

III. METODELOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik-Fisik Universitas Lampung. Analisis XRD di Universitas Islam Negeri Jakarta Syarif Hidayatullah, analisis FTIR dan SEM dilakukan di Universitas Gajah Mada. Analisis UV-Vis akan dilakukan di laboratorium Instrumentasi Kimia Analitik FMIPA Universitas Lampung. Penelitian ini dilakukan dari bulan September 2015 sampai dengan bulan Desember 2015.

B. Alat dan Bahan

Alat-alat yang akan digunakan pada penelitian UV-Vis, XRD, SEM, FTIR, *freeze drying*, *furnace*, oven, lampu UV, desikator, *hot plate*, *magnetic stirrer*, neraca analitik dan peralatan gelas laboratorium.

Adapun bahan-bahan yang akan digunakan pada penelitian ini adalah feri nitrat $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), nikel nitrat $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), tembaga nitrat $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (Merck, 99%), pektin, amonia, metanil *yellow* dan akuades.

C. Prosedur Kerja

Penelitian ini akan berlangsung dalam beberapa tahap yaitu pembuatan katalis dan karakterisasi katalis, serta uji aktivitas fotodegradasi.

1. Pembuatan Nanokatalis

Untuk pembuatan nanokatalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan dengan cara melarutkan 8 g pektin dalam 400 mL aquades. Larutan kemudian diaduk menggunakan magnetik stirer pada suhu kamar sampai diperoleh larutan yang homogen.

Kemudian larutan pektin di tambahkan amonia sebanyak 15 mL untuk memudahkan pengikatan logam. Kemudian ditambahkan secara bersamaan dan perlahan nikel nitrat 1,2214 g dalam 80 mL, tembaga nitrat 1,0146 g dalam 120 mL dan larutan fero nitrat 6,7863 g dalam 400 mL lalu diaduk menggunakan *magnetik stirrer* selama 2 jam sampai diperoleh larutan yang homogen.

Selanjutnya campuran dipanaskan menggunakan *hot plate magnetic stirrer* pada suhu 80-100°C sampai terbentuk gel $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$. Setelah itu, prekursor $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dikalsinasi pada suhu 600°C selama 4 jam. Perlakuan yang sama juga dilakukan untuk sintesis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dengan suhu kalsinasi 800°C.

2. Karakterisasi Katalis

a. Analisis Keasaman Katalis

Untuk menentukan sifat keasaman katalis dalam penelitian ini dilakukan dengan metode gravimetri dan FTIR. Penentuan sifat keasaman katalis dengan menggunakan metode gravimetri dilakukan dengan cara, mula-mula wadah kosong ditimbang kemudian diisi dengan 0,25 gram serbuk cuplikan

dan dimasukkan ke dalam desikator yang berisi piridin yang telah divakumkan. Selanjutnya, bahan katalis dimasukkan ke dalam desikator tersebut. Kemudian desikator ditutup rapat dan didiamkan selama 24 jam. Setelah itu, wadah yang berisi cuplikan bahan katalis dikeluarkan dan didiamkan di tempat terbuka selama 2 jam, agar basa yang terikat secara adsorpsi fisika terlepas kembali. Kemudian wadah ditimbang kembali, penambahan berat bahan katalis merupakan banyaknya basa yang teradsorpsi pada bahan katalis.

Selanjutnya, penentuan situs asam Brønsted-Lowry dan situs asam Lewis dari bahan katalis, dilakukan dengan cara bahan katalis hasil uji keasaman secara gravimetri dianalisis dengan menggunakan FTIR. Sampel katalis dicampur dengan KBr, dengan perbandingan 1:50 atau 1:100. Kemudian sampel yang sudah dicampur dengan KBr dibentuk menjadi pelet. Lalu sampel diukur dengan menggunakan FTIR.

b. Analisis Struktur Katalis dengan XRD

Analisis struktur katalis dilakukan menggunakan instrumentasi XRD. Prosedur analisis ini disesuaikan dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Maiti *et al.* (1973). Analisis dilakukan menggunakan radiasi CuK_α (1,5410 Å), tabung sinar-X dioperasikan pada 40 kV dan 200 mA. Rentang difraksi yang diukur (2θ) dalam rentang $10 - 80^\circ$, dengan *scan step size* 0,02^o/menit. Puncak-puncak yang terdapat pada difraktogram kemudian diidentifikasi menggunakan metode *Search Match* dengan standar *file data* yang terdapat dalam program *Crystalimpact* MACTH! dengan *database Crystallography*

Open Database (COD) 20150107 yang mengacu pada International Center For Diffraction Data (ICDD) (Putz et al., 2001).

c. Analisis Morfologi dan Ukuran Partikel dengan SEM

Analisis morfologi permukaan katalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan menggunakan SEM. 0,1 g sampel katalis yang akan dianalisis ditempatkan pada wadah sampel yang mengandung *sticking tape* tembaga, kemudian sampel dilapisi lapisan tipis emas atau bahan yang bersifat konduktor lainnya. Kemudian sampel tersebut diberikan berkas elektron. Berkas elektron akan dipantulkan oleh sampel untuk kemudian ditangkap detektor membentuk foto (Hanke, 2001).

3. Uji Aktivitas Fotokatalitik

a. Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini menggunakan nanokatalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sebanyak 0,1 g dan metanil *yellow* 10 ppm.

b. Reaksi Fotokatalitik

Uji aktifitas fotokatalitik pada nanokatalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dilakukan terhadap senyawa metanil *yellow* dengan mencampurkan sebanyak 0,1 g nanokatalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ke dalam 150 mL metanil *yellow* dengan konsentrasi 10 ppm ke dalam gelas kimia, kemudian dihomogenkan. Setelah itu campuran disinari oleh lampu UV dengan jarak 30 cm selama 10 menit kemudian dipipet sebanyak 25 mL. Dilakukan hal yang sama dengan berbagai variasi

waktu yaitu 0; 20; 40; 60; 80 dan 100 menit. Setelah itu disentrifuga untuk memisahkan sisa katalis yang tidak dapat disaring dengan larutan hasil degradasi. Kemudian di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari metanil *yellow*.

Kemudian pada reaksi fotokatalitik untuk sinar matahari, sebanyak 0,1 g nanokatalis $\text{Ni}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ dimasukkan kedalam 150 mL metanil *yellow* 10 ppm dalam gelas kimia. Kemudian dihomogenkan, setelah itu campuran tersebut diletakkan dibawah sinar matahari selama 10 menit pada rentang waktu pukul 11.00 WIB – 14.00 WIB, selanjutnya dipipet sebanyak 25 mL. Dilakukan hal yang sama dengan berbagai variasi waktu yaitu 0; 20; 40; 60; 80 dan 100 menit. Setelah itu disentrifuga untuk memisahkan sisa katalis yang tidak dapat disaring dengan larutan hasil fotodegradasi. Kemudian di uji dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat laju absorbansi dari metanil *yellow*.

4. Analisis dengan Spektrofotometri UV-Vis

a. Kalibrasi Alat Spektrofotometer UV-Vis

Alat spektrofotometer dinyalakan selama ± 15 menit untuk menstabilkan sumber cahaya dan fotodetektor. Lalu siapkan larutan blanko (aquades), masukkan ke dalam kuvet yang telah dibersihkan sebelumnya dengan menggunakan *tissue*. Pilih menu aplikasi *wavelength scan*. Kemudian kalibrasi dengan menggunakan larutan blanko (minimal 2 kali dengan menekan tombol *autozero*). *Setting* nilai absorbansi = 0, *setting* nilai

transmitansi = 100 % (artinya larutan tidak mengabsorpsi cahaya yang diberikan).

b. Pembuatan Larutan Standar

Membuat larutan standar metanil *yellow* dengan konsentrasi 2; 4; 6; 8; 10 ppm.

c. Menentukan Panjang Gelombang Maximum (λ maks) serta Konsentrasi Kuning Metanil Terdegradasi

Pertama di tentukan *range* panjang gelombang yang akan digunakan (untuk sampel yang berwarna, gunakan rentang panjang gelombang 350 – 800 nm). Masukkan masing-masing larutan standar ke dalam kuvet yang kering dan bersih, kemudian dilakukan *scanning* panjang gelombang maksimum untuk sampel metanil *yellow* hingga dihasilkan nilai panjang gelombang maksimum (Panjang gelombang yang menghasilkan absorbansi paling besar atau paling tinggi disebut λ maks) dan membuat grafik hubungan antara nilai absorbansi sebagai fungsi panjang gelombang. Selanjutnya mengukur absorbansi terdegradasi yang akan ditentukan konsentrasinya, lalu setelah di dapatkan absorbansinya, nilai absorbansinya dimasukkan pada grafik standar yang telah di buat sebelumnya. Sehingga konsentrasi terdegradasi dapat di hitung dengan Hukum Lambert-Beer.