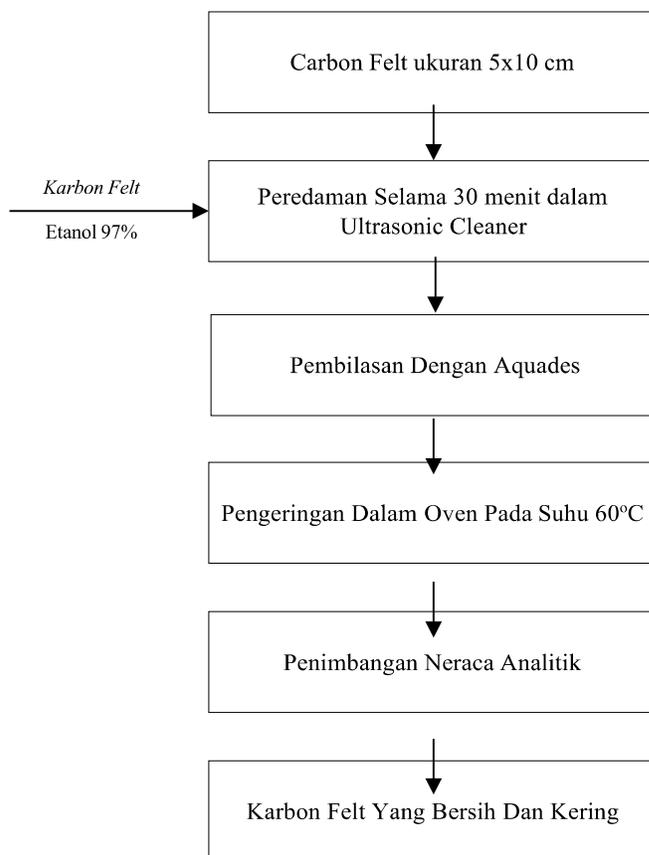


BAB III METODOLOGI PERCOBAAN

3.1 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Analisis Kimia Fakultas Teknik Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Penelitian ini meliputi tiga tahapan yaitu 1) pembuatan nanopartikel magnetit secara elektrokimia 2) pembuatan larutan 3) proses elektrofenton dan 4) Analisa larutan. Tahapan penelitian dalam bentuk diagram alir adalah sebagai berikut:

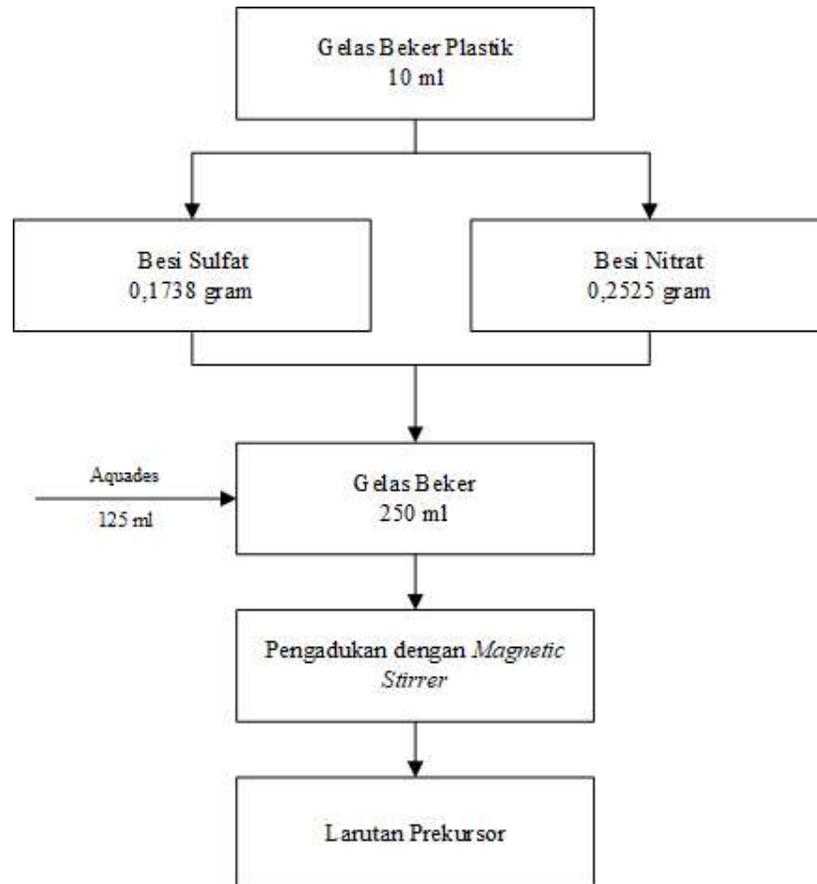
3.1.1 Preparasi Bahan Pendukung



Gambar 3.1 Preparasi Bahan Pendukung

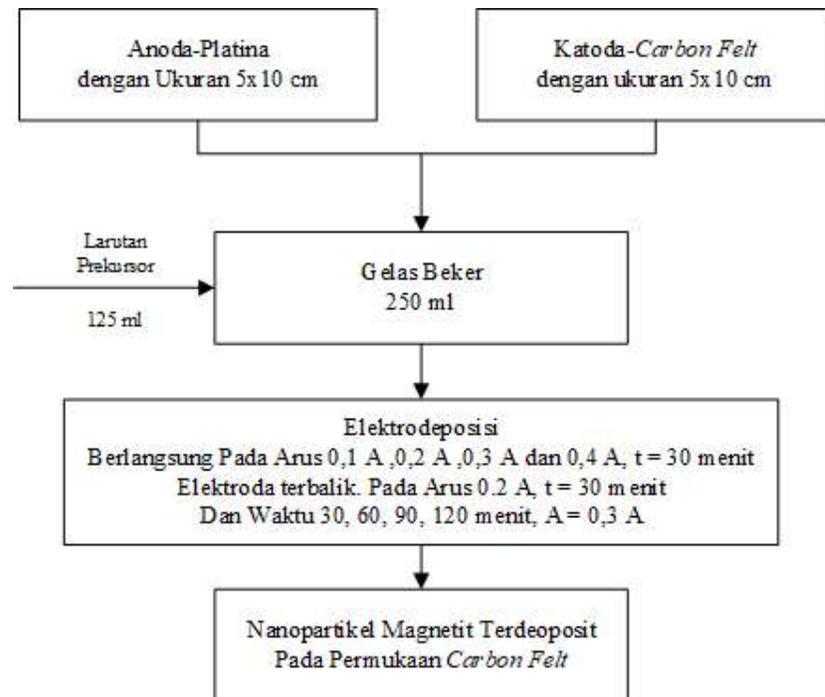
3.1.2 Elektrodeposisi Nanopartikel Fe₃O₄

a. Pembuatan larutan Prekursor



Gambar 3.2 Pembuatan Larutan Prekursor

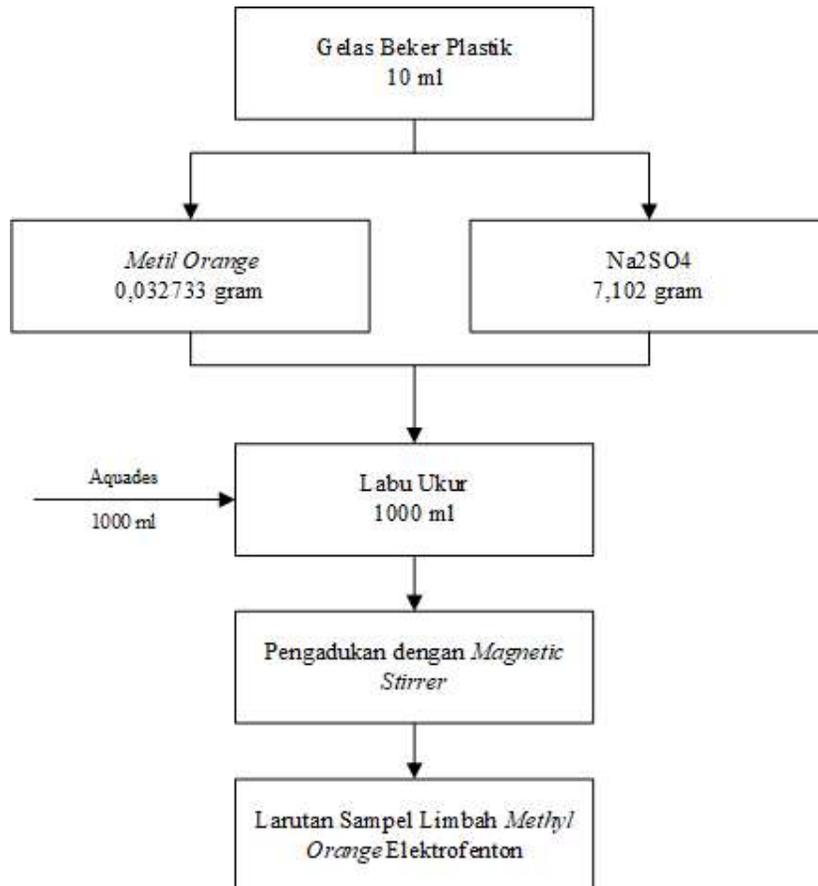
b. Elektrodeposisi



Gambar 3.3 Proses Elektrodeposisi

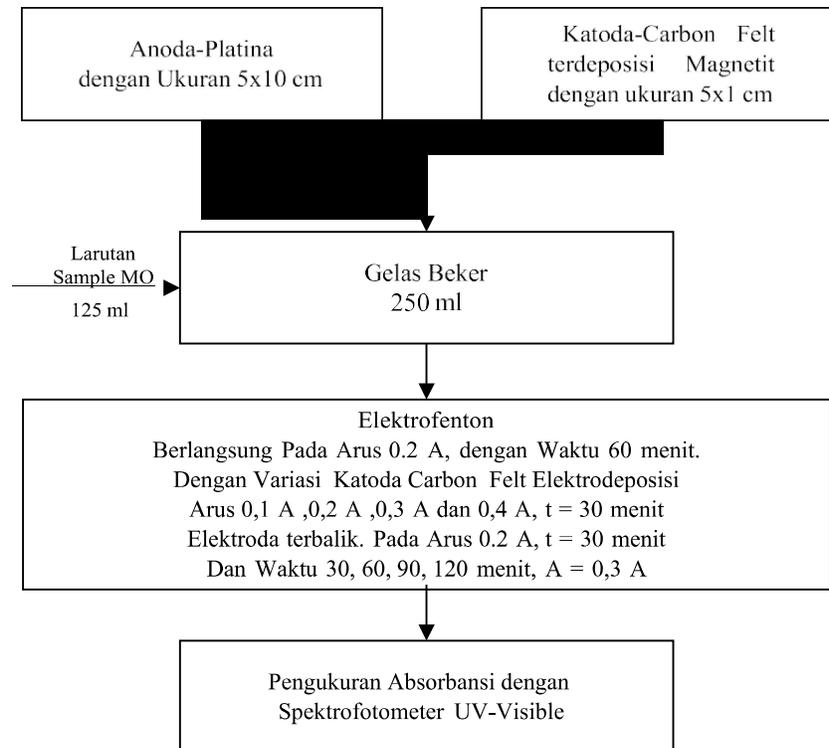
3.1.3 Proses Elektrofenton

- a. Pembuatan larutan sample limbah dari *Methyl Orange* dan Na_2SO_4



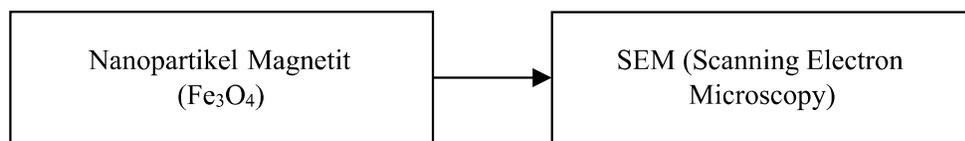
Gambar 3.4 Pembuatan Larutan Sampel Limbah Dari Methyl Orange Dan Na_2SO_4

b. Elektrofenton



Gambar 3.5 Proses Elektrofenton

3.1.4 Karakterisasi



Gambar 3.6 Karaterisasi SEM (Scanning Electron Microscopy)

3.2 Prosedur Penelitian

Adapun prosedur yang dilakukan pada penelitian ini dengan melalui tahapan-tahapan sebagai berikut:

3.2.1 Preparasi Bahan Pendukung

Potong karbon felt dengan ukuran 5 x 10 cm, lalu masukan karbon felt yang sudah dipotong pada gelas beaker kaca berukuran 250 ml dan isi dengan etanol sampai tanda batas, lalu tutup bagian atas gelas beaker dengan *plastic wrap*, lalu isi *ultrasonic cleaner* dengan aquades sampai tanda batas pada gelas beaker. Kemudian nyalakan ultrasonic cleaner dan set waktu selama 30 menit. Setelah selesai pencucian, ambil gelas beaker dan keluarkan etanol 97% yang telah digunakan, lalu bilas karbon felt dengan aquades sampai karbon felt terbilas seluruhnya dan bilas karbon felt pada gelas beaker dengan aquades sampai 3 kali. Setelah proses pembilasan keluarkan karbon felt dan letakkan pada loyang, lalu masukan karbon felt kedalam oven dan set suhu 60°C dengan waktu 24 jam.

3.2.2 Elektrodeposisi nanopartikel Fe₃O₄

a. Pembuatan Larutan Prekursor

Siapkan 2 gelas beaker plastik dengan ukuran 10 ml, lalu siapkan gelas ukur tempat mengukur aquades sebanyak 125 ml, lalu siapkan gelas beaker kaca 250 ml untuk tempat pencampuran bahan. Kemudian timbang besi (II) sulfat seberat 0,1738-gram dan besi (III) nitrat 0,2525-gram dengan gelas beaker kecil 10 ml pada timbangan analitik. Kemudian siapkan gelas beaker kaca berukuran 250 ml dan campurkan kedalam gelas beaker 250 ml. setelah larutan besi selesai dicampurkan, lalu aduk larutan selama 10 menit dengan *magnetic stirrer* hingga homogen dan merata.

b. Proses Elektrodeposisi

Karbon felt bersih dipotong dengan ukuran 5 x 10 cm kemudian ditempatkan sebagai katoda dalam sel elektrolisis dengan batang platina (pt) sebagai anoda. Sel elektrolisis dimasukan dalam gelas beaker 250 ml yang berisi larutan elektrolisis / prekursor (dibuat dari larutan besi (II) sulfat dan besi (III) nitrat)

sebanyak 125 ml. Proses elektrolisis dilakukan pada variasi arus (0,1 A, 0,2 A, 0,3 A, 0,4 A, dan arus 0,2 A dengan pembalikan posisi elektroda).

3.2.3 Proses Elektro-Fenton Dengan Nanopartikel Fe₃O₄

a. Pembuatan Larutan sampel limbah dari Methyl Orange dan Na₂SO₄ Siapkan 2 gelas beaker plastik dengan ukuran 10 ml, lalu siapkan gelas ukur tempat mengukur, dan siapkan aquades sebanyak 125 ml, kemudian siapkan gelas beaker kaca 250 ml untuk tempat pencampuran bahan. selanjutnya timbang *Methyl Orange* sebanyak 0,032733-gram dan Na₂SO₄ sebanyak 7,102-gram dengan gelas beaker plastik kecil 10 ml pada timbangan analitik. Kemudian siapkan gelas labu ukur 1-liter dan campurkan. setelah larutan *Methyl Orange* selesai dicampurkan, lalu aduk larutan dengan *magnetic stirrer* sampai larutan tercampur sempurna.

b. Proses Elektro-Fenton

Karbon felt berlapis magnetit digunakan sebagai katoda dalam sel elektro fenton yang berisi larutan limbah sintesis pigmen tekstil dengan anoda titanium. Proses elektrofenton dilakukan dengan media gelas beaker kaca 250 ml yang diisi 125 ml larutan sampel limbah sintesis *methyl orange*. Kemudian dilakukan elektrolisis dengan proses elektrofenton pada variasi arus 0,2 A dan waktu 60 menit. Degradasi limbah diamati dengan perubahan warna larutan yang diukur menggunakan spektrofotometer UV-Visibel, dengan panjang gelombang 450 nm.

3.2.4 Karakterisasi

a. Analisa SEM

Prosedur ini dimulai dengan pengujian SEM di Lab Nanomaterial, Lab terpadu, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Selanjutnya menganalisis bentuk dari nanopartikel magnetit (Fe₃O₄) lalu morfologi permukaan Fe₃O₄ dilakukan menggunakan SEM.

3.3 Bahan dan Alat

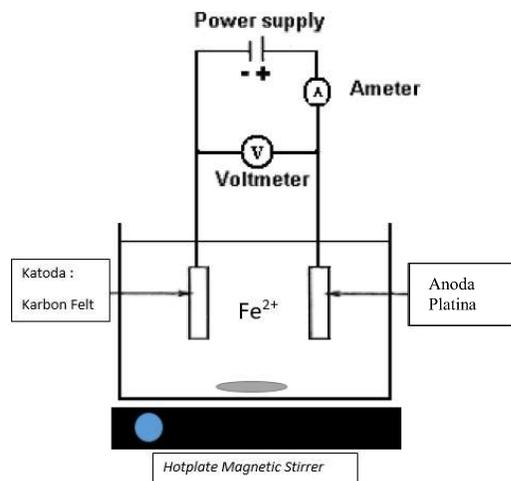
3.3.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam percobaan penelitian ini adalah sebagai berikut yaitu besi (II) sulfat, besi (III) nitrat, metil orange, Na_2SO_4 , karbon felt, etanol 97%, aquades, dan anoda platina (pt).

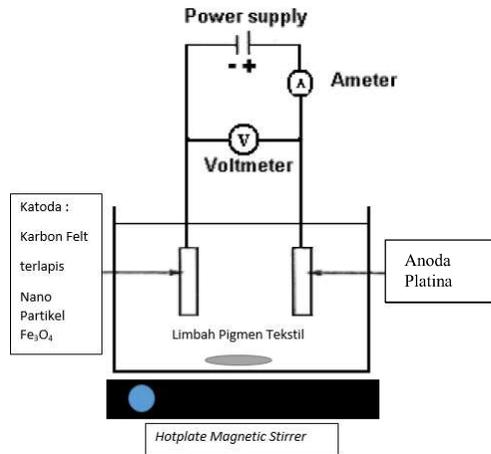
3.3.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam percobaan penelitian ini adalah sebagai berikut yaitu satu unit *DC Power Supply*, gelas beaker 250 ml, gelas beaker plastik 10 ml, gelas ukur 125 ml, labu ukur 1 liter, pipet tetes, cawan kaca, *ultrasonic cleaner*, batang pengaduk, *hotplate magnetic stirrer*, neraca analitik, oven, spektrofotometri UV-VIS, dan SEM (scanning electron microscopy).

3.3.3 Gambar alat



Gambar 3.7 Skema Alat Sintesis Nanopartikel Magnetit



Gambar 3.8 Skema Alat Aplikasi Nanopartikel Pada Penguraian Limbah Pigmen Tekstil, Dengan Metode Elektro-Fenton.

Kemudian berikut gambar skema alat dari aplikasi pada limbah dengan metode elektrofenton, pada proses sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4), dan pada proses penguraian larutan sampel limbah dari *Methyl Orange* dan Na_2SO_4 .

3.4 Variabel Percobaan

Dalam percobaan penelitian ini terdapat tiga variabel utama, yaitu variabel bebas, variabel tetap, dan variabel terikat. Variabel bebas dalam percobaan penelitian ini adalah rapat arus dan waktu elektrodeposisi karbon felt dengan Fe, dengan variasi rapat arus 0,1 A , 0,2 A, 0,3 A, dan 0,4 A, dengan waktu 30 menit dan variasi waktu 30 menit, 60 menit, 90 menit dan 120 menit dengan arus paling optimal yang didapatkan pada variasi rapat arus, yaitu 0,3 A. Kemudian untuk variabel tetap pada percobaan penelitian ini adalah jenis larutan elektrolisis atau prekursor, anoda dan katoda, suhu, dengan anoda berupa platina pada proses pembuatan nanopartikel dengan elektrodeposisi dan juga pada proses degradasi pigmen tekstil dengan metode elektro-fenton, dan katoda berupa karbon felt, dan suhu larutan elektrolisis bersuhu ruang. Selanjutnya dengan variabel terikat ukuran nanopartikel Ferum (magnetit), massa nanopartikel terdeposit, dan efisiensi penguraian pigmen tekstil *Methyl Orange*.

3.5 Metode pengumpulan data dan Analisa data

3.5.1 Penentuan Massa Teoritis Nanopartikel Fe₃O₄ yang Terdeposit pada Permukaan Karbon Felt

Metode yang digunakan untuk menghitung massa teoritis dari endapan atau deposit nanopartikel magnetit pada karbon felt digunakan teori Hukum Faraday II yang berbunyi “Massa Zat Yang Dihasilkan Pada Elektrode Berbanding Lurus Dengan Massa Ekuivalen Zat” dengan persamaan sebagai berikut.

$$m = \frac{e \cdot i \cdot t}{96500} \quad e = \frac{Ar}{n}$$

Keterangan :

- m : massa (gr)
- e : mol electron
- I : arus (ampere)
- t : waktu (Sekon)
- Ar : massa molar

3.5.2 Penentuan Efisiensi Arus

Untuk mengetahui efisiensi arus dari elektrolisis deposit nanopartikel magnetit digunakan persamaan berikut sehingga dimana massa terdeposit actual dan teoritis dibandingkan dan diubah dalam persen untuk mendapatkan presentaseefisiensinya.

$$\% \text{ Efisiensi Arus} = \frac{\text{Massa Terdeposit}}{\text{Massa Terdeposit teoritis}} \times 100\%$$

3.5.3 Efisiensi Elektrofenton / Degradasi Limbah Pigmen

Degradasi limbah pigmen akibat dari reaksi elektrofenton dengan magnetit diukur dengan menggunakan persamaan dibawah, dimana konsentrasi atau absorbansi mula limbah *methyl orange*, dikurangi konsentrasi / absorbansi pada akhir elektrofenton limbah dengan Karbon Felt x, dibandingkan dengan konsentrasi mula dan diubah dalam persen.

$$\% \text{ Efisiensi Degradasi Limbah} = \frac{\text{Konsentrasi mula standar MO} - \text{Konsentrasi Karbon Felt x}}{\text{Konsentrasi Mula Standar}} \times 100\%$$