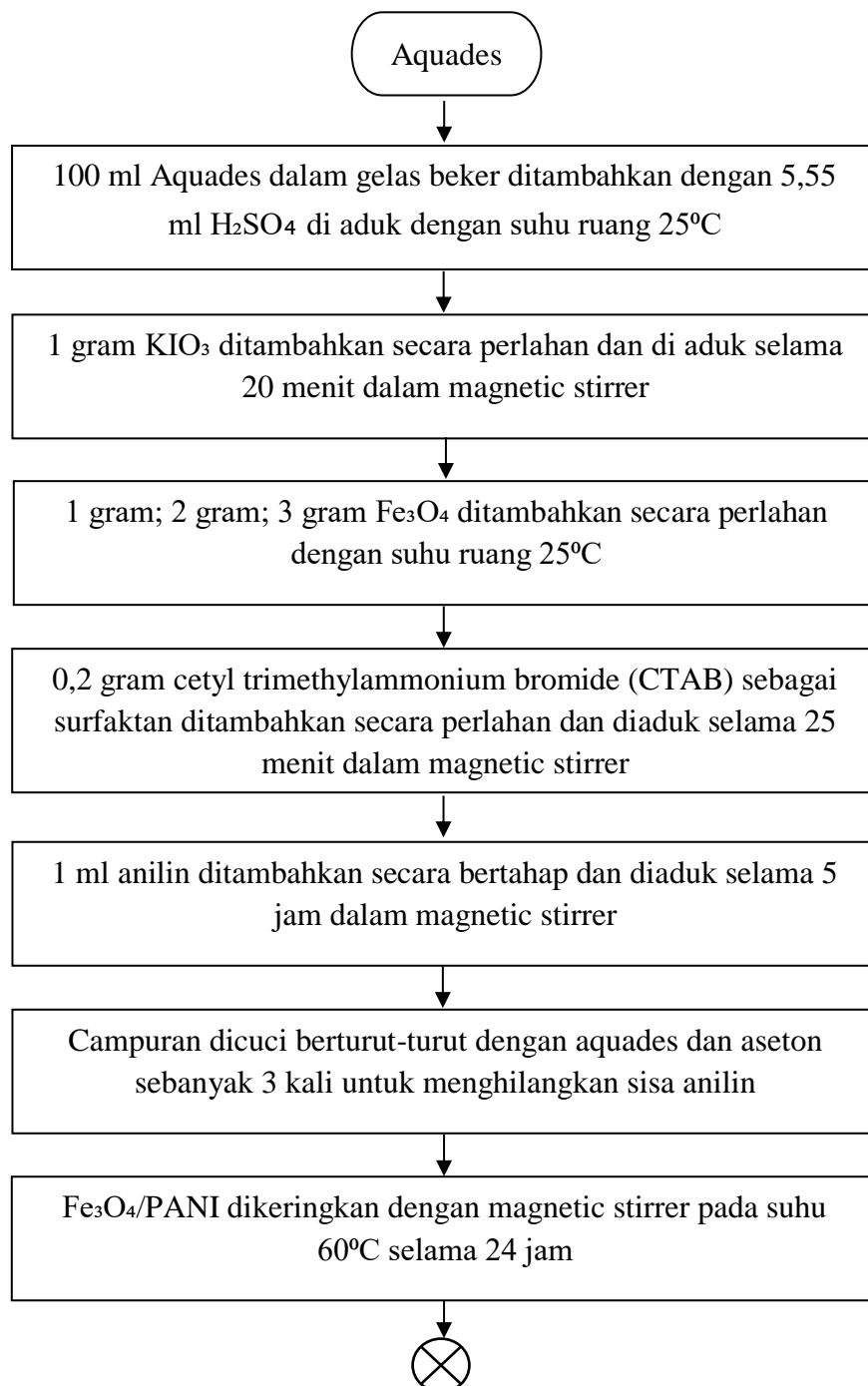


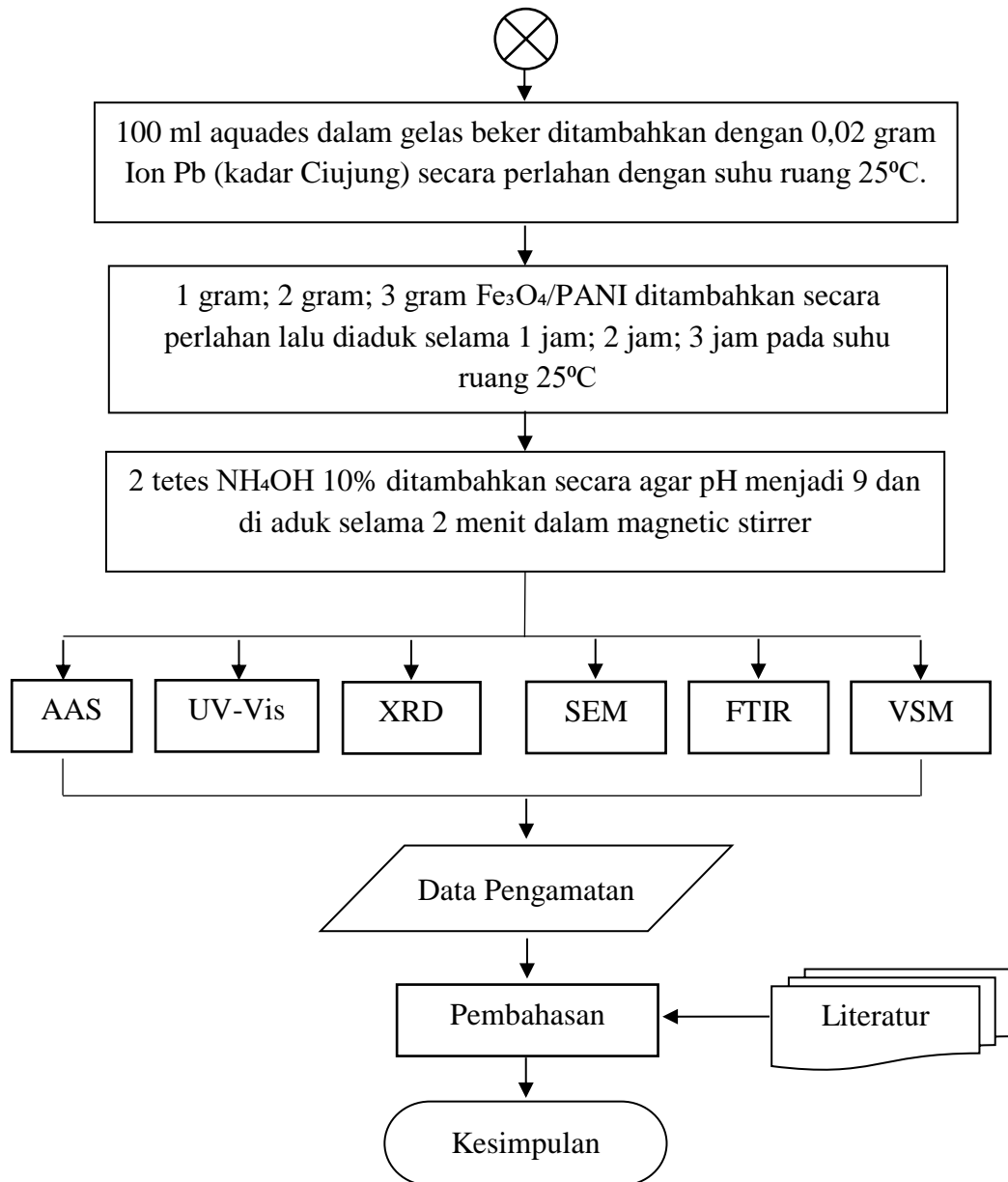
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Berikut ini merupakan diagram alir penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Percobaan

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah:

1. Gelas beker 250 ml; 500 ml; dan 1000 ml
2. Gelas ukur

3. Corong
4. Pipet tetes
5. Spatula
6. *Thermometer*
7. *Magnetic stirrer*
8. Magnet permanen
9. *pH indicator universal*
10. Mikropipet
11. Neraca Digital
12. Labu Ukur
13. *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*
14. *Spektrofotometri UV-Vis*
15. *X-Ray Diffraction (XRD)*
16. *Scanning Electron Microscopy (SEM)*
17. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*
18. *Vibrating Sample Magnetometer (VSM)*

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu:

1. Aquades
2. Asam Sulfat (H_2SO_4)
3. Aseton
4. Anilin 99% ($\text{C}_6\text{H}_7\text{N}$)
5. Magnetit (Fe_3O_4)

6. Amonium Hidroksida (NH_4OH)
7. Kalium iodat (KIO_3)
8. PbCl_2 (Ion Pb (II))
9. *Cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB)

3.3 Prosedur Penelitian

Adapun beberapa prosedur yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Fe_3O_4 dan Anilin disiapkan untuk membuat nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$
2. Nanokomposit dilakukan dengan melarutkan H_2SO_4 1 M sebanyak 5,55 ml lalu menambahkan aquades sebanyak 100 ml ke dalam gelas beker. Penambahan H_2SO_4 1 M dapat terjadi peningkatan keasaman medium reaksi sehingga dapat mempengaruhi ionisasi Pb dan peningkatan efisiensi penyerapan adsorben.



Gambar 3.2 Pencampuran Aquades dan H_2SO_4

3. Campuran diikuti dengan penambahan KIO_3 secara perlahan sebanyak 1 gram dengan temperature ruang 25°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer selama 20 menit. Penambahan KIO_3

dapat meningkatkan kemampuan adsorben sebagai oksidator yang kuat, KIO_3 dapat meningkatkan kemampuan oksidasi, meningkatkan porositas dan luas permukaan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$.

4. Sebanyak 1 gram; 2 gram; dan 3 gram variasi Fe_3O_4 ditambahkan secara perlahan dan dilakukan pengadukan, pada penambahan terjadi perubahan warna larutan menjadi kehitaman. Penambahan Fe_3O_4 dapat meningkatkan kapasitas penyerapan dengan luas permukaan yang lebih besar memberikan lebih banyak tempat bagi ion Pb untuk berinteraksi dengan adsorben.



Gambar 3.3 Penambahan Fe_3O_4 pada Larutan

5. Penambahan *Cetyl trimethylammonium bromide* (CTAB) sebanyak 0,2 gram ke dalam campuran dan dilakukan pengadukan selama 25 menit. Penambahan CTAB dapat mempengaruhi morfologi adsorben menjadi berpori, struktur pori yang dihasilkan dapat meningkatkan area

permukaan dan volume pori yang akan meningkatkan kapasitas adsorpsi.

6. Campuran kehitaman dilakukan penambahan anilin sebanyak 1 ml dan dilakukan pengadukan selama 5 jam, terjadi perubahan warna larutan menjadi kehijauan. Penambahan anilin dapat memberikan pengaruh positif terhadap kemampuan penyerapan ion Pb dan menjaga stabilitas terhadap perubahan lingkungan pada adsorben.



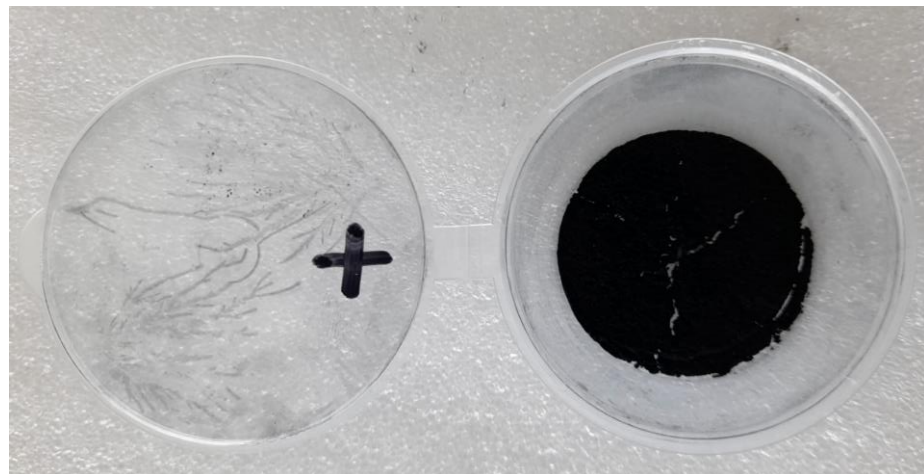
Gambar 3.4 Perubahan Warna Larutan menjadi hijau kebiruan

7. Campuran dicuci dengan aquades dan aseton masing-masing sebanyak tiga kali untuk menghilangkan sisa anilin sehingga dapat menjaga stabilitas struktur adsorben dan peningkatkan kemampuan adsorben untuk menyerap ion Pb. Serta diberikan magnet permanen pada dinding luar gelas beker agar adsorben tidak ikut terbangun pada saat pencucian.



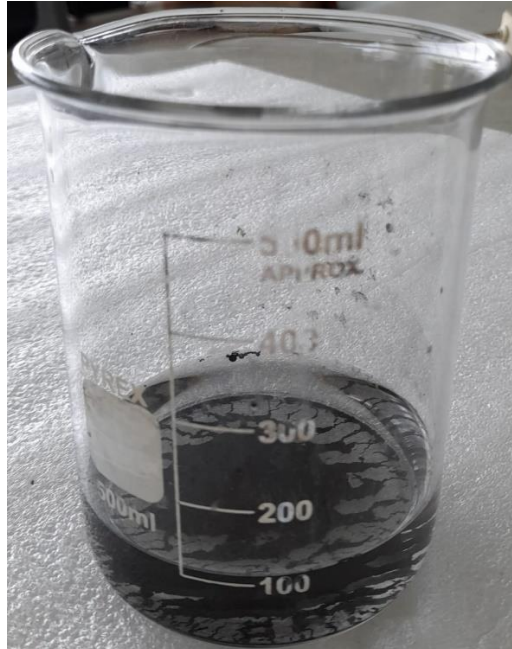
Gambar 3.5 Pencucian adsorben dengan Aquades dan Aseton

8. Endapan dikeringkan dengan magnetic stirrer pada suhu 60°C selama 24 jam. Pengeringan pada suhu 60°C dapat membantu dalam memperkuat struktur adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dalam degradasi material.



Gambar 3.6 Adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ yang telah di Keringkan

9. Larutan aquades disiapkan untuk membuat media sintesis antara adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ dan ion Pb.
10. Media sintesis dilakukan dengan melarutkan ion Pb sebanyak 0,002 gram lalu menambahkan aquades sebanyak 100 ml ke dalam gelas beker. Penambahan ion Pb berdasarkan pada pengujian sampel air limbah sungai Ciujung Serang yang telah dilakukan karakterisasi dengan alat *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*.
11. Penambahan variasi adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ sebanyak 1 gram; 2 gram; dan 3 gram ditambahkan ke dalam media sintesis secara perlahan dengan temperature ruang 25°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer dengan variasi waktu kontak 1 jam; 2 jam; dan 3 jam.



Gambar 3.7 Pencampuran antara $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$ terhadap Media Sintesis

12. Campuran diikuti dengan penambahan Amonium Hidroksida (NH_4OH) 10% secara perlahan sebanyak 2 tetes agar pH menjadi optimal 9 dengan temperature ruang 25°C dan dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer selama 2 menit, warna larutan berubah menjadi sedikit keruh dan terdapat endapan putih. Penambahan Amonium Hidroksida (NH_4OH) dapat menstabilkan adsorben yang berberan sebagai agen kompleks sehingga membantu menghindari degradasi atau perubahan structural adsorben selama proses adsorpsi dan ion Pb cenderung lebih mudah teradsorpsi pada pH yang lebih tinggi.
13. Campuran media sintesis dilakukan pemisahan antara larutan dan padatan dengan diberikan magnet permanen pada dinding luar gelas beker agar adsorben tidak ikut terbuang pada saat pemisahan.

3.4 Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini diantaranya adalah *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS), *Spektrofotometri UV-Vis*, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Vibrating Sample Magnetometer* (VSM).

3.4.1 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)

Pengujian *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS) dilakukan untuk menganalisis kemampuan adsorpsi ion Pb oleh adsorben $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$, dengan menggunakan AAS perubahan konsentrasi ion Pb dalam larutan sebelum dan sesudah proses adsorpsi dapat diukur. Pengujian yang

dilakukan di unit Laboratorium Jasa Pengujian, Kalibrasi dan Sertifikasi, Institut Pertanian Bogor.

3.4.2 Spektrofotometri UV-Vis

Pengujian *Spektrofotometri UV-Vis* dilakukan untuk menganalisis mengukur adsorbansi cahaya pada rentang panjang gelombang 300-700 nm dengan gelombang cahaya dari ultraviolet (UV) dan Visible. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Pengujian *X-Ray Diffraction (XRD)* dilakukan untuk mengetahui struktur dan fasa kristalin yang terbentuk pada sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$. Pengujian dianalisis dengan menggunakan *software origin* dan *microsoft excel*. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscopy (SEM)* dilakukan untuk mengetahui morfologi dari sampel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PANI}$. Pengujian dianalisis dengan menggunakan ImageJ sehingga didapatkan distribusi ukuran partikel yang kemudian diolah menggunakan origin dengan output berupa grafik histogram. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.5 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Pengujian *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui ikatan kimia dan gugus fungsi pada suatu sampel berdasarkan penyerapan inframerah oleh molekul dalam sampel. Pengujian yang dilakukan di Laboratorium Terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa.

3.4.6 Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

Pengujian *Vibrating Sample Magnetometer* dilakukan untuk mengidentifikasi sifat kemagnetan yang dihasilkan pada sampel Fe₃O₄/PANI. Pengujian dilakukan menggunakan alat VSM-250 di Pusat Penelitian BRIN FISIKA Serpong, Tangerang, Banten.