

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat/Lokasi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Teknik, Fakultas Pertanian Perikanan dan Biologi Universitas Bangka Belitung, Laboratorium Kimia Unit Metalurgi (Unmet) PT.Timah (Persero) Tbk, Muntok dan Laboratorium Kesehatan Daerah Provinsi Kepulauan Bangka Belitung. Analisis XRD dan FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang dan Laboratorium PT. Glabs Indonesia Utama Bandung. Penelitian dilakukan selama 6 bulan (Januari-Maret dan Juli-September 2020).

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

##### **3.2.1 Bahan**

Adapun bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kaolin yang didapatkan di Kabupaten Bangka Tengah, Bangka Belitung, ilmenit dari Bidang Pengolahan Mineral (BPM) Unit Metalurgi PT. Timah (Persero), Tbk., Mentok, Bangka Belitung, akuades, HCl, etanol dan larutan rhodamin B

##### **3.2.2 Alat**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas beker, corong, neraca analitik, *hotplate*, gelas ukur, pengaduk magnetik, termometer, labu ukur, erlenmeyer, pipet volume, botol sampel, spatula, cawan porselin, oven, *furnace*, ayakan 100 mesh, *discmill*, XRD (*X-Ray Diffraction pattern Rigaku Miniflex 600 D/teX ultra 1 D*), XRF (*X-Ray Fluorescence*) (*Panalytical type AXIOS*), FTIR (*Fourier Transform-Infrared*) (*Bruker Alpha with ZnSe beam splitter*), dan Spektrofometer UV-Vis (*Agilent Carry 60*)

#### **3.3 Prosedur Penelitian**

##### **3.3.1. Preparasi TiO<sub>2</sub> dari Ilmenit Bangka**

Sejumlah ilmenit tersebut dipisahkan dari pengotor menggunakan separator magnetik. Kemudian ilmenit dimasukkan kedalam *discmill* untuk dihaluskan dan

karakterisasi dengan XRF untuk mengetahui kandungan awal yang terdapat pada sampel. Sampel hasil kemudian dilakukan *leaching* menggunakan HCl 37 % ilmenit/HCl 1:4 (b/v) dan diaduk sambil dipanaskan dengan pengaduk magnetik dengan waktu 5 jam dengan kecepatan 200 rpm. Endapan yang didapatkan dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan sisa asam yang terdapat pada sampel dan dikeringkan pada temperatur 100°C dikarakterisasi dengan XRF. Sampel yang telah kering dikalsinasi dengan temperatur 600°C, 700°C, dan 800°C selama 5 jam dikarakterisasi dengan XRD (Indrawati dkk., 2014; Solihin dkk., 2012; Oediyani dkk., 2014).

### **3.3.2. Preparasi Kaolin**

Preparasi kaolin Bangka dicuci dan dikeringkan serta dihaluskan. Setelah itu, sampel dicampurkan dengan asam klorida 5 M, kaolin/HCl 1:10 (b/v) lalu diaduk dengan pengaduk magnetik dengan waktu 6 jam. Selanjutnya sampel tersebut dibersihkan dan disaring dengan akuades sampai pH akuades. Setelah itu dimasukkan kedalam oven pada temperatur 100°C dengan waktu 24 jam dan diayak menggunakan ayakan 100 mesh. Setelah didapatkan kaolin aktivasi lalu dikarakterisasi dengan XRD (Nurhadini dkk., 2019).

### **3.3.3. Sintesis Komposit Kaolin-TiO<sub>2</sub> dari Ilmenit**

Sebanyak 3 gram ilmenit dilarutkan kedalam 5 mL etanol (larutan 1). Kaolin aktivasi dilakukan variasi massa 0,2; 0,4 dan 0,6 gram, selanjutnya masing-masing variasi massa ditambahkan ke dalam 30 mL etanol dan 0,6 mL akuades sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1 jam (larutan 2). Larutan 1 diteteskan perlahan ke dalam larutan 2 sambil diaduk menggunakan pengaduk magnetik selama 2 jam dengan suhu 80°C. Setelah itu komposit disentrifugasi dan dicuci menggunakan akuades lalu disentrifugasi kembali. Komposit tersebut dikeringkan selama 6 jam pada suhu 100°C kemudian dikalsinasi pada suhu 500°C selama 3 jam (Li dkk., 2018; Sari, 2017).

### **3.3.4. Pembuatan Larutan Rhodamin B**

a. Penentuan Larutan Induk Rhodamin B 1000 ppm

Sebanyak 1 gram rhodamin B dilarutkan dengan akuades secara teliti di dalam gelas beker. Lalu, dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas (Chandra, 2012).

b. Pembuatan Larutan Standar Rhodamin B

Dari larutan induk rhodamin B 1000 ppm, diambil sebanyak 0,5; 1; 1,5; 2 dan 2,5 mL. Masing-masing larutan rhodamin B yang telah diambil, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan menggunakan akuades sampai tanda batas. Diperoleh larutan standar rhodamin B dengan konsentrasi 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm (Chandra, 2012).

c. Pembuatan Larutan Sampel Rhodamin B

Larutan induk rhodamin B 1000 ppm diambil sebanyak 10 mL dengan pipet volume, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan sampel rhodamin B dengan konsentrasi 20 ppm (Sari, 2017)

### **3.3.5. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Rhodamin B**

Larutan standar 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm rhodamin B diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis untuk mendapatkan panjang gelombang maksimum dari larutan rhodamin B dengan blanko akuades (Chandra, 2012).

### **3.3.6. Fotodegradasi Zat Warna (Variasi Waktu Penyinaran)**

Sebanyak 25 mL larutan rhodamin B dengan konsentrasi 20 ppm masing-masing dimasukkan ke dalam enam buah gelas beker. Ke dalam tiga gelas beker ditambahkan Kaolin-TiO<sub>2</sub>, tiga gelas beaker lainnya dimasukkan tanpa katalis dan kemudian diradiasikan dengan sinar UV-C. Variasi waktu yang digunakan saat degradasi adalah 20, 40, dan 60 menit pada masing-masing gelas beker yang berisi rhodamin B tanpa katalis dan adanya katalis. Setelah diradiasi dengan sinar UV-C, dilakukan sentrifugasi untuk pemisahan residu dan filtrat yang masih terkandung sisa zat warna. Kemudian dilakukan pengukuran absorbansi pada sampel ( $\lambda$  maksimum) dengan spektrofotometri UV-Vis untuk melihat konsentrasi rhodamin B. Selisih dari konsentrasi pada absorbansi awal adalah banyaknya zat warna yang terdegradasi (Sunardi dkk., 2012)