

### **III. METODE 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 *nitzschia* sp di Balai Besar Perikanan Budidaya Laut Lampung (BBPBL). Identifikasi gugus fungsional menggunakan alat spektrofotometer *IR* di Laboratorium Kimia Organik FMIPA Universitas Gajah Mada. Uji adsorpsi menggunakan alat spektrofotometer serapan atom (SSA), untuk menentukan struktur kristal menggunakan alat *X-ray diffraction (XRD)* di Laboratorium Kimia Analitik FMIPA Universitas Gajah Mada, dan analisis morfologi permukaan adsorben menggunakan *scanning electron microscope (SEM)*, serta *energy dispersive X-ray (EDX) spectroscopy* untuk analisis komposisi unsur di Laboratorium Biomassa Universitas Lampung.

#### **B. Alat dan Bahan**

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, gelas plastik, neraca analitik, oven, labu ukur, pH indikator universal, *magnetic stirrer*, kertas saring *Whatman* No. 42, sentrifius, *shaker*, spektrofotometer *IR*, *SSA*, *XRD*, dan *SEM-EDX*.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah, biomassa alga *Nitzschia sp*, TEOS (tetraetilortosilikat), akuades, larutan HCl 1M, FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O, FeSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O, NH<sub>4</sub>OH, larutan CuSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O, larutan CdSO<sub>4</sub>.8H<sub>2</sub>O, larutan Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, larutan CH<sub>3</sub>COONa dan etanol p.a.

## **C. Prosedur Penelitian**

### **1. Sintesis**

#### **a. Magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)**

Sebanyak 5,41 gram FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 10 ml akuades (larutan A) dan 5,56 gram FeSO<sub>4</sub>.5H<sub>2</sub>O dilarutkan dalam 10 ml akuades (larutan B). Selanjutnya (larutan A) dicampur dengan (larutan B) disertai pengadukkan hingga larutan menjadi homogen. Setelah larutannya homogen ditambahkan NH<sub>4</sub>OH 1 M tetes demi tetes (kurang lebih sampai pH > 10,5) sampai terbentuk endapan hitam. Kemudian endapan hitam yang terbentuk disaring dengan kertas saring *Whatman* No.42, lalu didiamkan selama 24 jam. Setelah itu endapan tersebut dibilas dengan akuades dan etanol (60:40) hingga pH ≈ 7. Endapan kemudian dioven pada suhu 40°C selama 2-3 jam hingga berat konstan, selanjutnya digerus hingga halus.

#### **b. Hibrida Alga Silika (HAS)**

Sebanyak 5 mL TEOS dicampurkan dalam 5 mL akuades ke dalam gelas plastik. Kemudian ditambahkan HCl 1M hingga pH larutan mencapai pH 2 dan diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit (Larutan A). Di tempat lain, sebanyak 0,8 g biomassa *Nitzschia 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 akuades dan etanol (60:40) hingga pH  $\approx$  7. Selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu 40°C selama 2-3 jam dan digerus hingga halus.

### **c. Hibrida Alga Silika–Magnetit (HAS-M)**

Sebanyak 5 mL TEOS dimasukkan ke dalam 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 *Nitzschia sp* sebanyak 0,8 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 dicuci menggunakan akuades dan etanol (60:40) hingga pH filtrat mendekati pH 7. Lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 40 °C selama 2-3 jam dan digerus hingga halus.

## **2. Karakterisasi**

Biomassa alga *Nitzschia sp*, HAS dan HAS-M dikarakterisasi dengan *IR* untuk mengetahui gugus-gugus fungsional utama yang terkandung dalam alga tersebut. Material magnetit, HAS dan HAS-M dilakukan analisis menggunakan *X-ray diffraction (XRD)*, untuk mengetahui struktur kristalnya dan dilakukan analisis

menggunakan *scanning electron microscope (SEM)* untuk menganalisis morfologi permukaan serta *energy dispersive X-ray (EDX) spectroscopy* untuk analisis komposisi unsur.

### **3. Uji Adsorpsi**

#### **a. Penentuan pH optimum**

Sebanyak 50 mg adsorben (HAS dan HAS-M) dimasukkan masing-masing ke dalam 7 buah labu erlenmeyer. Kemudian sebanyak 20 mL larutan ion logam Cu(II) 100 ppm ditambahkan ke dalam masing-masing labu erlenmeyer. Masing-masing labu erlenmeyer diatur pH yang berbeda dengan menggunakan larutan penyangga ( $\text{CH}_3\text{COONa}$ ). 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 disentrifius dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan SSA. Prosedur ini juga diterapkan dengan menggunakan larutan ion logam Cd(II) dan Pb(II) dengan konsentrasi masing-masing 100 ppm.

#### **b. Penentuan variasi konsentrasi logam**

Sebanyak 50 mg material alga (HAS dan HAS-M) dimasukkan masing-masing ke dalam 6 buah labu erlenmeyer. Kemudian sebanyak 20 mL larutan ion logam Cu(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 (b). Kemudian larutan diaduk dengan pengaduk selama 1 jam (Mersiana, 2013). Setelah itu larutan disentrifius dan filtrat yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan SSA. Prosedur ini juga diterapkan dengan menggunakan larutan ion logam Cd(II) dan Pb(II).