

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimental, dengan melakukan pendekatan secara kuantitatif. Sampel Fotokatalis yang digunakan terbuat dari nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$.

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

3.1.1 Tempat Penelitian

Proses pembuatan *green synthesized* nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ dilakukan di Laboratorium *Ilmu Dasar (LIDA) USU Medan* beralamat di Jalan Dr. T. Mansur No.9, Padang Bulan, Kecamatan Medan Baru, Kota Medan, Sumatera Utara. Proses pengujian *SEM* dan *XRD* dilakukan di Laboratorium Terpadu *Universitas Syiah Kuala* beralamat di jalan Syech Abdurrauf No. 10 Darussalam Banda Aceh, Aceh. Proses pengujian *UV-Vis* dan *FTIR* dilakukan di Laboratorium Penelitian dan Pengujian Terpadu (LPPT) *UGM* beralamat di jalan Kaliurang Km. 4 Sekip Utara, Sendowo, Sinduadi, Kecamatan Depok, Kabupaten Sleman, Daerah Istimewa Yogyakarta.

3.1.2 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada Semester Genap TA. 2023/2024.

3.2 Alat Dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. *Magnetic Stirrer*

Alat ini digunakan untuk *mixing* (pencampuran) bahan sampai bahan menjadi homogen.

2. *Beaker Glass* 100 ml dan 250 ml

Alat ini digunakan sebagai wadah pencampuran dari bahan-bahan di atas magnet stirrer.

3. Gelas Ukur

Alat ini digunakan untuk mengukur volume larutan yang akan dipakai.

4. *Stirrer Bar*

Alat ini digunakan sebagai pengaduk larutan yang di campurkan.

5. Spatula

Alat ini digunakan untuk mengambil sampel.

6. Pipet Tetes

Alat ini digunakan sebagai penetes atau pengambil larutan.

7. Cawan Porselin

Alat ini digunakan sebagai media hasil dari *green synthesized* daun kelor $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ yang akan di oven

8. Cawan Kursibel

Alat ini digunakan sebagai media hasil dari *green synthesized* daun kelor $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ yang sudah dioven lalu di kalsinasi.

9. Mortar

Alat ini digunakan untuk menghaluskan hasil sampel.

10. Botol Semprot

Alat ini digunakan untuk tempat penyimpanan *Aquabidest + Ethanol* yang akan digunakan untuk mencuci endapan $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$.

11. Corong Kaca

Alat ini digunakan sebagai media penyaringan dengan kertas *whatman*.

12. Kertas Lakmus

Alat ini digunakan untuk mengecek pH.

13. Kertas *Whatman* 01

Alat ini digunakan untuk memisahkan zat padat dari zat terlarut pada sampel.

14. *Erlenmeyer*

Alat ini digunakan sebagai wadah hasil sintesis hijau dari daun kelor.

15. *Digital Thermometer*

Alat ini digunakan untuk mengukur suhu sampel yang dilarutkan.

16. Neraca Digital

Alat ini digunakan untuk menimbang massa sampel yang akan digunakan.

17. *Magnetic Field* (magnet eksternal)

Alat ini digunakan untuk memisahkan hasil endapan yang dihasilkan pada sampel.

18. Oven

Alat ini digunakan untuk mengeringkan sampel.

19. *Furnace*

Alat ini berfungsi untuk mengkalsinasi sampel.

20. XRD

Alat ini digunakan mengetahui ukuran kristal dan kandungan fasa.

21. SEM

Alat ini digunakan untuk mengetahui morfologi dan komposisi kimia yang terdapat pada sampel.

22. FTIR

Alat ini digunakan untuk mengetahui gugus fungsioanal ikatan kimia dalam rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

23. UV-Vis

Alat ini digunakan untuk mengetahui puncak absorpsi dan energi celah pita.

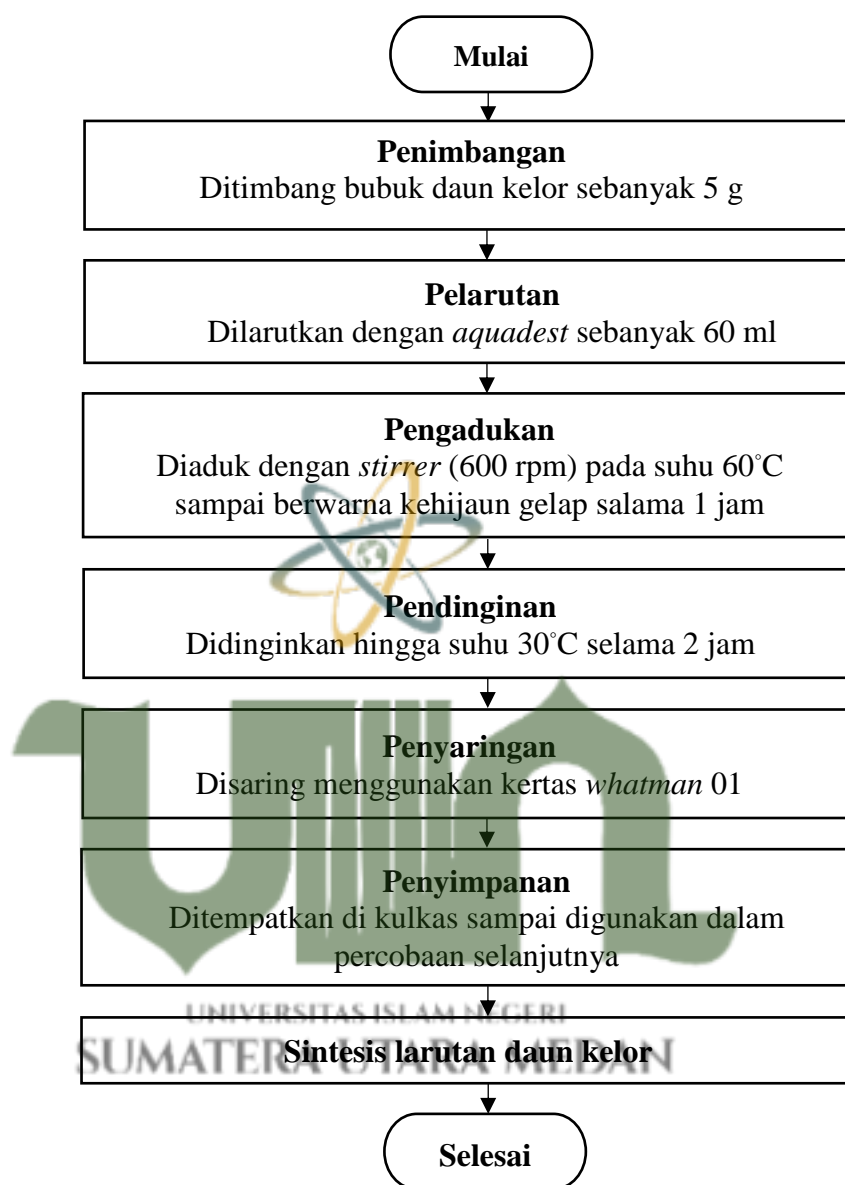
3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. Bubuk daun kelor
2. *Aquadest*
3. *Aquabidest*
4. Besi II Sulfat Heptahidrat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dan Besi III Klorida Heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
5. Titanium Isopropoxide (TTIP)
6. Larutan Amonium Hidroksida (NH_4OH)
7. *Ethanol* ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)
8. Asam Asetat CH_3COOH
9. Metilen Biru ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCl}$)

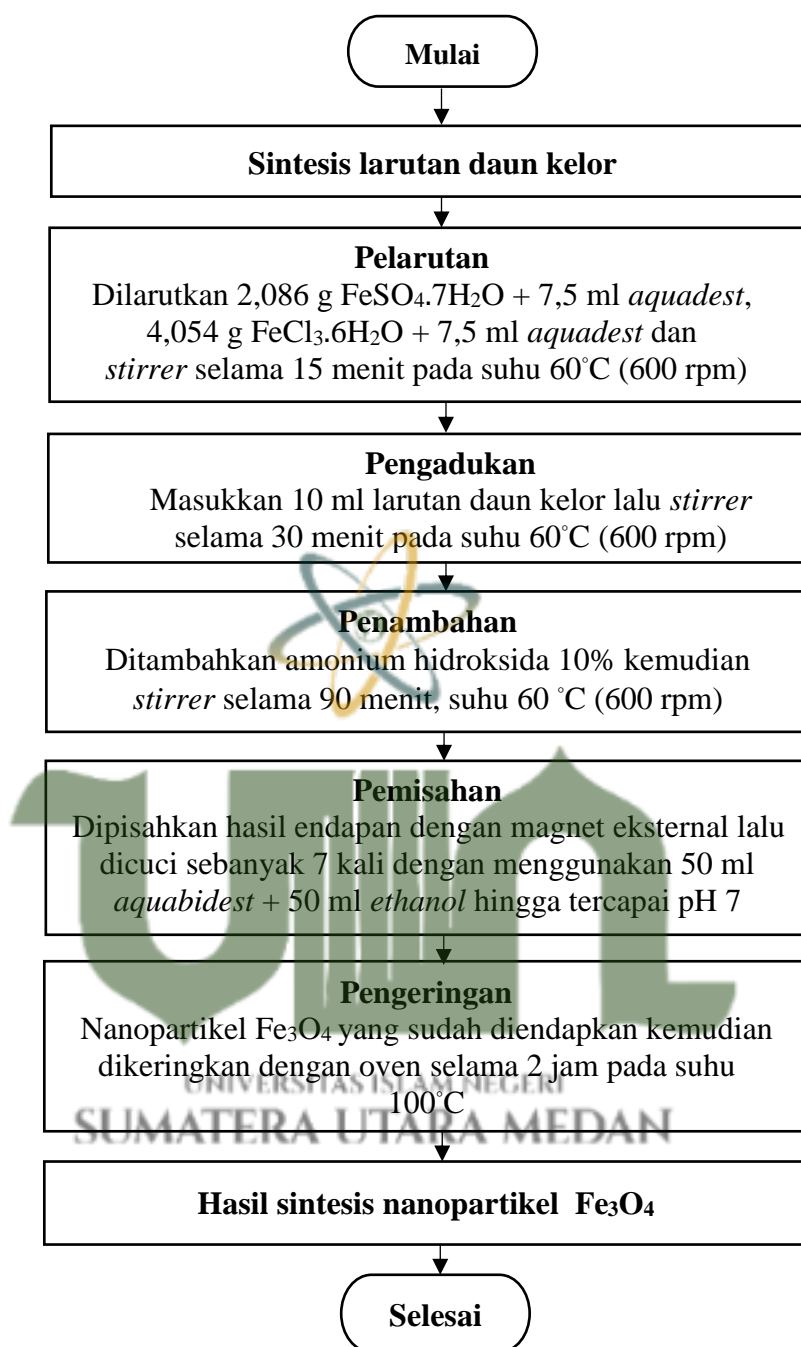
3.3 Diagram Alir

3.3.1 Tahap Pembuatan *Synthesized* Larutan Daun Kelor



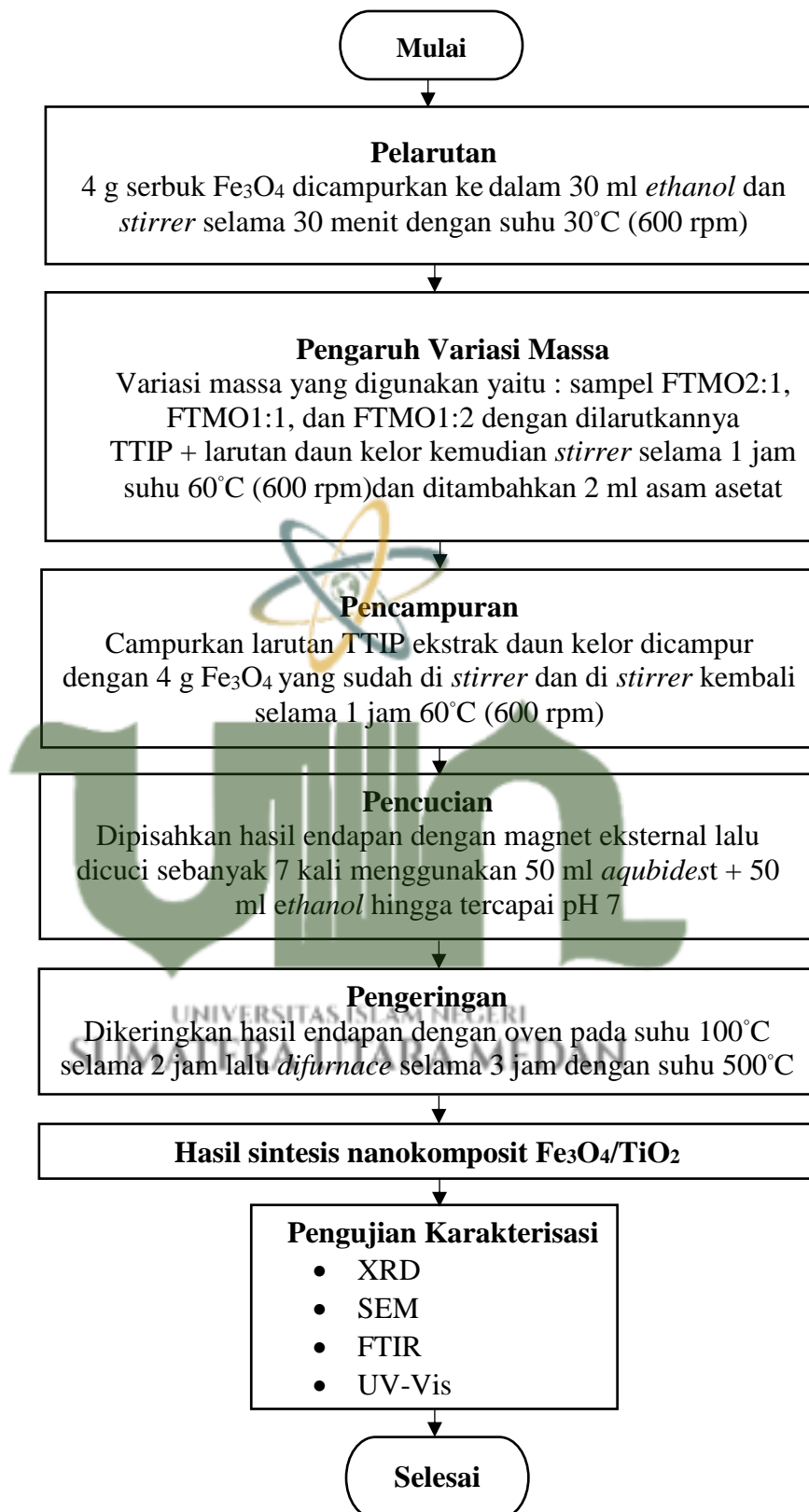
Gambar 3.1 Tahap Pembuatan *Synthesized* Larutan Daun Kelor

3.3.2 Tahap Pembuatan *Green Synthesized* Fe₃O₄



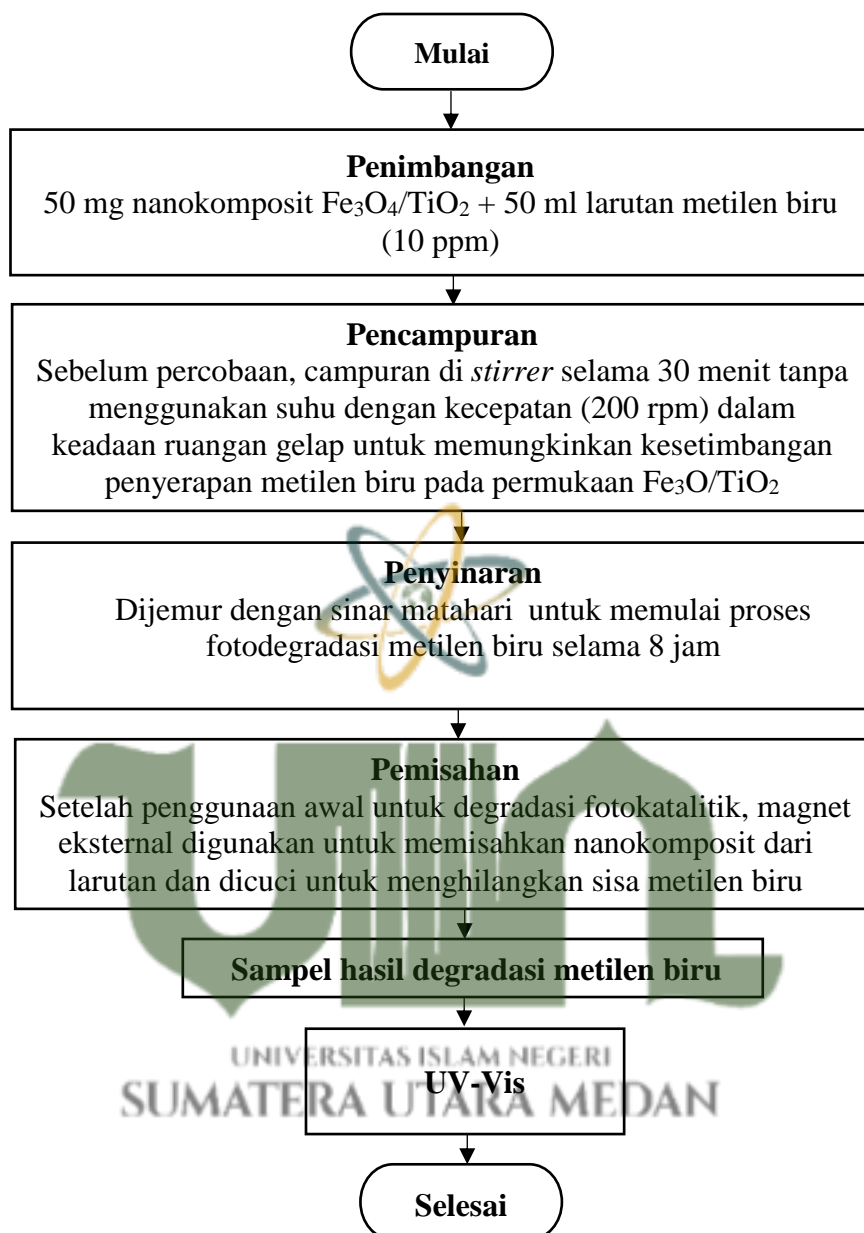
Gambar 3.2 Tahap Pembuatan *Green Synthesized* Nanopartikel Fe₃O₄

3.3.3 Tahap Pembuatan *Green Synthesized* Fe₃O₄/TiO₂



Gambar 3.3 Tahap Pembuatan *Green Synthesized* Nanokomposit Fe₃O₄/TiO₂

3.3.4 Tahap Uji Aktivitas Fotokatalis Degradasi Metilen Biru



Gambar 3.4 Evaluasi Aktivitas Fotokatalis Degradasi Metilen Biru

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Tahap Pembuatan *Synthesized* Larutan Daun Kelor

Adapun prosedur pembuatan *synthesized* larutan daun kelor.

1. Ditimbang bubuk daun kelor sebanyak 5 g.
2. Dilarutkan bubuk daun kelor dengan *aquadest* sebanyak 60 ml.
3. Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan (600 rpm) pada suhu 60°C sampai berwarna kehijauan gelap selama 1 jam.
4. Dilakukan proses pendinginan hingga suhu 30°C selama 2 jam.
5. Dilakukan proses penyaringan menggunakan kertas *whatman* 01.
6. Disimpan dalam kulkas sampai digunakan dalam percobaan selanjutnya.
7. Dihasilkan sintesis larutan daun kelor.

3.4.2 Tahap Pembuatan *Green Synthesized* Fe₃O₄

Adapun prosedur pembuatan *green synthesized* Fe₃O₄.

1. Disiapkan larutan daun kelor.
2. Dilarutkan (2,086 g FeSO₄·7H₂O kedalam 7,5 ml *aquadest*) selanjutnya (4,054 g FeCl₃·6H₂O kedalam 7,5 ml *aquadest*) kemudian *stirrer* selama 15 menit pada suhu 60°C dengan kecepatan (600 rpm).
3. Setelah keduanya larut dalam *aquadest* kemudian disatukan dalam satu wadah lalu masukkan 10 ml larutan daun kelor kemudian *stirrer* selama 30 menit pada suhu yang 60°C dengan kecepatan (600 rpm).
4. Ditambahkan larutan amonium hidroksida 10% sambil kemudian *stirrer* selama 90 menit pada suhu 60°C dengan kecepatan (600 rpm).
5. Dipisahkan hasil endapan dengan magnet eksternal kemudian dicuci sebanyak 7 kali pengulangan menggunakan 50 ml *aquabidest* + 50 ml *ethanol* hingga tercapai pH 7.
6. Dilakukan proses pengeringan menggunakan oven selama 2 jam pada suhu 100°C.
7. Dihasilkan sintesis nanopartikel Fe₃O₄.

3.4.3 Tahap Pembuatan *Green Synthesized* Fe₃O₄/TiO₂

Adapun prosedur pembuatan *green synthesized* Fe₃O₄/TiO₂.

1. Dilarutkan 4 g serbuk Fe₃O₄ yang telah dibuat sebelumnya kedalam 30 ml *ethanol* kemudian *stirrer* selama 30 menit dengan suhu 30°C kecepatan (600 rpm).
2. Dilakukan pembuatan sampel dengan variasi massa yaitu: sampel FTMO2:1, FTMO1:1, dan FTMO1:2 dengan dilarutkannya TTIP dengan larutan daun kelor kemudian *stirrer* selama 1 jam pada suhu 30°C kecepatan (600 rpm), setelahnya ditambahkan 2 ml asam asetat.
3. Kemudian setelah itu larutan TTIP ekstrak daun kelor yang sudah jadi dicampurkan dengan larutan 4 g Fe₃O₄ yang telah di *stirrer* kemudian *stirrer* kembali selama 1 jam dengan suhu 60°C pada kecepatan (600 rpm).
4. Dipisahkan hasil endapan dengan menggunakan magnet eksternal kemudian dilakukan pencucian sebanyak 7 kali dengan menggunakan 50 ml *aquabidest* + 50 *ethanol* hingga tercapai pH 7.
5. Dilakukan proses pengeringan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 2 jam, kemudian di *furnace* selama 3 jam dengan suhu 500°C
6. Dihasilkan sintesis nanokomposit Fe₃O₄/TiO₂.
7. Dilakukan pengujian karakterisasi XRD, SEM, FTIR, dan UV-Vis.

3.4.4 Tahap Uji Aktivitas Fotokatalis Degradasi Metilen Biru

Adapun proses pengujian aktivitas fotokatalis degradasi metilen biru.

1. Dilakukan proses penimbangan hasil nanokomposit Fe₃O₄/TiO₂ sebanyak 50 g digabungkan dengan 50 ml metilen biru (10 ppm).
2. Dilakukan proses pencampuran kemudian *stirrer* selama 30 menit tanpa menggunakan suhu dengan kecepatan (200 rpm) dalam keadaan ruangan untuk memungkinkan kesetimbangan penyerapan metilen biru pada permukaan Fe₃O₄/TiO₂.
3. Dilakukan proses penyinaran dengan matahari untuk memulai proses fotodegradasi metilen biru, yang berlangsung selama 8 jam.

4. Setelah penggunaan awal untuk degradasi fotokatalitik, magnet eksternal digunakan untuk memisahkan nanokomposit dari larutan.
5. Dihasilkan sampel degradasi metilen biru.
6. Hasil dari sampel degradasi metilen biru siap di uji UV-Vis untuk melihat absorpsi dan celah pita.

3.5 Tahap Analisis Pengujian Fotokatalis

3.5.1 X-Ray Diffractometer (XRD)

XRD bertujuan untuk mengetahui struktur dan fase dari nanopartikel Fe_3O_4 serta nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ yang dibuat dengan jalur *green synthesized*. Tahapan pengujian XRD ialah sebagai berikut:

1. Disiapkan sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$.
2. Diletakkan sampel dalam pelat logam berukuran 2 x 2 cm yang terdapat pada alat uji XRD.
3. Didapatkanlah data yang di olah dari hasil karakterisasi yang berupa profil puncak difraktogram yang kemudian di analisis menggunakan *software match crystal impact* dan origin Lab.
4. Kemudian dilakukan pencocokan data pola difraksi dengan yang ada di *Crystallography Open Database (COD)*, hal ini dilakukan untuk menentukan fasa kristal yang terbentuk.

3.5.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM sangat ideal untuk mengamati permukaan kasar dengan pembesaran antara 20 kali hingga 500.000 kali. Sebelum melewati lensa elektromagnetik terakhir, sistem pemindaian raster mengarahkan berkas elektron untuk memindai permukaan sampel. Data pemindaian ini disinkronkan dengan tabung sinar katoda, sehingga gambar sampel dapat ditampilkan pada area yang dipindai. Tahapan pengujian SEM ialah sebagai berikut:

1. Disiapkan sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$.
2. Diletakkan sampel pada wadah yang sudah disediakan yang terdapat dari alat uji SEM.
3. Sampel yang telah dipreparasi kemudian diletakkan pada pelat uji logam.

4. Selanjutnya, sampel dilapisi dengan lapisan tipis emas, yang memungkinkan elektron berinteraksi secara tepat dengan permukaan, topografi, dan komposisi sampel saat terpapar radiasi energi tinggi, khususnya untuk material yang memiliki konduktivitas listrik.
5. Data yang ditentukan dari tomogram yang dihasilkan.

3.5.3 *Fourier Transform Infra-R (FTIR) Spectroscope*

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari sampel Fe_3O_4 dan sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$. Hasil dari karakterisasi ini berupa profil absorbansi yang mampu menjelaskan gugus fungsi dari sampel yang dikarakterisasi dalam hal ini adalah sampel Fe_3O_4 dan sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$. Tahapan pengujian FTIR ialah sebagai berikut:

1. Disiapkan sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ yang akan diuji.
2. Diletakkan sampel pada wadah yang sudah disediakan yang terdapat dari alata uji FTIR.
3. Pengukuran dilakukan pada rentang bilangan gelombang $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ dengan suhu ruang.
4. Puncak spektrum absorbansi yang didapatkan dicocokkan dengan data-data standar yang telah ada ataupun hasil dari penelitian-penelitian sebelumnya sebagai acuan untuk menentukan gugus fungsi dari sampel.

3.5.4 *Ultraviolet-Visible (UV-Vis) Spectofotometer*

Untuk mengetahui pergeseran panjang gelombang dan juga menghitung nilai energi celah pita $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$. Tahapan pengujian UV-Vis ialah sebagai berikut:

1. Disiapkan sampel nanokomposit $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ yang akan diuji.
2. Diletakkan sampel pada wadah yang sudah disediakan yang terdapat dari alat uji UV-Vis.
3. Adapun untuk menentukan energi celah pita dari $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$. Kestabilan nanopartikel $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{TiO}_2$ diketahui dari terjadinya perubahan puncak serapan.

4. Maka di dapatkanlah data yang di olah dari hasil karakterisasi yang berupa pr yang kemudian di analisis menggunakan *software match crystal impact* dan origin Lab.

