

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Tempat penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fakultas Teknik Universitas Bangka Belitung. Pengujian sampel *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Universitas Negeri Padang dan analisis *Atomic Absorption Spectrofotometer* (AAS) dilakukan di Laboratorium Dinas Lingkungan Hidup Provinsi Kepulauan Bangka Belitung. Penelitian dilakukan dari bulan dari bulan Februari hingga Agustus 2020. Pengambilan sampel kaolin dilakukan pada bulan November 2019 di daerah Merawang, Kabupaten Bangka, Provinsi Kepulauan Bangka Belitung.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : Kaolin alam, HCl 37% pa, HNO₃ 65% pa (merck), NaOH pa (merck), FeCl₃.6H₂O pa (merck), CuSO₄.5H₂O pa (merck) dan akuades.

3.2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain : *beaker glass* 250 dan 1000 ml, gelas ukur 10 dan 50 ml, ayakan 100 mesh, labu ukur 250 dan 500 ml, erlenmeyer 50, 250 ml, batang pengaduk, spatula, oven, botol sampel, timbangan digital, cawan porselin, botol semprot, corong berukuran sedang, kertas saring, mortar, pipet tetes, *hot plate*, *magnetit stirer*, *Aluminium Foil*, plastik sampel, pH meter, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) Bruker Alpha with Znse beam splitter, *X-Ray Diffractometer* (XRD) *pattern Rigaku Minifex 600 D/teX ultra ID*, dan Spektrometer Serapan Atom (SSA) merek (Shimadzu).

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Preparasi Kaolin

Metode aktivasi kaolin alam yang digunakan mengacu pada Sari dkk (2016). Kaolin alam dibersihkan dari pengotor-pengotor lalu dikeringkan dibawah sinar

matahari sampai kering. Kaolin yang sudah kering, dihaluskan hingga kaolin berukuran 100 mesh.

3.3.1.1. Aktivasi Kaolin

3.3.1.1.1. Aktivasi Fisika

Kaolin alam sebanyak 50 gram di *furnace* dengan temperatur 700°C selama 1 jam. Kaolin alam dikeluarkan dan didinginkan pada suhu kamar.

3.3.1.1.2. Aktivasi Kimia

Aktivasi kimia dimodifikasi dari Nurhadini dkk (2019). Sebanyak 50 gram kaolin alam ditambahkan 500 ml larutan HCl konsentrasi 5 M, lalu dilakukan pengadukan dengan waktu kontak 6 jam. Larutan disaring menggunakan kertas saring dan residu dinetralkan menggunakan akuades, lalu dikeringkan dalam oven temperatur 100°C selama 24 jam.

3.3.1.1.3. Aktivasi Kimia-Fisika

Proses aktivasi kimia-fisika dilakukan sama dengan aktivasi kimia dan aktivasi fisika. Sebanyak 50 gram kaolin hasil preparasi dimasukkan kedalam 500 ml larutan HCl konsentrasi 5 M, lalu diaduk dengan waktu kontak 6 jam. Larutan disaring menggunakan kertas saring whatman dan residu dinetralkan menggunakan akuades. Residu yang telah netral di *furnace* dengan temperatur 700°C selama 1 jam. Kaolin alam dikeluarkan dan didinginkan pada suhu kamar.

3.3.1.2. Karakterisasi Adsorben

Kaolin hasil preparasi dan kaolin teraktivasi fisika, teraktivasi kimia, teraktivasi kimia-fisika ditimbang sebanyak 1 gram dan dianalisis menggunakan XRD dan FTIR.

3.3.2. Pembuatan Larutan Standar

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 12,5 mg dilarutkan menggunakan akuades dan ditepatkan dalam labu ukur 250 ml. Sehingga diperoleh larutan Fe(III) dengan konsentrasi 50 ppm sesuai dengan kebutuhan dalam pengujian adsorpsi.

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 5 mg dilarutkan menggunakan akuades dan ditepatkan dalam labu ukur 250 ml. Sehingga diperoleh larutan Cu(II) dengan konsentrasi 20 ppm sesuai dengan kebutuhan dalam pengujian adsorpsi.

3.3.3. Pengujian Kemampuan Adsorpsi Fe(III) dan Cu(II) oleh Kaolin Alam

3.3.3.1. Pengaruh pH terhadap Penyerapan Logam Fe(III)

Adsorben sebanyak 0,6 g dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan larutan Fe(III) konsentrasi 50 ppm sebanyak 50 ml. HNO₃ 0,01 M dan NaOH 0,01 M ditambahkan untuk mengatur pH larutan, percobaan dilakukan dengan variasi pH 1,2,3 dan 4. Pengadukan dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 90 menit. Larutan disaring dan konsentrasi ion logam pada filtrat dianalisis menggunakan AAS.

3.3.3.2. Pengaruh pH terhadap penyerapan logam Cu(II)

Adsorben sebanyak 0,6 g dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan larutan Cu(II) konsentrasi 20 ppm sebanyak 50 ml. HNO₃ 0,01 M dan NaOH 0,01 M ditambahkan untuk mengatur pH larutan, percobaan dilakukan dengan variasi pH 4,5,6 dan 7. Pengadukan dilakukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 90 menit. Larutan disaring dan dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi ion logam yang terserap.

3.3.3.3. Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penyerapan Logam Fe(III)

Variasi waktu kontak dilakukan pada pH optimum, adsorben sebanyak 0,6 g dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan larutan Fe(III) konsentrasi 50 ppm sebanyak 50 ml. Percobaan dilakukan dengan variasi waktu kontak 30, 60, 90 dan 120 menit. Larutan disaring dan dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi ion logam yang terserap.

3.3.3.4. Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penyerapan Logam Cu(II)

Variasi waktu kontak dilakukan pada pH optimum, adsorben sebanyak 0,6 g dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan larutan Cu(II) konsentrasi 20 ppm sebanyak 50 ml. Percobaan dilakukan dengan variasi waktu kontak 30, 60, 90, 120 dan 150 menit. Larutan disaring dan dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi ion logam yang terserap.

3.3.3.5. Penentuan Efisiensi Penyerapan Logam Fe(III)

Penentuan efisiensi penyerapan dilakukan dengan menggunakan perhitungan berdasarkan jumlah Fe(III) yang diserap oleh adsorben pada kondisi pH optimum dan waktu kontak optimum.

3.3.3.6. Penentuan Efisiensi Penyerapan Logam Cu(II)

Penentuan efisiensi penyerapan dilakukan dengan menggunakan perhitungan berdasarkan jumlah Cu(II) yang diserap oleh adsorben pada kondisi pH optimum dan waktu kontak optimum.

3.3.4. Perhitungan Efisiensi Adsorpsi

Penentuan konsentrasi Fe(III) dan Cu(II) dapat dilakukan dengan metode kurva standar. Kurva standar diperoleh dengan mengukur absorbansi pada larutan standar dengan berbagai konsentrasi. Setelah diperoleh absorbansi dari larutan standar, data diolah menjadi grafik antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansi. Dari kurva standar diperoleh persamaan garis linear sebagai berikut yang digunakan untuk menentukan konsentrasi Fe(III) dan Cu(II) yang terserap (Hakim, 2019) :

$$Y = ax + b$$

Ket :

x : Konsentrasi sampel yang dianalisis, Y : Absorbansi, b : Intersep, a : Slope

Efisiensi penyerapan Fe(III) dan Cu(II) dihitung dengan menggunakan persamaan (Hakim, 2019) :

$$\% \text{ Efisiensi Adsorpsi} = \frac{(\text{kadar sampel sebelum adsorpsi} - \text{kadar sampel setelah adsorpsi})}{\text{kadar sampel sebelum adsorpsi}} \times 100\%$$