

III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan April sampai Juli 2013 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Biokimia FMIPA Universitas Lampung. Pengambilan alga *Chaetoceros* sp di Balai Besar Pengembangan Budidaya Laut Lampung. Identifikasi gugus fungsional menggunakan alat spektrofotometer *IR* Prestige-21 Shimadzu dilakukan di Laboratorium Kimia Organik FMIPA Universitas Gajah Mada. Analisis morfologi permukaan menggunakan SEM *type* JSM 6360 LA, dan kadar ion logam yang teradsorpsi dilakukan analisis menggunakan SSA (Perkin Elmer 3100) dilakukan di Laboratorium Analitik FMIPA Universitas Gajah Mada.

.

B. Alat dan Bahan

1. Alat-alat

Peralatan yang akan digunakan pada penelitian ini antara lain alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium seperti gelas kimia, gelas plastik, gelas ukur, pipet tetes, spatula, corong, neraca analitis, pengaduk magnet, batang pengaduk, oven, pH indikator universal, kertas saring *Whatman* No.42, spektrofotometer *IR*,

Scanning Electron Microscope (SEM), dan Spektrofotometer serapan atom (SSA).

2. Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah alga *Chaetoceros* sp, TEOS, HCl 1 M, NH₃, magnetit (Fe₃O₄), Ni(NO₃)₂•6H₂O p.a merck, Cu(NO₃)₂•3H₂O p.a merck, Zn(NO₃)₂•6H₂O p.a Merck, Cd(NO₃)₂•4H₂O p.a Merck, Pb(NO₃)₂•6H₂O p.a Merck, etanol p.a Merck, etanol teknis, akuades, NaOH, dan Na₂EDTA 0,1 M.

C. Prosedur Penelitian

1. Penyiapan Biomassa Alga *Chaetoceros* sp

Biomassa alga diperoleh dari isolasi alga *Chaetoceros* sp yang dihasilkan dari pembudidayaan dalam skala laboratorium di Balai Besar Pengembangan Budidaya Laut Lampung. Biomassa alga yang dihasilkan dalam bentuk nata, dinetralkan dengan menggunakan akuades 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

a. Hibrida alga silika (HAS)

Sebanyak 5 mL TEOS dicampurkan dalam 2,5 mL akuades yang dimasukkan ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan dengan 5 mL etanol dan biomassa alga *Chaetoceros* sp 0,6 g (Musrifatun, 2012) sambil diaduk dengan pengaduk magnet sampai larutan tersebut homogen. Setelah itu ditambahkan beberapa tetes HCl 1M hingga pH 2. Selanjutnya diaduk dengan pengaduk magnet selama 30 menit sampai larutan homogen. Gel yang terbentuk didiamkan selama 24 jam. Kemudian dicuci dengan menggunakan akuades hingga pH 7. Setelah dicuci dengan etanol dan akuades, lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 40°C dan dihaluskan. Hasil yang diperoleh kemudian dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer *IR*.

b. HAS-magnetit (Fe₃O₄)

Larutan A, sebanyak 5 mL larutan TEOS dan akuades 2,5 mL ditambahkan magnetit sebesar 0,2 g, 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 biomassa alga *Chaetoceros* sp sebanyak 0,6 g (Musrifatun, 2012) dan 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 selanjutnya digerus dengan ukuran 100-200 mesh.

3. Karakterisasi

Untuk mengetahui perubahan gugus-gugus fungsional utama dalam material alga, HAS dan HAS-magnetit dilakukan analisis dengan spektrofotometer *IR*. Analisis morfologi permukaan dari material alga, HAS, dan HAS-magnetit dilakukan analisis dengan *SEM*. Kadar ion logam yang teradsorpsi pada material alga, HAS, dan HAS-magnetit dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer SSA.

4. Uji adsorpsi

a. Monologam

Sebanyak 50 mg material adsorben (alga, HAS, HAS-magnetit) ditambahkan dengan masing-masing 20 mL larutan ion logam Ni(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II), dan Pb(II) dengan konsentrasi $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$. Adsorpsi dilakukan dalam sistem *batch* menggunakan pengaduk magnet pada pH 6 dengan waktu selama 1 jam, lalu larutan disentrifugasi. Filtrat diambil untuk dianalisis kadar logam yang tersisa dalam larutan dengan spektrofotometer SSA. Endapan yang diperoleh dibilas dengan 20 mL akuades kemudian ditambahkan dengan 20 mL Na_2EDTA 0,1 M lalu disaring. Selanjutnya dilakukan analisis dengan spektrofotometer SSA (tiga kali pengulangan).

b. Pasangan ion

Sebanyak 50 mg material adsorben (alga, HAS, HAS-magnetit) diinteraksikan dengan 20 mL larutan yang mengandung pasangan ion logam Ni(II)/Cu(II), Ni(II)/Zn(II), Ni(II)/Cd(II), Ni(II)/Pb(II), Cu(II)/Zn(II), Cu(II)/Cd(II),

Cu(II)/Pb(II), Zn(II)/Cd(II), Zn(II)/Pb(II), Cd(II)/Pb(II) dengan masing-masing konsentrasi $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$. Adsorpsi dilakukan dalam sistem *batch* menggunakan pengaduk magnet pada pH 6 dengan waktu selama 1 jam. Larutan disentrifugasi, filtrat diambil untuk dianalisis kadar logam yang tersisa dalam larutan dengan spektrofotometer SSA (tiga kali pengulangan).

c. Multilogam

Sebanyak 250 mg material adsorben (alga, HAS, HAS-magnetit) ditambahkan dengan 100 mL larutan yang mengandung ion logam Ni(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II), dan Pb(II) dengan masing-masing konsentrasi $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$. Adsorpsi dilakukan dalam sistem *batch* menggunakan pengaduk magnet pada pH 6 dengan waktu selama 1 jam. Larutan disentrifugasi, filtrat diambil untuk dianalisis kadar logam yang tersisa dalam larutan dengan spektrofotometer SSA (tiga kali pengulangan).