

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat yang digunakan

- Rotap testing sieve shaker.
- Automatic muffle Furnace.
- Micromeritic Surface Area Analyser.
- Timbangan Listrik.
- Thermal Gravimetri Analysis.
- Instrumen FTIR.
- Reaktor Aktivasi Parr
- Desikator.
- Cawan Porselen
- Erlenmeyer 100 ml, 250 ml.
- Buret.
- Crush Tang
- Labu ukur 100 ml, 500 ml dan 1000 ml.
- Pipet volum 10 ml.
- Corong glas.
- Gelas Arloji.
- Gelas Piala 150 ml, 250 ml, 500 ml, 1000 ml.
- Saringan lolos ukuran 100,120,140,200,240,325
- Botol gelap.
- pH meter.
- Oven Vakum

3.1.2 Bahan Yang Digunakan

- Green Coke
- NaOH
- Aquades
- Metilen Blue
- Kalium DiHidrogen Pospat
- DiNatrium Hidrogen Pospat
- Gas Nitrogen
- Nitrogen cair
- Kalium Bromida

3.2 Pembuatan Karbon Aktif

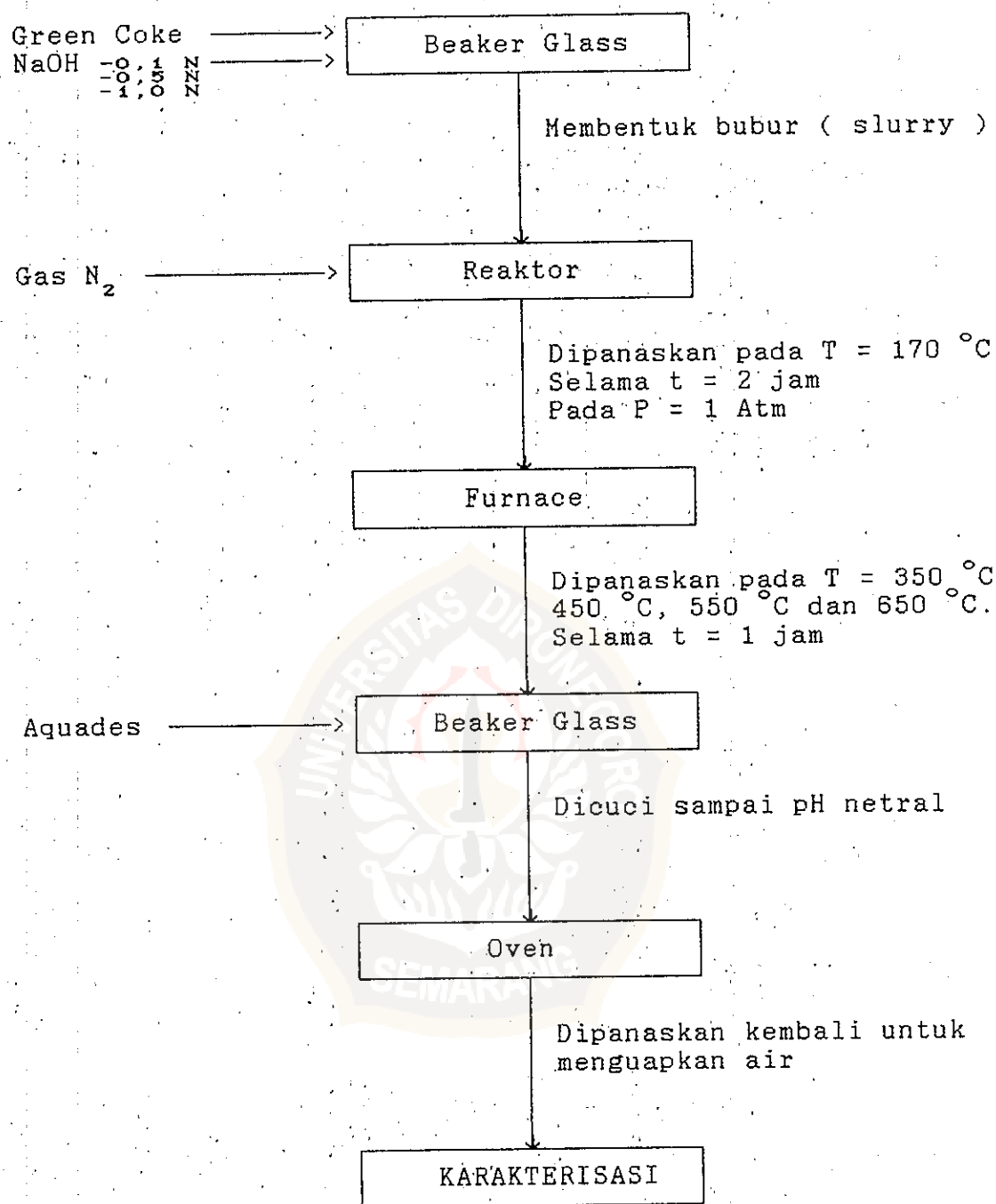
Urutan cara kerja selengkapnya adalah :

1. Green coke ukuran lolos 120 mesh dicampurkan dengan NaOH membentuk bubur (slurry).
2. Dipanaskan sampai suhu 170 °C selama 2 jam dalam reaktor stainless steel dibawah aliran gas Nitrogen pada tekanan atmosfer. Dan dipertahankan pada suhu 170 °C selama 0,5 jam.
3. Kemudian dipanaskan pada furnace selama 1 jam pada suhu 350 °C, 450 °C, 550 °C, 650 °C.
4. Hasil padatan dicuci dengan aquades sampai pH 6.
5. Dikeringkan dalam oven secara vakum pada suhu 110 °C selama 3 jam.

6. Selanjutnya dilakukan variasi seperti pada tabel 3.1

Tabel 3.1 Variasi Konsentrasi dan Temperatur

No	Variasi yang dilakukan	Kode Sampel
1	NaOH 0,1 N dengan T= 350 °C	KA 0,1 - 350
2	NaOH 0,1 N dengan T= 450 °C	KA 0,1 - 450
3	NaOH 0,1 N dengan T= 550 °C	KA 0,1 - 550
4	NaOH 0,1 N dengan T= 650 °C	KA 0,1 - 650
5	NaOH 0,5 N dengan T= 350 °C	KA 0,5 - 350
6	NaOH 0,5 N dengan T= 450 °C	KA 0,5 - 450
7	NaOH 0,5 N dengan T= 550 °C	KA 0,5 - 550
8	NaOH 0,5 N dengan T= 650 °C	KA 0,5 - 650
9	NaOH 1,0 N dengan T= 350 °C	KA 1,0 - 350
10	NaOH 1,0 N dengan T= 450 °C	KA 1,0 - 450
11	NaOH 1,0 N dengan T= 550 °C	KA 1,0 - 550
12	NaOH 1,0 N dengan T= 650 °C	KA 1,0 - 650
13	Tanpa NaOH dengan T= 350 °C	Blanko - 350
14	Tanpa NaOH dengan T= 450 °C	Blanko - 450
15	Tanpa NaOH dengan T= 550 °C	Blanko - 550
16	Tanpa NaOH dengan T= 650 °C	Blanko - 650



Gambar 3.1.. Skema Kerja Pembuatan Karbon Aktif

3.3. Karakterisasi

3.3.1. Analisa Kadar

Sifat Fisik (Kadar Air, Abu, Volatile, Karbon Murni)

Alat yang digunakan adalah Thermal Gravimetri Analisis-500 (TGA-500) Merk Leco Corporation.

Cara Kerja

- Membuka tabung gas Nitrogen dan tabung Oksigen.
- Menghidupkan kompressor dan membuka katup angin.
- Menghidupkan alat TGA-500 (Komputer dan Furnace).
- Memberikan perintah pada menu (memprogram), meliputi :
 1. Kadar Air.
 2. Kadar Volatile Matter.
 3. Kadar Abu.
 4. Kadar karbon murni.
- Membuka furnace dan memasukkan cawan keramik ketempatnya masing-masing, komputer akan mencatat berat cawan kosong tersebut.
- Memasukkan sampel \pm 0,1 gram satu persatu ke dalam cawan porselin sambil ditimbang (dengan komputer)
- Setelah cawan porselin terisi semua maka analisa siap dijalankan.
- Alat TGA-500 akan bekerja secara otomatis sesuai perintah yang diberikan.
- Data akan tercatat di kertas printer.

3.3.2. Analisa Struktur

a. Pengujian Dengan Spektrum FTIR

Alat yang digunakan adalah Fourier Transform Infra Red atau disingkat FTIR dengan merk Shimadzu Jepang dengan

Measuring mode : %T

Resolution : $4,0 \text{ Cm}^{-1}$

Accumulation : 40

Detektor : Detector 1 ($2,8 \text{ mm / sec}$)

Cara kerja

Sampel dibuat menjadi pelet dengan garam KBr yang telah dikeringkan selama 4 jam. Kemudian pelet tersebut ditempatkan ke dalam sel jendela FTIR. Kemudian dipayar dengan spektrum IR. Recorder akan mencatat hasil spektranya.

b. Luas Permukaan

Alat yang digunakan Micromeritic Analiser Asap-2000 dari Leco Corporation.

1. Penyediaan sampel dan degassing

- Alat dihubungkan dengan tabung gas N_2 tekanan diatur 2 Hg (2 lb/m^2).
- Ditimbang $0,2 \text{ gr}$ sampel dimasukkan dalam tabung sampel.
- Tabung sampel dimasukkan dalam pipa logam saluran gas

- Mantel pemanas dipasang mengelilingi sampel dan pompa serap kemudian dipanaskan pada $T = 250^{\circ} \text{C}$ selama 18 jam.
- Pemanasan dihentikan dan ditunggu sampai suhu kamar kemudian aliran gas N_2 dimatikan.

2. Analisa Sampel

- Menghidupkan komputer dan alat micromeritic.
- Pompa serap dan tabung sampel dikungkung dengan es.
- Dewar es dilepas kemudian tabung sampel dan pompa serap dikeringkan.
- Tabung sampel dan pompa serap dicelupkan dalam Dewar N_2 cair selama beberapa menit, dan Counter akan berjalan.
- Komputer akan mencatat setiap perubahannya dan akan mencatat luas permukaan dari sampel.
- Data siap dicetak kedalam kertas printer.

3.3.3. Daya Serap Terhadap Metilen Blue

Cara Kerja

a. Pembuatan Larutan Buffer

- Timbang 9,072 gram KH_2PO_4 masukkan dalam labu ukur 1000 ml dengan aquadest sampai tanda batas.
- Timbang 23,868 gram Na_2HPO_4 masukkan dalam labu ukur 1000 ml dengan aquadest sampai tanda batas. Campurkan larutan KH_2PO_4 dan larutan Na_2PO_4 dengan perbandingan

4 : 6

b. Membuat larutan Metilen Blue

Ditimbang 0,12 gram Metilen Blue yang telah dikeringkan selama 4 jam. Masukkan kedalam labu ukur 100 ml dengan larutan Buffer sampai tanda batas(A).Pipet 10 ml larutan Metilen Blue (A) kedalam labu ukur 500 ml dan encerkan dengan aquadest sampai tanda batas,kocok (B). Pipet 5 ml larutan (B) masukkan kedalam labu ukur 500 ml dan encerkan dengan aquadest sampai tanda batas setelah sebelumnya ditambah dahulu larutan buffer (C).

c. Penentuan Daya Serap Terhadap Metilen Blue

Timbang 0,4 gram sampel yang telah dikeringkan selama 3 jam kedalam erlemeyer 250 ml. Titrasi dengan larutan Metilen Blue sambil sekali-sekali dikocok. Penitaran berakhir bila warna larutan di atas sampel sama dengan warna larutan C.

Perhitungan :

Jumlah larutan Metilen Blue Yang diserap = $V \times 1/W$

Dimana :

V = Jumlah Metilen Blue yang diserap (ml)

W = Berat sampel (gr)

3.3.4. Karakteristik Spektrum IR terhadap Adsorpsi Metilen Blue

Alat yang digunakan adalah instrumen Infra Red merk Buck Scientific-500 dengan

- Mode : % Transmitan
- Bilangan gelombang : 4000 - 600 cm^{-1}
- Waktu Scanning : 3 menit

Pada prinsipnya penyelidikan spektra ini adalah untuk mengetahui adanya perbedaan spektrum antara karbon aktif murni dengan karbon aktif setelah menyerap metilen blue.

Cara kerja

Sampel dibuat menjadi pelet dengan garam KBr yang telah dikeringkan selama 4 jam. Kemudian pelet tersebut ditempatkan ke dalam sel jendela IR. Kemudian dipayar dengan spektrum IR. Printer akan mencatat hasil spektranya.

