

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 4 bulan yaitu pada bulan Februari hingga Mei 2014, bertempat di Laboratorium Biomassa Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Lampung. Karakterisasi adsorben menggunakan XRD dilakukan di Batan, SEM-EDS dan BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) dilakukan di Institut Teknologi Bandung, Bandung. Analisis uji adsorpsi menggunakan Spektrofotometer UV-VIS di Universitas Lampung, Lampung.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDS) JEOL-JSM-6510LV, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) NOVA-1000 versi 2.2, perangkat elektrokimia, penangas, *magnetic stirrer*, oven, alat vakum, dan peralatan gelas.

2. Bahan-bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : sekam padi, elektroda aluminium, larutan NaOH 1,5%, larutan HNO₃ 10%, akuades, zat warna Rhodamin B.

C. Prosedur penelitian

1. Preparasi Sekam Padi

Langkah awal dalam penelitian ini adalah preparasi sampel sekam padi. Sebanyak 100 gram sekam padi direndam dalam air panas selama 2 jam untuk mengekstrak bahan organik larut air yang merupakan bahan pengotor dalam proses ekstraksi silika. Sekam padi kemudian disaring dan dicuci lagi secara berulang dengan cara disiram dengan air panas untuk menghilangkan pengotor bahan organik larut air yang masih diperkirakan menempel pada permukaan sekam padi. Kemudian, sekam padi yang telah bebas dari pengotor dikeringanginkan dan selanjutnya sekam padi siap digunakan untuk ekstraksi silika.

2. Ekstraksi Silika dengan Metode Presipitasi

Metode ekstraksi silika dalam penelitian ini mengadopsi metode ekstraksi yang telah digunakan sebelumnya oleh Daifullah *et al.* (2004) dan Pandiangan dkk., (2008). Sebanyak 50 gram sekam padi yang telah bebas dari pengotor bahan organik larut air direndam dalam 500 mL larutan NaOH dengan konsentrasi 1,5%

kemudian dipanaskan sampai mendidih selama 30 menit. Selanjutnya, sampel disaring dan filtrat yang mengandung silika terlarut ditampung. Untuk mengendapkan silika, filtrat kemudian ditambahkan larutan asam HNO_3 10% secara bertahap hingga terbentuk endapan silika dalam bentuk gel dan pH pengendapan silika mencapai 7,0. Gel silika kemudian didiamkan (dituakan) selama 24 jam pada suhu kamar. Selanjutnya gel silika disaring dan dicuci dengan akuades panas di dalam pompa vakum hingga air cucian bersifat netral. Silika yang diperoleh kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam dan dihaluskan.

3. Pembuatan Sol Silika Sekam Padi

Sebanyak 20 gram silika sekam padi hasil ekstraksi dimasukkan ke dalam 600 mL larutan NaOH 1,5 % kemudian dipanaskan sambil diaduk menggunakan *hotplate stirrer* hingga larut.

4. Pembuatan Zeolit dengan Metode Elektrolisis

Sebanyak 600 mL sol silika yang telah dibuat, dimasukkan ke dalam tabung elektrolisis untuk dielektrolisis dengan menggunakan aluminium sebagai elektroda. Ditambahkan akuades sampai batas tabung elektrolisis ($\pm 1,4\text{ L}$) dan diatur pHnya dengan variasi 4, 5, 6, 8, dan 10. Kemudian larutan dielektrolisis dengan potensial 8 Volt dalam variasi waktu 15, 30, 45 dan 60 menit. Hasil elektrolisis disaring dan gel yang terbentuk selanjutnya dikeringkan pada suhu

110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan air. Zeolit yang diperoleh selanjutnya digerus hingga menjadi bubuk dan dikalsinasi pada suhu 300 °C.

5. Karakterisasi Adsorben

a. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Pada penelitian ini karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk menganalisis struktur kristalografi sampel Zeolit, apakah sampel bersifat amorf atau kristalin. Sumber sinar radiasi menggunakan K_{α} dari Cu. Langkah-langkah yang dilakukan dalam analisis menggunakan XRD adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada kaca, kemudian dipasang pada tempatnya yang berupa lempeng tipis berbentuk persegi panjang (sampel *holder*) dengan bantuan malam (lilin perekat).
2. Sampel yang disimpan dipasang pada sampel *holder* kemudian dilekatkan pada sampel *stand* dibagian goniometer.
3. Parameter pengukuran dimasukkan pada *software* pengukuran melalui komputer pengontrol, yaitu meliputi penentuan *scan mode*, penentuan rentang sudut, kecepatan scan cuplikan, memberi nama cuplikan dan memberi nomor urut file data.
4. Alat difraktometer dioperasikan dengan perintah “*Start*” pada menu komputer, dimana sinar-X akan meradiasi sampel yang terpancar dari target Cu dengan panjang gelombang 1,5406 Å.

5. Hasil difraksi dapat dilihat pada komputer dan intensitas difraksi pada sudut 2θ tertentu dapat dicetak oleh mesin printer.
6. Sampel dari sampel holder diambil setelah pengukuran cuplikan selesai.

b. Karakterisasi dengan SEM/EDS

Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi permukaan sampel dan ukuran partikel. Analisis menggunakan SEM ini dilakukan pada semua sampel Zeolit yang dihasilkan. Adapun langkah-langkah dalam uji SEM ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang akan dianalisis disiapkan dan direkatkan pada spesimen holder (*Dolite, double sticy tape*).
2. Sampel yang telah dipasang pada holder kemudian dibersihkan dengan *Hand Blower*.
3. Sampel dimasukkan dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis yang berupa *gold-poladium* selama 4 menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400 Å.
4. Sampel dimasukkan ke dalam *Specimen Chamber*.
5. Pengamatan dan pengambilan gambar pada layer SEM dengan mengatur pembesaran yang diinginkan.
6. Penentuan spot untuk analisis pada layer SEM.
7. Pemotretan gambar SEM.

c. Karakterisasi dengan BET

Analisis BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik, volume total pori, dan rata-rata jari-jari pori sampel adsorben yang digunakan. Karakterisasi ini dilakukan dengan langkah kerja sebagai berikut:

1. Tombol pemilih adsorbat dipastikan pada arah tank.
2. Gas nitrogen dari tabung dialirkan dengan memutar (berlawanan arah jarum jam) kran tabung gas.
3. Listrik dihidupkan dengan menghidupkan stabilizer.
4. Pompa vakum dihidupkan dengan menekan tombol merah pada magnetik kontaktor.
5. Power alat dihidupkan, kemudian ditunggu sampai muncul menu utama pada layar LCD.
6. Pengukuran yang diinginkan dilakukan dengan mengikuti menu program pada layar LCD.

6. Uji Aktivitas Adsorpsi Zeolit Terhadap Zat Warna Rhodamin B

Uji aktivitas adsorpsi zeolit terhadap zat warna Rhodamin B menggunakan metode *batch* seperti yang dilakukan Sari dan Widiastuti (2010). Meliputi :

a. Pembuatan Larutan Standar Rhodamin B

Pembuatan larutan standar Rhodamin B dilakukan dengan cara, Rhodamin B sebanyak 50 mg dilarutkan kedalam 1 L akuades, sebagai larutan induk. Dari

larutan ini selanjutnya dibuat larutan standar dengan konsentrasi 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm dengan metode pengenceran. Selanjutnya absorbansi larutan pada panjang gelombang 552 nm dan diplot terhadap konsentrasi untuk mendapatkan kurva standar.

b. Studi Adsorpsi

Rhodamin B dengan konsentrasi 50 ppm diambil sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL. Kemudian, zeolit sintetis yang dihasilkan dan silika masing-masing sebanyak 2 gram dimasukkan ke dalam larutan tersebut dan diaduk dengan kecepatan 400 rpm selama 1 jam. Campuran di *sentrifus* dan disaring. Hasil filtrat kemudian dianalisis dengan UV-VIS pada panjang gelombang 552 nm.

Dari semua sampel yang digunakan ditentukan adsorben yang memiliki aktivitas adsorpsi terbaik untuk dilakukan studi adsorpsi selanjutnya, meliputi (i) penentuan waktu setimbang, (ii) mempelajari variabel yang mempengaruhi kinerja adsorpsi yaitu konsentrasi awal adsorbat, (iii) penentuan kinetika adsorpsi dan (iv) penentuan isoterm adsorpsi.

1. Penentuan Waktu Setimbang

Percobaan ini dilakukan untuk menentukan pengaruh waktu terhadap jumlah zat warna yang mampu diserap sebagai dasar untuk menentukan waktu penyerapan yang paling optimal. Untuk maksud ini, disiapkan 5 sampel masing-masing sebanyak 2 gram dan Rhodamin B dengan konsentrasi 50 ppm kemudian diaduk

dengan kecepatan 400 rpm pada waktu yang berbeda yakni 15, 30, 45, 60, 75, 90, dan 120 menit. Selanjutnya, absorbansi filtrat pada panjang gelombang 552 nm dan diplotkan terhadap waktu untuk mendapatkan kurva adsorpsi. Dari percobaan ini akan diperoleh waktu adsorpsi yang optimum.

2. Pengaruh Konsentrasi Awal Rhodamin B

Untuk mempelajari apakah konsentrasi awal Rhodamin B mempengaruhi kapasitas adsorpsi, dalam penelitian ini akan dilakukan percobaan adsorpsi dengan waktu optimum yang didapatkan percobaan sebelumnya. Konsentrasi awal akan divariasikan yakni 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm, selanjutnya dilakukan seperti percobaan sebelumnya. Dari percobaan ini akan didapatkan konsentrasi awal Rhodamin B yang menghasilkan jumlah Rhodamin B yang mampu diadsorpsi secara maksimal.

3. Pengaruh pH

Percobaan ini dilakukan untuk menentukan pH yang paling tepat untuk adsorpsi Rhodamin B secara optimal. Untuk maksud ini 4 sampel Rhodamin B dengan konsentrasi paling ideal dari percobaan sebelumnya diatur pHnya hingga menjadi 4, 5, 6, 8, dan 10. Masing-masing sampel kemudian diadsorpsi dengan waktu adsorpsi optimal yang didapatkan sebelumnya. Absorbansi filtrat pada panjang gelombang 552 nm dan dihasilkan pH yang paling tepat untuk adsorpsi.

4. Isoterm Adsorpsi

Percobaan ini dilakukan untuk mengetahui tipe isoterm adsorpsi dari sampel adsorben yang digunakan. Untuk maksud ini dilakukan variasi berat adsorben yakni sebanyak 0,4; 0,6; 0,8; 1; 1,5; dan 2 gram. Masing-masing sampel diadsorpsi pada keadaan optimum yang didapatkan sebelumnya.

7. Pengolahan Data

a. Penentuan Kapasitas Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi zeolit dihitung dengan menggunakan persamaan berikut

$$q = \frac{(C_0 - C_e)V}{m} \quad (12)$$

Dalam persamaan di atas, C_0 adalah konsentrasi awal Rhodamin B (mg/L), C_e konsentrasi kesetimbangan Rhodamin B (mg/L), V adalah volume sampel (L), dan m adalah massa zeolit (g).

Dari penentuan ini, dihitung efisiensi penyisihan dengan menggunakan persamaan berikut

$$\text{Efisiensi Penghilangan (n \%)} = \frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \quad (13)$$

b. Kinetika Adsorpsi

Secara umum kinetika adsorpsi dapat dijelaskan dengan lima model yakni orde 1 semu, orde dua semu, Bangham, model difusi intra-partikel dan Elovich, namun adsorpsi zat warna sintetik diketahui umumnya mengikuti model orde dua semu.

Model ini, dapat dijelaskan sebagai berikut :

$$\frac{dq_t}{dt} = k_s (q_e - q_t)^2 \quad (14)$$

dimana k_s adalah konstanta laju model orde dua semu (dalam g/(mg min)).

Setelah integrasi dan penggunaan kondisi-kondisi batas $q_t=0$ pada $t=0$ dan $q_t=q_t$ pada $t=t$, persamaan linier dapat diperoleh sebagai berikut

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_s q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (15)$$

Laju penyerapan awal, h (mg/g min) sedangkan $t \rightarrow 0$ dapat didefinisikan sebagai berikut

$$h = k_s q_e^2 \quad (16)$$

Laju adsorpsi awal (h), kapasitas adsorpsi kesetimbangan (q_e) dan konstanta orde dua semu k_s dapat ditentukan secara eksperimen dari slope dan intersep plot dari t/q_t versus t .

c. Penentuan Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi terkarakterisasi oleh nilai konstanta tertentu yang menggambarkan karakteristik permukaan, afinitas dari adsorben dan kapasitas adsorpsi dari adsorben. Untuk menggambarkan kesetimbangan adsorpsi, persamaan isoterm yang bermacam-macam telah digunakan seperti Langmuir dan Freundlich.

Model isoterm adsorpsi Langmuir mengasumsikan bahwa penyerapan mengambil pada tempat spesifik yang homogen dalam adsorben dan distribusi yang seragam dari tempat adsorpsi energetik. Akibatnya, sekali molekul adsorbat menempati tempat, tidak ada lagi penyerapan yang dapat terjadi pada tempat tersebut. Oleh karena itu, model Langmuir digunakan untuk adsorpsi monolayer pada permukaan dengan jumlah terbatas pada tempat yang sama.

$$\frac{C_e}{q} = \frac{1}{Kq_{\max}} + \frac{1}{q_{\max}} C_e \quad (17)$$

q_{\max} (mg/L) dan K (L/mg) berturut-turut adalah kapasitas monolayer yang dicapai pada konsentrasi tinggi dan konstanta kesetimbangan. C_e adalah konsentrasi kesetimbangan dalam larutan (mg/L) dan q menunjukkan jumlah yang diserap pada kesetimbangan (mg/g).

Model Freundlich menganggap permukaan heterogen dengan distribusi panas adsorpsi yang tidak seragam pada permukaan. Parameter Freundlich ditentukan dengan rumus

$$\text{Log } q = \text{Log } K_f + \frac{1}{n} \text{Log } C_e \quad (18)$$

K_f dan $1/n$ berturut-turut menunjukkan faktor kapasitas Freundlich dan parameter intensitas Freundlich. C_e adalah konsentrasi kesetimbangan dalam larutan (mg/L) dan q menunjukkan jumlah yang diserap pada kesetimbangan (mg/g).