

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian pembuatan Biosorben selulosa daun nanas ini dilaksanakan pada bulan Februari – Juni 2024 di Laboratorium Pusat Sains dan Teknologi Nuklir Terapan (PSTNT-BATAN) Taman Sari, Coblong, Kota Bandung. Di laboratorium tersebut dilakukan pengambilan data, *Surface Area Analyzer (SAA)*, *Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (SEM/EDS)* dan *X-Ray Diffraction (XRD)*.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

Alat dan bahan yang digunakan dalam eksperimen untuk melakukan preparasi sampel daun nanas, proses dehidrasi, proses karbonisasi, dan pembuatan karbon aktif ditunjukkan pada Tabel 3.1 dan Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Alat Penelitian

No	Nama Alat	Fungsi
1	Reaktor resistive heating	Sebagai alat proses pre-treatment pengeringan daun dan pembentukan karbon
2	Rangkaian alat refluks	Sebagai alat uji kandungan air daun nanas
3	Gelas ukur	Mengukur volume larutan yang digunakan dalam penelitian
4	Stopwatch	Mengukur waktu selama pre-treatment
5	Clampmeter	Mengukur arus listrik selama pre-treatment

6	Thermocontrol	Mengukur dan mengontrol suhu pre-treatment
7	Mettler Toledo Analytical Balance	Mengukur massa bahan
8	Filter Paper V60 Drip 100 mesh	Memisahkan serbuk karbon dan larutan hasil aktivasi perendaman larutan NaCl
9	Cawan alumunium	Sebagai wadah bubuk jerami padi
10	Spatula / stirrer	Mengambil serbuk karbon aktif dan pengaduk
11	Oven	Mengurangi kadar air daun nanas
12	PH meter Mettler Toledo	Mengukur nilai pH larutan
13	Centrifuge	Memisahkan serbuk dengan larutan
14	Furnace	Melakukan proses sulfurisasi <i>drying</i> , kalsinasi, dan <i>heating</i>
15	Multimeter	Mengukur ohmik Resistansi
16	Pipet 10 mL	Memindahkan larutan ke kuvet UV-Vis

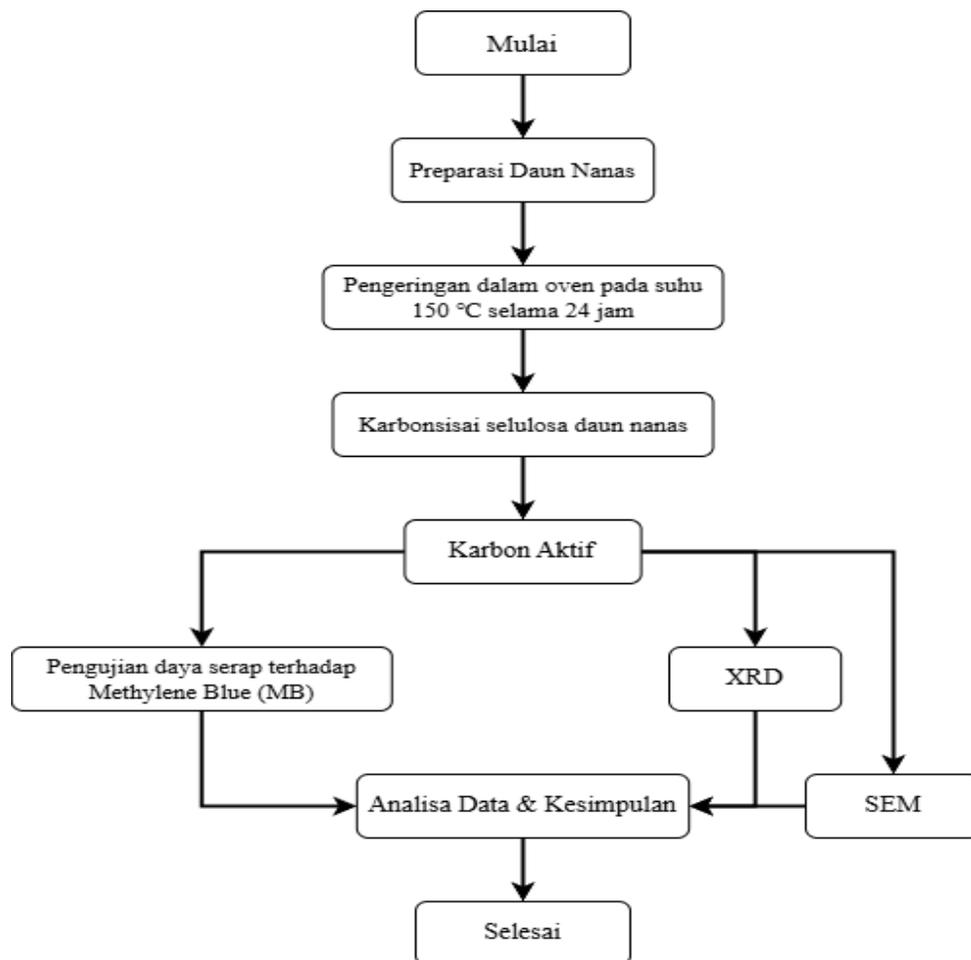
Bahan yang digunakan dalam eksperimen adalah sebagai berikut :

Tabel 3.2 Bahan Penelitian

No	Nama Bahan	Fungsi
1	Daun Nanas	Sebagai adsorben
2	NaCl	Sebagai aktivator, meningkatkan situs atau pori-pori aktif karbon
3	H ₂ O (aquades)	Sebagai <i>cleanser</i> mengurangi kadar <i>ash</i> dan abu pada karbon aktif

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini mencakup sejarah penemuan, sintesis bahan, teknik fabrikasi, teknik deposisi, karakterisasi, hingga perkembangan penelitian dari waktu ke waktu untuk mengidentifikasi kebaruan dan menentukan pendekatan yang efektif dalam eksperimen. Sementara itu, metode eksperimen diterapkan untuk memverifikasi temuan dari kajian pustaka sesuai dengan tujuan penelitian. Proses penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, meliputi tahapan preparasi ekstrak daun nanas, proses dehidrasi, proses karbonisasi, pembuatan karbon aktif, pengujian daya serap karbon aktif daun nanas terhadap Methylene Blue dan karakterisasi XRD dan SEM. Alur penelitian ini ditampilkan di bagan alir pada Gambar 3.1



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian Adsorben Daun Nanas

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel Daun Nanas

Pada proses ini daun nanas yang akan digunakan dipilih dari tanaman yang sehat dan bebas dari hama atau penyakit. Kemudian daun nanas dicuci menggunakan air bersih yang mengalir untuk menghilangkan kotoran seperti debu, tanah, dan sisa-sisa organisme lain. Proses ini penting untuk mencegah kontaminasi selama preparasi. Daun yang sudah bersih dipotong menjadi bagian-bagian yang lebih kecil berukuran 2 s.d 5 (cm) Pemotongan awal ini bertujuan mempermudah proses pencacahan serta memastikan ukuran bahan lebih seragam. Selain itu, bagian pangkal daun yang keras dan ujung daun yang runcing dibuang untuk mengurangi risiko cedera serta mempermudah penanganan. Potongan daun yang sudah siap disimpan dalam wadah tertutup dan bersih sebelum masuk ke tahap selanjutnya. Penyimpanan sementara ini dilakukan untuk menjaga kualitas bahan baku serta menghindari kontaminasi dari lingkungan sekitar. Proses preparasi ini dijelaskan dalam Gambar 3.2



(a)

Chopped Leaf

(b)

Daun nanas dengan massa (gr) setelah diukur dengan neraca

Gambar 3.2 Proses *chopping leaf* (a) Daun ditempatkan ke dalam wadah kaca atau cawan keramik (b) Massa daun nanas yang telah diukur dalam ketiga wadah gelas beaker

3.4.2 Proses Dehidrasi

Tahap selanjutnya adalah dehidrasi yang bertujuan untuk mengurangi kadar air dalam potongan daun nanas. Potongan daun nanas yang telah disiapkan sebelumnya disusun secara merata di atas wadah tahan panas dengan menggunakan cawan keramik atau gelas beaker dalam kondisi suhu yang masih memungkinkan dan tidak terlalu panas. Penyusunan dilakukan sedemikian rupa agar tidak terjadi tumpang tindih, sehingga proses pengeringan (*drying*) dapat merata di permukaan daun.

Gambar 3.3 menjelaskan proses dehidrasi. Daun nanas dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 150°C selama 24 jam. Menurut penelitian yang dilakukan Ramdja dan Handi (2008) perlakuan ini adalah perlakuan terbaik untuk menghilangkan persentase kadar air pada bahan baku biosorben yang digunakan. Pengeringan dapat memudahkan pembentukan karbon aktif menjadi lebih efektif, memudahkan penggerusan (deformasi) padatan bentuk daun nanas yang telah mengalami defisit persentase kadar air (Ramdja dkk., 2008).



(a)

Pengeringan daun nanas 24 jam



(b)

Hasil pengeringan daun nanas

Gambar 3.3 Proses Pengeringan 24 jam (a) Furnace yang telah stagnan *setting* dalam suhu optimal 150°C selama 24 jam (b) Hasil pengeringan atau *dried leaf*

3.4.3 Proses Karbonisasi

Karbonisasi dilakukan dengan memasukan sampel kedalam furnace pada suhu 350°C selama 60 menit hingga menjadi adsorben.. Daun nanas yang sudah melalui proses karbonisasi ini menunjukkan warna hitam pekat seperti pada Gambar 3.4 menandakan terbentuknya karbon setelah pemanasan dalam suhu 350°C selama 60 menit. Karbon yang terbentuk akan terlihat hitam legam setelah proses penggerusan, dalam tahap ini daun sudah berbentuk serbuk karbon (*carbon powder*).



(a)

Pembakaran 350°C 

(b)

Karbon sebelum digerus



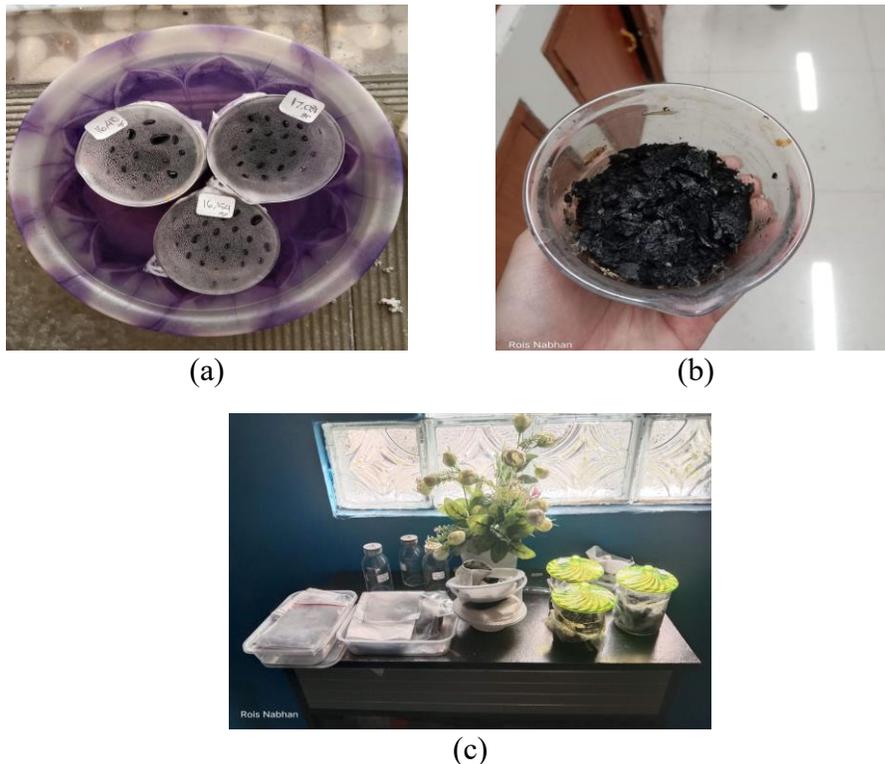
(c)

Karbon setelah digerus

Gambar 3.4 Proses pembuatan karbon (a) Pembakaran 350°C pada furnace (b) Hasil pembakaran sebelum digerus (c) Kondisi karbon setelah digerus

3.4.4 Pembuatan Karbon Aktif

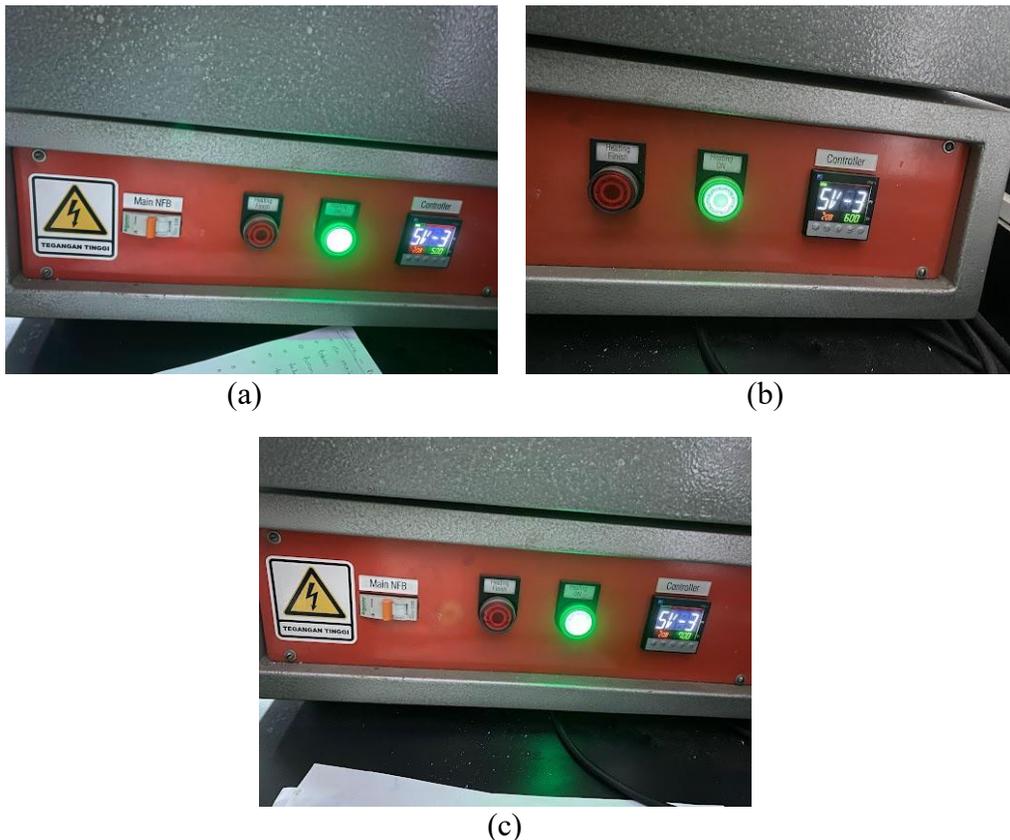
Perendaman berlangsung selama 3 hari dalam kondisi tertutup dan dibiarkan pada suhu ruang. Selama proses ini, ion natrium dari NaCl berinteraksi dengan struktur karbon, membantu memperbesar ukuran pori-pori dan meningkatkan ketersediaan situs aktif untuk adsorpsi. Setelah proses aktivasi selesai, karbon yang telah direndam diambil dan dicuci dengan air suling hingga pH larutan pencucian mendekati netral. Proses pencucian bertujuan untuk menghilangkan sisa-sisa larutan NaCl yang masih menempel pada permukaan karbon. Penyaringan karbon menggunakan kertas filter V60 ukuran 100-200 mesh.



Gambar 3.5 Tahap perendaman larutan garam (a) aktivasi karbon dengan kadar garam 3 : 1 dengan air (b) Pengeringan karbon aktif dengan suhu 120°C dalam waktu 24 jam (c) Garam direndam selama 3 hari dalam larutan NaCl

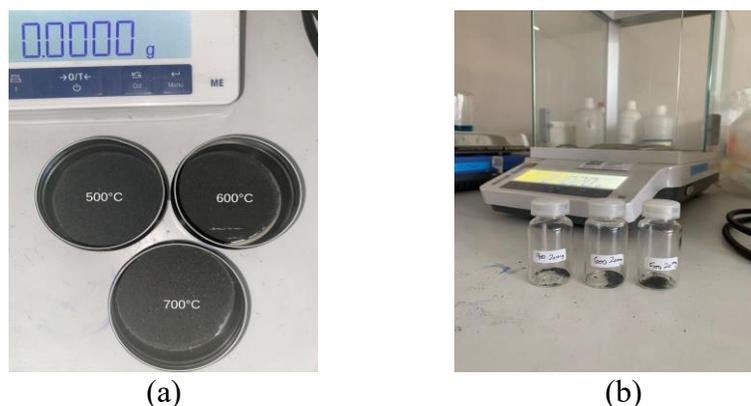
Tahap selanjutnya adalah proses pengeringan karbon dari sisa-sisa rendaman pada proses sebelumnya. Tahap ini dilakukan untuk mengurangi kadar abu dan garam yang terbentuk dan mengerak di permukaan karbon selama proses

karbonisasi. Karbon yang sudah dikeringkan dimasukkan ke dalam furnace dan dipanaskan pada suhu 120°C selama 24 jam. Pada tahap ini, senyawa anorganik yang tersisa akan terdekomposisi dan terlepas dalam bentuk gas, sehingga menghasilkan karbon yang lebih murni, seperti pada gambar 3.5. Karbon kemudian dipanaskan kembali di dalam furnace pada suhu yang bervariasi, yaitu 500°C , 600°C , dan 700°C dalam kondisi terisolasi minim *inflow* udara. Masing-masing variasi suhu pada fase ini akan ditahan selama 1 jam, variasi suhu ini diterapkan untuk sampel adsorben yang berguna membandingkan hasil aktivasi dan mencari suhu optimal. Menghasilkan karbon aktif dengan luas permukaan dan jumlah pori-pori tertinggi yang telah teraktivasi.



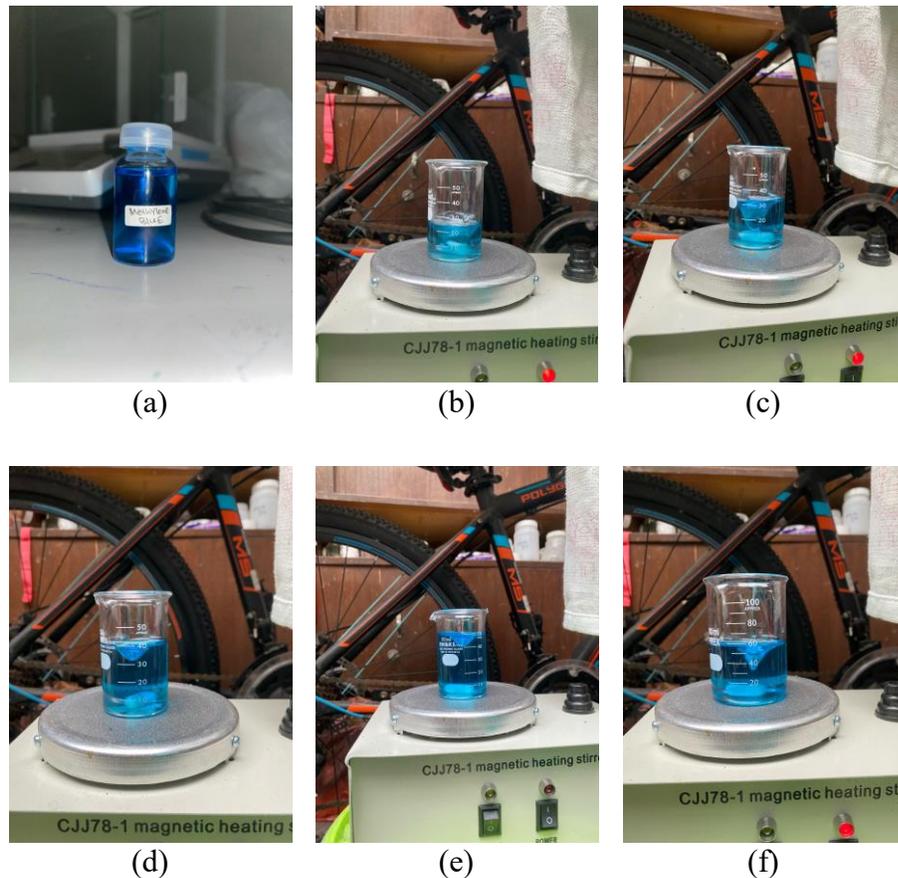
Gambar 3.6 Variasi kalsinasi (a) Pembakaran karbon aktif suhu 500°C (b) Pembakaran karbon aktif suhu 600°C (c) Pembakaran karbon aktif suhu 700°C

Karbon aktif yang dihasilkan dari tahap kalsinasi kemudian diproses lebih lanjut melalui metode *stirring*. Proses ini bertujuan untuk menguji kemampuan karbon aktif dalam menyerap zat warna, dalam hal ini menggunakan larutan Methylene Blue (MB) sebagai indikator. Karbon aktif dari masing-masing sampel terlebih dahulu ditimbang sebanyak 20 mg menggunakan neraca analitik. Selanjutnya, larutan Methylene Blue disiapkan dalam beberapa variasi volume, yaitu 20 mL, 30 mL, 40 mL, 50 mL, dan 60 mL.



Gambar 3.7 Preparasi *Stirring* karbon (a) Karbon aktif dengan variasi suhu (b) Karbon aktif ditimbang masing-masing suhu sebanyak 20 mg

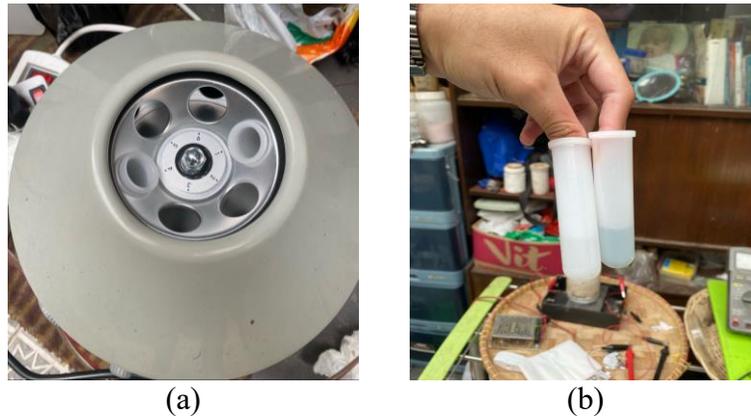
Gambar 3.8 Menunjukkan proses *stirring* dengan menggunakan alat pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*). Setiap campuran diaduk dengan kecepatan 150 rpm untuk memastikan interaksi maksimal antara karbon aktif dan larutan Methylene Blue. Selama proses ini, ion-ion Methylene Blue mulai berikatan dengan situs aktif atau pori-pori pada permukaan karbon, dan larutan secara bertahap mengalami perubahan warna yang menandakan penurunan konsentrasi zat warna akibat proses adsorpsi seperti pada Gambar 3.8 berikut.



Gambar 3.8 Proses *stirring* MB dengan Biosorben (a) Methylene Blue dengan konsentrasi awal 20 ppm (b) MB *stirring* 20 mL (c) MB *stirring* 30 mL (d) MB *stirring* 40 mL (e) MB *stirring* 50 mL (f) MB *stirring* 60 mL

Setelah proses *stirring* selesai, campuran karbon aktif dan larutan Methylene Blue dari masing-masing variasi suhu kalsinasi (500°C, 600°C, dan 700°C) serta volume larutan yang berbeda (20 mL, 30 mL, 40 mL, 50 mL, dan 60 mL) dimasukkan ke dalam tabung centrifuge dengan menggunakan pipet seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.9 Centrifuge dijalankan pada kecepatan 1000 rpm selama 15 menit yang dibagi selama 5 fase untuk dicatat (*record*) perubahan warnanya dan perubahan resistansinya menggunakan multimeter (ΔR). Selama proses ini, gaya sentrifugal mendorong partikel karbon aktif yang memiliki massa lebih besar ke dasar tabung, membentuk endapan yang terpisah dari cairan yang ada di atasnya. Sementara itu, adsorbat dalam fase waktu yang ditentukan akan

perlahan terserap oleh biosorben yang telah dimasukan kedalam beaker sebelumnya. Larutan akan mengalami perubahan warna hingga mendekati jernih dalam 5 fase waktu percobaan yang ditentukan selama 75 menit.



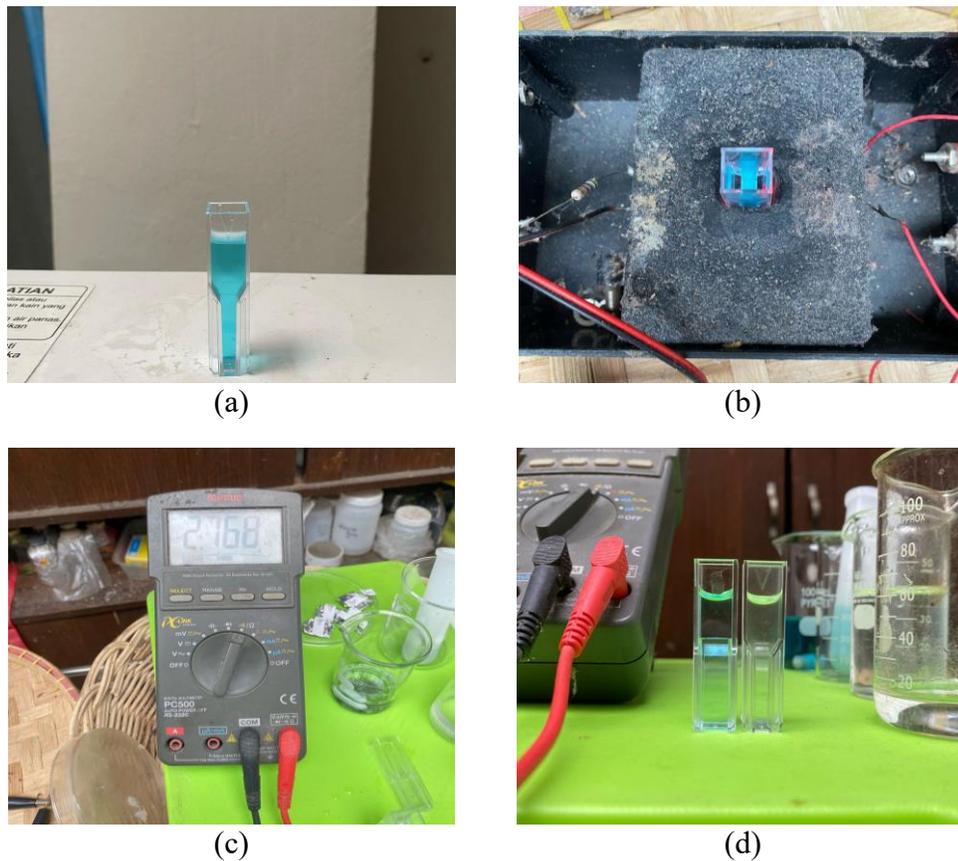
Gambar 3.9 Methylene Blue pada proses centrifuge (a) MB *spinning* pada mesin centrifuge (b) Centrifuge Tube MB dan air (aquades) sebagai penyeimbang

3.4.5 Karakterisasi UV-Vis

Penurunan konsentrasi larutan Methylene Blue (MB) setelah diserap oleh karbon aktif diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengukuran ini dilakukan pada rentang panjang gelombang 650-700 nm (spektrum sinar merah). Hasil yang diperoleh dari karakterisasi ini berupa ΔR (selisih resistansi) antara R_{air} dan R_{MB} dalam rentang fase tertentu akan mengalami perubahan yang signifikan mendekati angka nol k Ω atau mendekati kejernihan air. Resistansi air dan Resistansi Methylene Blue diukur menggunakan multimeter hingga menghasilkan kondisi awal selisih resistansi (ΔR) sebelum *stirring* dilakukan menjadi stagnan, dengan nilai ohmik $\Delta R = 1,409$ k Ω .

Larutan Methylene Blue setelah mengalami 5 fase *stirring* mengalami perubahan Resistansi yang signifikan dengan kondisi awal sebelum ditambahkan dengan biosorben 20 mg. Resistansi akan diukur berkala dengan menggunakan probe yang terpasang pada multimeter. Probe tersebut digunakan untuk mengukur kedua resistansi yang ada di dalam kedua kuvet secara berkala agar terhindar dari

kesalahan yang tidak terukur secara presisi. Selama pengukuran proses *stirring* berlangsung ΔR akan mengalami perubahan angka atau dapat dikatakan tidak stagnan dengan Resistansi Methylene blue yang awal. Larutan mengalami penurunan resistensi akibat mengalami proses adsorpsi oleh biosorben (20 mg) selama 75 menit. Pengambilan larutan Methylene Blue selalu dilakukan dengan pipet 20 mL, baik dalam proses karakterisasi UV-Vis ataupun pada tahap centrifuge sebelumnya. Fase ini diperlihatkan pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Karakterisasi UV-Vis (a) MB dalam kuvet UV-Vis (b) Pengukuran absorbansi dengan UV-Vis manual (c) Multimeter menunjukkan angka Resistansi (Ω) (d) Perbandingan kejernihan larutan Methylene Blue setelah melalui tahap *stirrer* dengan air (aquadest)

3.4.6 Karakterisasi XRD

Pengambilan data pada tahap ini dilakukan untuk menentukan kristalinitas yang terbentuk pada biosorben. Pada penelitian ini biosorben yang digunakan berbahan dasar *organic compounds* daun nanas yang telah meliputi berbagai proses hingga terbentuk menjadi karbon yang telah aktif (adsorben). Karakterisasi dilakukan dengan menggunakan alat Bruker Advanced D8 dengan eksitasi Cu-K α di Greenlabs, Bandung. Pola difraksi dan data yang didapatkan selanjutnya diolah menggunakan perangkat lunak Match!. Hasil pengolahan data tersebut diperoleh fase kristal dan jumlah persentase fasa yang terbentuk.

Data yang digunakan pada analisis merupakan hasil karakterisasi menggunakan XRD dan SEM. Hasil karakterisasi menggunakan data sudut (2θ) dan intensitas diolah menggunakan software Match! untuk memperoleh persentase fase kristal Biosorben Daun Nanas. Menggunakan metode Scherrer pada Persamaan 3.1 data puncak dan FWHM dapat digunakan untuk menentukan ukuran bulir (Patterson, 1939).

$$D = K \frac{\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3.1)$$

dimana $\lambda = 0,154056 \text{ nm}$, β adalah lebar pada ketinggian setengah maksimum (FWHM), $K = 0,9$ yang merupakan faktor bentuk tanpa dimensi dari partikel bola, dan D adalah perkiraan ukuran bulir. Secara teknis, analisis X-ray Diffraction (XRD) pada adsorben yang ideal (dihasilkan pada suhu 400-700 °C) akan menunjukkan puncak yang sangat lebar dan landai, yang merupakan ciri khas dari struktur amorf.

3.4.7 Karakterisasi SEM

Sedangkan hasil karakterisasi menggunakan SEM adalah citra atau gambar morfologi permukaan lapisan tipis biosorben. Data tersebut diolah untuk menentukan homogenitas ukuran bulir yang terbentuk dengan mengontraskan gambar, kemudian mengukur ukuran butir tersebut menggunakan skala SEM dengan bantuan perangkat lunak ImageJ. Interpretasi data yang dilakukan dengan cara menghubungkan ukuran bulir yang diperoleh dari metode Scherrer dan citra SEM. Kemudian, dikaitkan dengan hasil kajian pustaka dan penelitian sebelumnya. Karakterisasi ini dilakukan di Politeknik Manufacturing Bandung dengan menggunakan SEM Hitachi™ SU-3500.

3.5 Analisis Data

3.5.1 Analisis Pengaruh Suhu Pirolisis Terhadap Kapasitas Adsorpsi dan Efisiensi Penyisihan (%)

Suhu pirolisis secara tidak langsung menentukan efisiensi penyisihan (%R) dengan cara memodifikasi karakteristik fisik fundamental adsorben. Secara konseptual, suhu kalsinasi yang optimal (misalnya 500-700 °C untuk biomassa) memaksimalkan luas permukaan spesifik dan volume pori, yang menyediakan lebih banyak situs aktif untuk menangkap molekul polutan. Peningkatan jumlah situs aktif ini memungkinkan adsorben untuk menurunkan konsentrasi akhir polutan (C_e) secara lebih efektif dalam larutan. Efisiensi penyisihan, yang mengukur persentase polutan yang dihilangkan, dihitung menggunakan rumus:

$$Q_e = \frac{(C_o - C_e)}{m} \times V \quad (3.2)$$

$$EP(\%) = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100\% \quad (3.3)$$

Konsentrasi awal (C_o) dan Konsentrasi akhir (C_e) pada (Pers. 3.3). Dengan demikian, adsorben yang dikalsinasi pada suhu optimal akan menghasilkan nilai C_e lebih rendah, secara langsung meningkatkan %EP (Vilches dkk., 2015).

Sementara efisiensi penyisihan pada (Pers. 3.2) bergantung pada kondisi eksperimental, kapasitas adsorpsi pada kesetimbangan (Q_e) adalah ukuran intrinsik yang menunjukkan massa kontaminan yang dapat diserap per unit massa adsorben. Karakteristik fisik unggul yang dihasilkan dari kalsinasi/pirolisis optimal, dengan luas permukaan yang tinggi dan struktur pori yang ideal secara langsung meningkatkan nilai Q_e material tersebut. Kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi berarti setiap gram adsorben mampu menampung lebih banyak polutan, yang merupakan penyebab mendasar dari efisiensi penyisihan yang tinggi.

3.5.2 Analisis Pengaruh Suhu Pirolisis terhadap Kristalinitas dan Morfologi

Pada adsorben, suhu pirolisis (karbonisasi) mengubah kristalinitas material dari struktur semi-kristalin biomassa menjadi karbon yang sangat tidak teratur. Biomassa mentah memiliki selulosa yang bersifat kristalin, namun setelah dipanaskan, struktur ini hancur dan membentuk kerangka karbon amorf. Secara teknis, analisis X-ray Diffraction (XRD) pada adsorben yang ideal (dihasilkan pada suhu 400-700 °C) akan menunjukkan puncak yang sangat lebar dan landai, yang merupakan ciri khas dari struktur amorf yang sangat porus. Namun, pada suhu yang sangat tinggi (>800 °C), dapat terjadi proses grafitisasi, di mana atom karbon mulai menyusun diri menjadi domain-domain kecil mirip grafit yang lebih teratur. Ukuran domain ini dapat dianalisis dengan Persamaan Scherrer yang telah disinggung pada (Pers. 3.1). Pengolahan data menggunakan aplikasi Match! dengan mencari *matched peak* yang terdapat (%) Karbon “C” (Singh dkk., 2016).

Morfologi permukaan adsorben, yang diamati melalui Scanning Electron Microscopy (SEM), secara langsung diturunkan dari struktur seluler tanaman asalnya. Pada suhu pirolisis optimal, proses ini secara efektif menghilangkan senyawa volatil dengan mempertahankan kerangka seluler tersebut, Morfologi ideal menyediakan luas permukaan yang sangat tinggi. Pengolahan data ukuran pori menggunakan interpretasi gambar pada aplikasi imageJ dengan menggunakan indikator skala gambar (μm) yang terdapat pada hasil SEM tersebut.