 mg PCT dalam 1 liter aquades dan 10 mL etanol 0,1 M (500 ppm). Dilakukan pemodelan adsorpsi batch pada variasi dosis MAC, (25, 50, 75, 100 dan 125) mg MAC ditempatkan dalam 25 mL larutan PCT berkonsentrasi 100 ppm dalam botol kaca gelap dan pH netral. Sedangkan untuk studi isoterm adsorpsi dilakukan pada konsentrasi larutan PCT sebesar 20, 40, 60, 80, 100 ppm. Untuk mengetahui pengaruh pH terhadap efisiensi adsorpsi MAC, sebanyak 25 mL larutan 100 ppm PCT dengan pH bervariasi dari 3, 5, 7, 9, dan 11 dibuat menggunakan 0,1M HNO₃ dan larutan NaOH. Larutan PCT ditambahkan dengan 25 mg MAC. Semua campuran diaduk secara mekanis pada 150 rpm selama 60 menit pada suhu ruang, kemudian disentrifugasi selama 10 menit pada kecepatan 10000 rpm menggunakan instrumentasi Bara Scientific Model 3700.

Konsentrasi PCT kesetimbangan ditentukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang maksimum (λ_{maks}) 243 nm, menggunakan spektrofotometer UV/Vis JASCO V-670 Spectrophotometer. Studi kinetik dilakukan dalam konsentrasi PCT sebesar 100 ppm dalam rentang waktu 1 sampai 240 menit (interval 30 menit). Jumlah PCT yang teradsorpsi pada permukaan MAC pada setiap percobaan diperoleh berdasarkan **Persamaan 3.2**:

$$Q_e = Q_t = \frac{(C_0 - C_e/t)V}{m} \quad (3.2)$$

Q_e merupakan kapasitas adsorpsi pada kondisi kesetimbangan, Q_t merupakan kapasitas adsorpsi pada kondisi waktu tertentu dalam mg/g. C_0 merupakan konsentrasi awal (mg/L), C_e atau C_t merupakan konsentrasi kesetimbangan pada waktu tertentu (mg/L), m merupakan massa adsorben (g), dan V merupakan volume larutan (L).

3.4.4. Uji Desorpsi Karbon Aktif Magnetit

Studi desorpsi dilakukan merujuk pada (Nguyen et al., 2020). MAC yang terkontaminasi didesorpsi dengan berbagai agen desorpsi. Dimulai dengan pemisahan menggunakan magnet neobdinium dan dilanjutkan dengan pencucian

Brigitta Stacia Maharani, 2024

PENGARUH INKORPORASI MAGNETIT TERHADAP KARAKTERISTIK DAN KINERJA KARBON AKTIF MIKROPORI TERHADAP ADSORPSI PARASETAMOL

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

menggunakan air DI (pH 5). Setelah dikocok dengan 150 rpm pada suhu 25 °C selama 2 jam, konsentrasi residual PCT dalam larutan ditentukan dengan spektrofotometer UV-Vis. Persentase PCT yang didesorpsi (η_{Des}) dari MAC terkontaminasi dihitung dari **Persamaan 3.3**

$$\eta_{Des}(\%) = (1 - q_e - q_d/q_e) \times 100 \quad (3.3)$$

dimana q_e (mg/g) didefinisikan dari Persamaan 1, dan q_d (mg/g) adalah jumlah PCT yang didesorpsi dari MAC terkontaminasi.