

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Desember 2014 sampai April 2015 di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung.

Pengambilan bibit mikroalga *Spirulina* sp. di Balai Besar Pengembangan Budidaya Laut (BBPBL), Lampung dan dikultivasi dalam skala Laboratorium.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, alat gelas, neraca analitis, pengaduk magnet, *freeze dry*, Spektrofotometer *IR*, *Scanning Electron Microscope* (SEM), *Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy* (ICP-AES).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu, biomassa mikroalga *Spirulina* sp, eksopolisakarida, pupuk Conway, TEOS, pH indikator universal, kertas saring *Whatman* No. 42, etanol p.a Merck, etanol teknis, akuades, HCl 1 M, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a Merck, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a Merck.

C. Prosedur Penelitian

1. Penyiapan Mikroalga *Spirulina* sp.

Mikroalga diperoleh dari *Spirulina* sp. yang dihasilkan dari kultivasi dalam skala laboratorium di Unit Pelaksana Teknis Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi. *Spirulina* sp. di kultur dengan menggunakan media Conway.

2. Isolasi Eksopolisakarida

Mikroalga *Spirulina* sp. siap panen dipisahkan dengan cara sentrifuse kecepatan 8.500 rpm pada suhu 4°C selama 5 menit, kemudian diperoleh endapan atau gel dari *Spirulina* sp. dan filtratnya. Dua kali volume filtrat ditambahkan etanol dan didiamkan selama 4 jam. Kemudian diendapkan menggunakan *sentrifuse* pada kecepatan 8.500 rpm dan suhu 4°C selama 5 menit (Amir *et al.*, 2008).

Endapan *Spirulina* sp. dan eksopolisakarida yang terbentuk dicuci dengan menggunakan aquades dan dikeringkan dengan menggunakan *freeze dry*. Biomassa *Spirulina* sp. dan eksopolisakarida yang sudah kering dilakukan karakterisasi menggunakan Spektrofotometer IR.

3. Karakterisasi Material

Untuk mengetahui perubahan gugus-gugus fungsional utama dalam eksopolisakarida dari *Spirulina* sp dilakukan analisis dengan spektrofotometer IR. Analisis morfologi permukaan dari eksopolisakarida dilakukan analisis dengan spektrofotometer SEM. Kadar ion logam yang teradsorpsi pada eksopolisakarida dilakukan analisis menggunakan ICP-AES.

4. Sintesis hibrida eksopolisakarida silika (HES)

Larutan A, sebanyak 5 mL TEOS dicampurkan dengan 2,5 mL akuades dimasukkan ke dalam gelas plastik, lalu diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit dan ditambahkan HCl 1 M hingga pH 2. Larutan B, masing-masing dengan variasi massa sebanyak 0,03; 0,05; dan 0,10 gram eksopolisakarida (Suryani, 2013) dicampurkan dengan 5 mL etanol dimasukkan ke dalam gelas plastik lalu diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit. Larutan A yang telah homogen kemudian dicampur dengan larutan B disertai pengadukan menggunakan pengaduk magnet sampai larutan tersebut menjadi gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam lalu dicuci dengan akuades sampai pH \approx 7. Gel dikeringkan dengan menggunakan *freeze dry*, selanjutnya digerus dan diayak dengan ukuran 100-200 mesh.

5. Uji adsorpsi

a. Penentuan Dosis HES Optimum

Dalam percobaan ini HES sebanyak 0,03; 0,05; dan 0,10 gram masing-masing dimasukkan ke dalam labu 25 mL larutan ion Pb(II) 100 ppm dikocok menggunakan pengaduk selama 30 menit.

Kemudian disentrifuse selama 5 menit untuk memisahkan filtrat dan endapan. Kadar logam yang tersisa diukur dengan ICP-AES. Hal yang sama juga dilakukan terhadap ion logam Cd(II).

b. Penentuan pH Optimum

Dosis HES optimum dimasukkan ke dalam 5 Erlenmeyer. Kemudian 25 mL larutan ion Pb(II) 100 ppm yang telah diatur pHnya dengan NH₃ ditambahkan ke masing-masing Erlenmeyer pH yang digunakan, yaitu 4, 5, 6, 7 dan 8.

Selanjutnya larutan tersebut dikocok menggunakan pengaduk selama 30 menit dan filtratnya yang dianalisis dengan ICP-AES. Hal yang sama juga dilakukan terhadap ion logam Cd(II) (Buhani *et al.*, 2010).

c. Penentuan Waktu Optimum

Dosis HES optimum dimasukkan ke dalam 5 Erlenmeyer. Kemudian 25 mL larutan ion Pb(II) 100 ppm dengan pH optimum ditambahkan ke masing-masing Erlenmeyer.

Selanjutnya larutan tersebut dikocok menggunakan pengaduk dengan variasi waktu dari 5, 15, 30, 60, dan 120 menit dan filtratnya yang dianalisis dengan ICP-AES. Hal yang sama juga dilakukan terhadap ion logam Cd(II) (Buhani *et al.*, 2010).

d. Penentuan Konsentrasi Logam Optimum

Dosis HES optimum dimasukkan ke dalam 5 Erlenmeyer. Kemudian 25 mL larutan ion Pb(II) 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm dengan pH optimum ditambahkan ke masing-masing Erlenmeyer.

Selanjutnya larutan tersebut dikocok menggunakan pengaduk selama waktu optimum dan filtratnya yang dianalisis dengan ICP-AES. Hal yang sama juga dilakukan terhadap ion logam Cd(II) (Buhani *et al.*, 2010).