

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Oktober 2012 sampai Januari 2013 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Biokimia Jurusan Kimia Universitas Lampung, serta penyiapan alga *Chaetoceros* sp di Balai Besar Pengembangan Budidaya Laut Lampung.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas laboratorium, pipet tetes, spatula, oven, corong, batang pengaduk, kertas pH, pengaduk magnet, kertas saring whatman No.42, spektrofotometer *IR* Prestige-21 Shimadzu, SSA Perkin Elmer 3100, dan SEM *type* JSM 6360 LA

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah alga *Chaetoceros* sp, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p.a merck, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p.a merck, magnetit (Fe_3O_4), NaOH, TEOS, HCl, NH_4OH , aquades, dan etanol.

C. Prosedur Penelitian

1. Penyiapan Biomassa Alga *Chaetoceros* sp

Alga *Chaetoceros* sp dihasilkan dari pembudidayaan dalam skala laboratorium di Balai Budidaya Laut (BBL) Lampung. Alga *Chaetoceros* sp yang dihasilkan kemudian dinetralkan dengan menggunakan aquades hingga pH 7 dan dikering anginkan selama 3-4 hari pada suhu ruang. Alga yang sudah kering digerus sampai halus setelah itu dioven dengan $T \pm 40^{\circ}\text{C}$ dalam selang waktu 2-3 jam.

2. Sintesis

a. Hibrida alga silika (HAS)

Larutan A, sebanyak 5 mL larutan TEOS dan 2,5 mL akuades dicampur dalam wadah plastik, kemudian ditambahkan HCl 0,1M hingga pH 2, diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Larutan B, sebanyak 5 mL etanol ditambahkan dengan biomassa alga *Chaetoceros* sp sebanyak 0,6 g (Musrifatun, 2012) 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.

b. HAS-magnetit (Fe_3O_4)

Larutan A, sebanyak 5 mL larutan TEOS dan akuades 2,5 mL ditambahkan dengan magnetit sebanyak 0,2 g (Musrifatun,2012), lalu ditambahkan beberapa tetes HCl 0,1 M hingga pH 2. Diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Larutan B, sebanyak 5 mL etanol ditambah dengan biomassa alga *Chaetoceros* sp sebanyak 0,6 (Musrifatun, 2012) diaduk dengan pengaduk magnet. 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.

3. Karakterisasi

Untuk mengetahui perubahan gugus-gugus fungsional utama dalam material alga, silika-alga, dan alga dengan pelapisan silika-magnet dilakukan analisis dengan spektrofotometer *IR*. Untuk menentukan bentuk morfologi dan unsur yang terdapat pada material tersebut menggunakan *SEM*. Untuk menentukan kadar ion logam yang teradsorpsi pada material alga, alga-silika, dan alga dengan pelapisan silika-magnet dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer *SSA*.

4. Uji adsorpsi

a. Laju Adsorpsi

Biomassa alga *Chaetoceros* sp masing-masing sebanyak 50 mg, HAS dan HAS-Magnetit (Fe_3O_4) masing-masing ditambahkan dari larutan Pb(II) dan Cu(II) 100 mg L⁻¹ sebanyak 20 mL dengan pH 6. Kemudian dilakukan variasi waktu interaksi yaitu 5, 15, 30, 45, 60 dan 90 menit. Selanjutnya, masing-masing larutan diaduk dan dilanjutkan dengan sentrifugasi. Setelah disentrifus, filtrat dan endapannya akan terpisah. Filtrat yang dihasilkan, dianalisis dengan SSA (Buhani *et al.*, 2009).

b. Isoterm adsorpsi

Biomassa alga *Chaetoceros* sp masing-masing sebanyak 50 mg, HAS, dan HAS-Magnetit (Fe_3O_4) ditambahkan 20 mL larutan dengan variasi konsentrasi 0, 25, 50, 150, 200, 300, dan 400 mg L⁻¹ Pb(II) dan Cu(II) pada pH 6. Kemudian masing-masing larutan tersebut diaduk pada waktu optimum (4a) dan dilanjutkan dengan sentrifugasi. Setelah disentrifus, filtrat dan endapannya akan terpisah. Filtrat yang dihasilkan, dianalisis dengan SSA untuk menentukan nilai kapasitas adsorpsinya (Buhani *et al.*, 2009).