

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan selama 7 bulan dari bulan Februari hingga Maret dan Juli hingga November 2020. Pengambilan sampel air sumur dilakukan pada tanggal 28 September 2020. Tempat penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Teknik Universitas Bangka Belitung. Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Glabs Indonesia Utama dan Laboratorium Universitas Negeri Padang. Pengujian sampel *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini : wadah untuk mencuci kaolin, ayakan 100 mesh, oven, gelas kimia 500 mL, labu ukur 500 dan 1000 mL, erlenmeyer 100 mL, batang pengaduk, spatula, timbangan digital, termometer IR, *stirrer*, *hot plate stirrer*, *magnetic stirrer*, *orbital shaker*, corong, kertas saring, pH meter, instrumen XRD (*X-Ray Diffraction*) Rigaku Miniflex 600 D/teX ultra 1D, FTIR (*Fourrier Transform Infra Red*) Bruker Alpha with Znse Beam Splitter, dan AAS (*Atomic Adsorption Spectroscopy*) 210 Buckscientific.

3.2.2 Bahan

Bahan yang diperlukan antara lain : kaolin alam yang berasal dari Desa Merawang, Kabupaten Bangka; H₂SO₄ 96% (Mallinckrodt); akuades; FeSO₄.7H₂O (Merck); FeCl₃ (Merck); NaOH (Merck); HNO₃ 65% (Merck); dan air sumur yang diambil dari Kecamatan Rejosari, Pangkalpinang.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel Air Sumur

Sampel air diambil dari sumur bor di daerah Rejosari Pangkalpinang, Kepulauan Bangka Belitung. Sampel diambil berdasarkan SNI 6989.59-2008 mengenai Metoda Pengambilan Contoh Air Limbah. Sampel air sumur

ditambahkan FeCl_3 sebanyak 0,01 gram dalam 100 mL air sumur (Murtini *et al.*, 2009; Prambaningrum *et al.*, 2009) dan sampel dipreparasi menurut SNI 06-6989.4-2004 mengenai Cara Uji Besi (Fe) dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-Nyala.

3.3.2 Preparasi dan Aktivasi Kaolin Alam

Kaolin alam yang telah diambil dari Desa Merawang, Kabupaten Bangka dicuci dengan akuades dan dipisahkan dengan pengotornya, kemudian kaolin dikeringkan untuk selanjutnya digerus dan diayak dengan menggunakan ayakan 100 mesh. Proses aktivasi dimodifikasi dari Nurhadini *et al.* (2019), dilakukan dengan menambahkan 10 gram kaolin ke dalam H_2SO_4 2 M sebanyak 100 mL. Campuran tersebut diaduk selama 6 jam menggunakan *magnetic stirrer* dan disaring dengan kertas saring. Selanjutnya residu dinetralkan menggunakan akuades dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 24 jam.

3.3.3 Sintesis Komposit Kaolin-Magnetit

Sintesis kaolin-magnetit dilakukan dengan pencampuran kaolin saat sintesis magnetit melalui metode kopresipitasi. Preparasi kaolin-magnetit dimodifikasi dari Magdy *et al.* (2017), 4,17 gr $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan 4,86 gr FeCl_3 dilarutkan dalam 60 mL akuades, kemudian larutan dipanaskan pada suhu 70°C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*. Dimasukkan kaolin sedikit-sedikit pada larutan yang sedang diaduk dengan *magnetic stirrer* hingga homogen, kemudian ditambahkan tetes demi tetes NaOH 5M tetes demi tetes hingga pH 11-12 dan terbentuk endapan besi oksida berwarna hitam. Pisahkan endapan menggunakan penyaring vakum dan cuci endapan dengan akuades beberapa kali hingga sisa NaOH hilang dan pH filtrat menjadi netral (pH=7), kemudian keringkan residu pada suhu 100°C .

Massa magnetit yang dihasilkan sebanyak 3,467 gram. Jumlah kaolin yang ditambahkan sesuai dengan massa magnetit yang diperoleh dengan perbandingan massa kaolin:magnetit = 1:1, 2:1, dan 3:1.

3.3.4 Karakterisasi Adsorben

Karakterisasi adsorben dilakukan dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dan ikatan yang terdapat pada kaolin alam teraktivasi,

magnetit, dan kaolin/magnetit. Selain itu dilakukan juga karakterisasi menggunakan XRD untuk memperoleh informasi kristalinitas pada adsorben. Data yang didapatkan dari analisis menggunakan FTIR dan XRD, selanjutnya dilakukan identifikasi dengan mencocokkan dengan literatur yang ada dan untuk data XRD puncak-puncaknya dicocokkan dengan *database Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS)*.

3.3.5 Uji Adsorpsi Pada Air Sumur

A. Penentuan Variasi Perbandingan Kaolin/Magnetit

Penentuan variasi perbandingan kaolin/magnetit dilakukan dengan menggunakan perbandingan massa kaolin/magnetit yaitu 1:1, 2:1, dan 3:1; yang kemudian dibandingkan dengan masing-masing adsorben kaolin dan magnetit dalam mengadsorpsi logam Fe dalam air sumur. Sebanyak masing-masing 1 gram kaolin, magnetit dan kaolin/magnetit 1:1, 2:1, dan 3:1 dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 50 mL air sumur. Masing-masing adsorben ini diberikan perlakuan yang sama yaitu diaduk menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 100 rpm selama 60 menit pada suhu ruang. Adsorben dipisahkan dengan cara disaring menggunakan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan endapan.

B. Penentuan Waktu Pengadukan Optimum

Penentuan pengaruh waktu pengadukan dilakukan dengan menggunakan variasi waktu kontak 15 menit, 30 menit, 60 menit, 90 menit, dan 120 menit. Sebanyak 1 gram kaolin/magnetit dimasukkan dalam erlenmeyer yang berisi masing-masing 50 mL air sumur, kemudian diaduk dengan menggunakan *orbital shaker* dengan kecepatan 100 rpm dengan waktu pengadukan yang divariasikan. Larutan yang telah diaduk disaring menggunakan kertas saring.

C. Teknik Pengumpulan dan Analisis Data

Pengumpulan data dilakukan dengan analisis Spektrofotometer Serapan Atom (AAS). Data yang diperoleh berupa absorbansi dari masing-masing larutan yang kemudian dihitung konsentrasi logam Fe teradsorpsi (selisih konsentrasi

logam Fe awal dan konsentrasi sisa yang terdapat dalam larutan). Persen efisiensi adsorpsi dihitung berdasarkan persamaan :

$$\% \text{Efisiensi Adsorpsi} = \frac{(C_i - C_f)}{C_i} \times 100\%$$

Dimana C_i dan C_f adalah konsentrasi awal dan konsentrasi akhir.

