

III. METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Mei sampai Juli 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Lampung. Penyiapan alga *Spirulina* sp di Balai Besar Pengembangan Budidaya Laut Lampung (BBPBL). Identifikasi gugus fungsional menggunakan alat spektrofotometer inframerah (*IR*). Kadar ion logam yang teradsorpsi dilakukan analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), dan tingkat kekristalan digunakan Difraktometer Sinar-X (*XRD*).

B. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas, gelas plastik, neraca analitik, oven, labu ukur, pH indikator universal, pH meter, kertas saring *Whatman* No.42, *waterbath*, spektrofotometer *IR*, *XRD* dan SSA. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah, biomassa alga *Spirulina* sp, tetraetilorthosilikat (TEOS), etanol teknis, akuades, larutan $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, larutan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, HCl 1 M, magnetit (Fe_3O_4), NH_4OH 1 M, TEOS, CH_3COONa 0,1 M, HNO_3 0,1 M, NaOH 0,1 M.

C. Prosedur Penelitian

1. Pembuatan Biomassa Alga *Spirulina* sp

Biomassa alga *Spirulina* sp diperoleh dari pembudidayaan dalam skala Laboratorium di Balai Budidaya Laut (BBL) Lampung. Alga yang diperoleh kemudian dikeringkan selama 3 hari. Selanjutnya di oven pada suhu 40°C selama 2-3 jam. Setelah dioven alga digerus hingga halus.

2. Sintesis HAS

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

3. Sintesis HASM

Larutan A, 5 mL TEOS dan 2,5 mL akuades ditambahkan 0,05 g partikel magnetit dimasukkan ke dalam gelas plastik, lalu diaduk selama 30 menit dengan pengaduk magnet. Saat pengadukan, ditambahkan HCl 1 M hingga pH 2. Larutan B, sebanyak 0,4 g biomassa alga *Spirulina* sp dicampurkan dengan 5 mL etanol diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Kemudian kedua larutan tersebut dicampur hingga terbentuk gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam lalu dicuci dengan etanol dan akuades sampai pH 7. Gel dikeringkan di dalam oven pada suhu 40°C selama 2-3 jam, selanjutnya digerus dengan ukuran 100-200 mesh. Percobaan ini diulang dengan variasi magnetit 0,1 dan 0,2 g.

4. Karakterisasi Material

Untuk mengetahui perubahan gugus-gugus fungsional utama dalam biomassa alga *Spirulina* sp, HAS, dan HASM dilakukan analisis dengan spektrofotometer *IR*. Analisis untuk mengetahui posisi atom struktur kristal dari magnetit dilakukan karakterisasi menggunakan alat *XRD*. Kadar ion logam yang teradsorpsi pada biomassa alga *Spirulina* sp, HAS, dan HASM dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer *SSA*.

5. Uji Adsorpsi

a. Penentuan pH Optimum

Sebanyak 50 mg adsorben HAS dan HASM dengan konsentrasi optimum dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer. Kemudian sebanyak 20 mL larutan $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi ion Cd(II) 100 ppm ditambahkan ke dalam masing-masing labu erlenmeyer. Masing-masing labu erlenmeyer dibuat pH yang berbeda dengan menggunakan larutan penyangga pH yang digunakan, yaitu 3, 4, 5, 6, 7, 8, dan 9 kemudian diaduk dengan pengaduk selama 60 menit (Mersiana, 2013). Setelah selesai, adsorben dan larutan dipisahkan menggunakan sentrifugasi. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis secara kuantitatif dengan SSA. Prosedur ini diulang dengan menggunakan larutan Cu(II) dan Pb(II) .

b. Penentuan Konsentrasi Logam Optimum

Sebanyak 50 mg adsorben HAS dan HASM dengan konsentrasi optimum dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer yang berbeda kemudian ditambahkan 20 mL larutan $\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi ion Cd(II) yang berbeda, yaitu 0,25, 30, 100, 200, dan 300 ppm waktu pengadukan 60 menit (Mersiana, 2013) dan pH optimum. Setelah pengadukan, adsorben dan larutan dipisahkan menggunakan sentrifugasi. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis dengan SSA. Prosedur ini diulang dengan menggunakan larutan Cu(II) dan Pb(II) .