

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilaksanakan di laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Brawijaya Malang pada bulan Maret hingga bulan Juni 2017.

#### **3.2. Alat dan Bahan Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah pipet ukur, pipet volume, gelas kimia 250 mL, labu takar, corong gelas, pipet tetes, neraca analitik *Mettler PE 300*, ayakan 200 mesh, cawan porselen, mortar, penggerus, kertas saring, pH indikator, oven *fischer scientific isotemp* model 655 F, *motor rotary Thermo Scientific*, desikator, tanur *furnace 6000 Branstead Thermolyne, hot plate, magnetic stirrer*, spektrofotometer UV-Visible Genesys 10S, *syring pump* BYZ-810T, lampu UV merk *Sankyo Denki*  $\lambda=352$  nm, Spektrofotometer Infrared 8400S *Shimadzu*, dan XRD (*X-Ray diffraction*) Philips type X'Pert.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi dari Desa Mandirejo Kecamatan Merakurak, TiO<sub>2</sub>, aquades, kitosan, fenol, NaOH padatan, AgNO<sub>3</sub>, HCl (37% bj=1,19g/mL), dan asam asetat glasial (98%, bj=1,049).

#### **3.3. Tahapan Penelitian**

Tahap pelaksanaan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Preparasi Abu Sekam Padi
2. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi
3. Ekstraksi Silika Metode Sol Gel
4. Sintesis Fotokatalis granul TiO<sub>2</sub>/Silika-Kitosan
5. Karakterisasi Fotokatalis menggunakan FTIR dan XRD
6. Uji Fotodegradasi
7. Analisis Data

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Preparasi Abu Sekam Padi**

Sekam padi dibersihkan dari pengotornya secara fisik dan direndam selama 2 jam dengan air panas kemudian dibilas dengan air mengalir. Selanjutnya dijemur dengan paparan sinar matahari lalu dikeringkan pada 110°C selama 1 jam dalam oven. Setelah itu sekam kering diarangkan pada temperatur 300°C selama 0,5 jam lalu diabukan pada temperatur 700°C selama 6 jam dalam tanur. Selanjutnya abu dihaluskan lalu diayak menggunakan ayakan 200 mesh.

#### **3.4.2 Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi**

Abu sekam padi sebanyak 5 gram yang telah dikalsinasi dimasukkan dalam dalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan 30 mL HCl 1 M dan campuran tersebut diaduk selama 2 jam lalu disaring. Kemudian endapan yang diperoleh dicuci dengan aquades sampai pH larutan hasil pencucian sama dengan pH aquades. Endapan yang telah dicuci dikeringkan dalam oven lalu ditimbang hingga diperoleh massa konstan.

#### **3.4.3 Ekstraksi Silika Metode Sol Gel menghasilkan TiO<sub>2</sub>/Silika**

Abu sekam padi yang telah diekstrak menggunakan HCl ditimbang sebanyak 5 gram kemudian ditambahkan 60 mL NaOH 1 M. Langkah selanjutnya dididihkan selama 1 jam dengan temperatur 95°C dengan pengadukan. Kemudian larutan disaring, filtrat yang diperoleh merupakan larutan natrium silikat. Selanjutnya larutan ditambahkan HCl 1 M tetes demi tetes dengan pengadukan sampai pH 7 dan ditambahkan TiO<sub>2</sub> sebanyak 2,4; 2,8; 3,2; dan 3,6 g. Setelah itu didiamkan selama 24 jam. Gel yang terbentuk dicuci dengan aquades sampai pH filtrat sama dengan pH aquades lalu disaring menggunakan kertas saring. Setelah itu gel dikeringkan pada temperatur 80°C selama 12 jam. Langkah berikutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

### **3.4.4 Sintesis Fotokatalis granul TiO<sub>2</sub>/Silika-Kitosan**

Prosedur ini dibuat dengan cara 0,25 gram kitosan dilarutkan ke dalam 9 mL asam asetat 2% dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Setelah diaduk, suspensi ditambahkan TiO<sub>2</sub>-/Silika sebanyak 2,5 g kemudian dilakukan pengadukan kembali selama 30 menit. Granul dibuat dengan menggunakan *Syring Pump* BYZ-810T tetes demi tetes kedalam gelas kimia yang berisi NaOH 0,4 M.

### **3.4.5 Karakterisasi Fotokatalis**

#### **3.4.5.1 Karakterisasi Gugus Fungsional Menggunakan Spektrofotometer FT-IR**

Karakterisasi Spektrofotometer infra merah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional yang terdapat dalam fotokatalis. Identifikasi dilakukan pada bilangan gelombang 4000-500 cm<sup>-1</sup> dengan metode pellet KBr.

#### **3.4.5.2 Karakterisasi Menggunakan XRD**

Fotokatalis TiO<sub>2</sub> ditimbang sebanyak 1 gram kemudian dikarakterisasi dengan instrument XRD yang bertujuan untuk mengetahui keadaan amorf dan kristalin polimer, derajat kristalin dan struktur polimer. Data difraktogram sinar-X TiO<sub>2</sub> dibandingkan dengan data JCPDS (*Joint Commite on Powder Diffraction Standards*) untuk mengetahui struktur kristal dari mineral.

### **3.4.6 Uji Fotodegradasi**

#### **3.4.6.1 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum dengan Spektrofotometer UV-Visible**

Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan mengukur nilai absorbansi larutan fenol 3 mg/L dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada daerah panjang gelombang 240-350 nm. Panjang gelombang maksimum ditentukan dengan memilih panjang gelombang dari nilai absorbansi tertinggi.

### 3.4.6.2 Pembuatan Kurva Baku Fenol

Larutan fenol dengan konsentrasi 0, 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L dibuat dari larutan stock fenol 25 mg/L kemudian diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Kurva dibuat dengan menghubungkan konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y.

### 3.4.6.3 Uji Fotodegradasi Fenol

Gelas fotodegradasi masing-masing diisi 25 mL fenol 25 mg/L dan fotokatalis 0,1 g. Setelah itu dilakukan penyinaran dengan matahari selama 1,2,3,4, dan 5 jam (9.00-14:00 WIB). Selanjutnya diukur absorbansi setelah degradasi menggunakan spektrofotometer UV Vis. Hal yang sama dilakukan penyinaran dengan sinar UV selama 5 jam.

### 3.4.7 Analisa Data

Dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1 :

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_{awal} - C_{akhir}}{C_{awal}} \times 100\% \quad (3.1)$$

C awal ( $C_o$ ) merupakan konsentrasi fenol sebelum degradasi dan C akhir ( $C_t$ ) merupakan konsentrasi fenol setelah degradasi yang diperoleh dari nilai absorbansi pada Persamaan 3.2.

$$y = \alpha x \quad (3.2)$$

y merupakan nilai absorbansi,  $\alpha$  merupakan nilai slope, dan x ( $C_o/C_t$ ) adalah nilai konsentrasi yang dicari.