

### III. METODOLOGI PENELITIAN

#### A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan April sampai Agustus 2012 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Biokimia FMIPA Universitas Lampung. Pengambilan alga *Chaetoceros* sp di Balai Budidaya Laut (BBL) Lampung.

#### B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas laboratorium, gelas plastik, pengaduk magnetit, termometer, oven, pH indikator universal, *shaker*, kertas saring *Whatman* No.42, spektrofotometer *IR*, *SSA*, dan *XRD*.

Bahan-bahan digunakan pada penelitian ini adalah *TEOS*, biomassa alga *Chaetoceros* sp, etanol p.a merck, etanol teknis, akuades,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  p.a merck,  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  p.a merck,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

## C. Prosedur Penelitian

### 1. Penyiapan Biomassa Alga

Biomassa alga diperoleh dari isolasi alga *Chaetoceros* sp yang dihasilkan dari pembudidayaan dalam skala laboratorium di Balai Budidaya Laut (BBL) Lampung. Biomassa alga yang dihasilkan dalam bentuk nata, dinetralkan dengan menggunakan aquades hingga pH 7, dan dikeringkan pada suhu ruang selama 3-4 hari. Kemudian alga yang sudah kering digerus sampai halus dan dioven pada suhu 40°C selama 2-3 jam hingga berat konstan.

### 2. Sintesis Alga-Silika (AS)

Larutan A, sebanyak 1:1 larutan TEOS (4 mL) dan akuades (4 mL) dicampur dalam wadah plastik, kemudian ditambahkan HCl 0,1M hingga pH 2, diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Larutan B, sebanyak 4 mL etanol dengan variasi biomassa alga yaitu 0,4 ; 0,6 ; dan 0,8 gram diaduk hingga terbentuk gel. Gel basah yang terbentuk didiamkan selama 24 jam kemudian dicuci dengan etanol dan akuades sampai pH 7 dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 40°C sampai berat konstan. Material yang dihasilkan digunakan untuk uji adsorpsi.

### 3. Sintesis Alga-Silika-Magnetit (AS-magnetit)

Larutan A, sebanyak 1:1 larutan TEOS (4 mL) dan akuades (4 mL) ditambahkan magnetit dengan variasi konsentrasi yaitu: 50, 100, dan 200 mg, lalu ditambahkan beberapa tetes HCl 0,1 M hingga pH 2. Diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Larutan B, terdiri dari 4 mL etanol ditambah dengan alga optimum pada percobaan (2) dan diaduk dengan pengaduk magnetit. Kedua

larutan dicampur hingga terbentuk gel. Gel basah yang terbentuk didiamkan selama 24 jam kemudian dicuci dengan etanol dan akuades sampai pH 7, dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 40°C sampai berat konstan selanjutnya digerus dengan ukuran 100-200 mesh. Material yang dihasilkan digunakan untuk uji adsorpsi.

#### **4. Karakterisasi Material**

Untuk mengetahui perubahan gugus-gugus fungsional utama dalam material alga, AS dan AS-magnetit dilakukan analisis dengan spektrofotometer *IR*. Untuk mengetahui struktur kristal dari magnetit, silika-magnetit, AS, dan AS-magnetit dilakukan karakterisasi menggunakan spektrofotometer *XRD*. Untuk menentukan kadar ion logam yang teradsorpsi pada material AS, dan AS-magnetit dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer *SSA*.

#### **5. Uji Adsorpsi**

##### **a. Waktu Interaksi**

Sebanyak 50 mg material adsorben yang terdiri dari AS dan AS-magnetit optimum pada percobaan 2 dan 3 masing-masing ditambahkan 25 mL larutan dengan konsentrasi 100 mg L<sup>-1</sup> Ni(II) dan Zn(II) dilakukan dengan variasi waktu interaksi yaitu 0, 5, 15, 30, 45, 60 dan 90 menit. Setelah itu masing-masing larutan diaduk dan dilanjutkan dengan dilakukannya sentrifugasi. Filtrat yang dihasilkan dianalisis dengan menggunakan *SSA*.

**b. Isoterm Adsorpsi**

Sebanyak 50 mg material adsorben yang terdiri dari AS dan AS-magnetit optimum pada percobaan 2 dan 3 masing-masing ditambahkan 25 mL larutan dengan variasi konsentrasi 0, 50, 100, 150, 200 dan 250 mg L<sup>-1</sup> Ni(II) atau Zn(II) pada pH 6, dengan waktu interaksi optimum pada percobaan 5a. Setelah itu masing-masing larutan diaduk dan dilanjutkan dengan sentrifugasi. Filtrat yang dihasilkan, dianalisis dengan SSA untuk menentukan nilai kapasitas adsorpsinya.