

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Mei sampai Juli 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik/Fisik FMIPA Universitas Lampung. Penyiapan alga *Porphyridium* sp. di Balai Besar Perikanan Budidaya Laut Lampung (BBPBL). Karakterisasi material menggunakan spektrofotometer infra merah (*IR*), difraksi sinar-X (*XRD*) serta uji adsorpsi menggunakan spektrofotometer serapan atom (*SSA*) dilakukan di Laboratorium kimia organik dan kimia analitik Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, gelas kimia plastik, neraca analitik, oven, labu ukur, pH indikator universal, *magnetic stirrer*, kertas saring *Whatman* No. 42, sentrifuga, spektrofotometer *IR* Shimadzu, spektrofotometer serapan atom (*SSA*) Perkin Elmer seri AA 3110, dan *X-Ray Diffraction* (*XRD*).

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah, biomassa alga *Porphyridium* sp., akuades, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, larutan HCl 1M, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, etanol p.a., NH_4OH 1 M, TEOS, CH_3COONa 0,1 M, HNO_3 0,1 M, NaOH 0,1 M.

C. Prosedur Penelitian

1. Sintesis biomassa alga *Porphyridium* sp. – silika (PS)

Sebanyak 5 mL TEOS dicampurkan dalam 2,5 mL akuades ke dalam gelas plastik. Kemudian ditambahkan HCl 1 M hingga pH larutan mencapai pH 2 dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 40 menit (Larutan A). Di tempat lain, sebanyak 0,4 g biomassa *Porphyridium* sp. dicampur dengan etanol sebanyak 5 mL, campuran tersebut dicampurkan ke dalam gelas plastik kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit (Larutan B). Setelah larutan A homogen, Larutan B ditambahkan ke dalam larutan A disertai pengadukan menggunakan pengaduk magnet sampai larutan tersebut menjadi gel. Gel yang terbentuk disaring dengan kertas saring *Whatmann* No. 42, lalu didiamkan selama 24 jam. Gel kemudian dibilas dengan menggunakan aquades dan etanol (60:40) hingga pH \approx 7. Selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 40 – 60 °C selama 2-3 jam dan digerus hingga halus (Buhani *and* Suharso, 2009).

2. Sintesis Magnetit (Fe₃O₄)

Sebanyak 5,41 g FeCl₃.6H₂O dilarutkan dalam 10 mL aquades (larutan A) dan 5,56 g FeSO₄.5H₂O dilarutkan dalam 10 mL aquades (larutan B). Selanjutnya (larutan A) dicampur dengan (larutan B) disertai pengadukan hingga larutan menjadi homogen. Setelah larutannya homogen ditambahkan NH₄OH 1 M tetes demi tetes (kurang lebih sampai pH > 10,5) sampai terbentuk endapan hitam. Kemudian endapan hitam yang terbentuk disaring dengan kertas saring *Whatmann* No.42, lalu didiamkan selama 24 jam. Setelah itu endapan tersebut dibilas dengan

aquades dan etanol (60:40) hingga pH \approx 7. Endapan kemudian dioven pada suhu 40 °C selama 2-3 jam hingga berat konstan, selanjutnya digerus hingga halus.

3. *Porphyridium* sp. – silika – magnetit (PSM)

Sebanyak 5 mL TEOS dimasukkan ke dalam 2,5 mL akuades, kemudian ditambahkan magnetit sebanyak 0,1 g, dimasukkan ke dalam wadah plastik, diaduk selama 30 menit. Saat pengadukan, ditambahkan HCl tetes demi tetes hingga pH larutan mencapai pH 2 (Larutan C). Di wadah lain, biomassa *Porphyridium* sp sebanyak 0,4 g dicampur dengan 5 mL etanol, kemudian diaduk selama 30 menit (Larutan D). Selanjutnya (larutan C) dicampur dengan (Larutan D) disertai pengadukan hingga larutan menjadi homogen dan membentuk suatu gel. Gel yang terbentuk kemudian didiamkan selama 24 jam. Gel kemudian dicuci menggunakan aquades dan etanol (60:40) hingga pH filtrat mendekati pH 7. Lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 40 – 60 °C selama 2-3 jam dan digerus hingga halus.

4. Karakterisasi

Biomassa alga *Porphyridium* sp., biomassa alga *Porphyridium* sp. – silika (PS) dan *Porphyridium* sp. – silika – magnetit (PSM) dikarakterisasi dengan *IR* untuk mengetahui gugus-gugus fungsional utama yang terkandung dalam alga tersebut. Untuk menentukan kadar ion logam yang teradsorpsi pada material PS dan PSM dilakukan analisis menggunakan SSA. Material Magnetit, PS dan PSM dilakukan analisis menggunakan *XRD*, untuk mengetahui tingkat kekristalan.

5. Uji Adsorpsi

a. Penentuan pH optimum

Sebanyak 50 mg material alga (PS dan PSM) dimasukkan masing-masing ke dalam 7 buah labu erlenmeyer. Kemudian sebanyak 20 mL larutan ion logam Ni(II) 100 ppm ditambahkan ke dalam masing-masing labu erlenmeyer. Masing-masing labu erlenmeyer diatur pH yang berbeda dengan menggunakan larutan penyangga. pH yang digunakan yaitu, 3, 4, 5, 6, 7, 8, dan 9. Kemudian larutan diaduk dengan pengaduk selama 1 jam (Mersiana, 2013). Setelah itu larutan dipisahkan dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan SSA. Prosedur ini juga diterapkan dengan menggunakan larutan ion logam Zn(II).

b. Variasi Konsentrasi

Sebanyak 50 mg material alga (PS dan PSM) dimasukkan masing-masing ke dalam 6 buah labu erlenmeyer. Kemudian sebanyak 20 mL larutan ion logam Ni(II) dengan konsentrasi yang berbeda yakni, 0, 25, 50, 100, 200 dan 300 ppm. Masing-masing labu erlenmeyer dibuat kondisi pH optimum sesuai hasil percobaan (a) dan diaduk selama 1 jam (Mersiana, 2013). Kemudian larutan dipisahkan dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan SSA. Prosedur ini juga diterapkan dengan menggunakan larutan ion logam Zn(II).