

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan dilaboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Riau, Analisa Spektroskopi Inframerah di Laboratorium Kimia Bahan Alam Farmasi, Universitas Andalas, dan untuk Analisa daya adsorpsi logam dilakukan dilaboratorium Balai Pengujian Mutu Barang, Dinas Perindustrian dan Perdagangan, Pekanbaru.

3.2. Bahan dan alat

3.2.1 Bahan - bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kaolin yang berasal dari kabupaten Kampar, Natrium Hidroksida (NaOH) pellet (Merck KGaA. Darmstadt, Germany), aluminium hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$) (E.Merck AG.Darmstadt, Germany), Asam Nitrat (HNO_3), Logam Pb, serta akuades.

3.2.2. Alat = alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah FT-IR Spectrometer One (Perkin Elmer), Spektroskopi Serapan Atom (Perkin Elmer, Analyst 200), furnace (Gallenkamp), oven (Gallenkamp), hot plate, kertas indikator universal, ayakan 100, 200, dan 300 mesh (W.S Tyler Incorporated, U.S.A), krustang, krusibel, pengaduk magnet, timbangan analitis, kertas saring whatman 42, dan peralatan gelas yang biasa digunakan di Laboratorium.

3.3. Prosedur Penelitian

3.3.1. Perlakuan awal

Kaolin yang didapat dari Dinas Pertambangan berasal dari Desa Sencalang, Indragiri Hulu. Kaolin dicuci, kemudian dikeringkan. Kaolin diubah menjadi metakaolin dengan memanaskan kaolin pada temperatur 750° selama 6 jam. Zeolit disintetis dengan menggunakan metoda peleburan, yaitu melebur 25 gr metakaolin dengan menggunakan NaOH.

3.3.2. Pembuatan larutan Natrium Silikat

Larutan Natrium Silikat dibuat dengan melebur 25 gram metakaolin dengan menggunakan 35 gram NaOH kering pada temperatur 500°C selama 15 menit. Setelah dingin, leburan tersebut diberi aquadest secukupnya dan biarkan selama satu malam agar larutan sempurna. Larutan yang terjadi kemudian diencerkan menjadi volume 250 ml.

3.3.3. Pembuatan Larutan Natrium Aluminat

Dilarutkan 30,5 gram NaOH dalam 100 ml aquadest dan panaskan. Kedalam larutan tersebut di tambahkan 21,65 Al(OH)_3 sambil diaduk. Setelah semua Al(OH)_3 larut kemudian diencerkan menjadi volume 250 ml.

3.3.4. Sintetis Zeolit

Sintetis zeolit dilakukan dengan menambahkan larutan Natrium Aluminat secara perlahan-lahan kedalam larutan Natrium Silikat sambil diaduk selama 3 jam hingga terbentuk gel yang berwarna putih. Gel yang terbentuk dipanaskan di oven pada temperatur 80°C selama 8 jam dan selanjutnya zeolit yang terbentuk dicuci dengan aquades hingga pH filtrat kurang dari 9. Zeolit dikeringkan pada temperatur 120°C selama 3 jam dan dilanjutkan dengan analisis spektroskopi inframerah (Akbar, 1997).

3.3.5. Pembuatan Larutan Induk Pb

Larutan logam berat Pb dibuat dengan konsentrasi 1000 ppm. Dengan melarutkan 1,5985 gram $\text{Pb(NO}_3)_2$ ditambahkan 2 tetes HNO_3 pekat ditepatkan volumenya hingga 1000 mL dengan akuades. Kemudian diencerkan menjadi 25ppm, 50 ppm dan 100 ppm.



3.3.6. Penentuan Daya Serap Zeolit Terhadap Logam Berat Pb Berdasarkan Ukuran Butiran Zeolit

Untuk penentuan daya serap zeolit dilakukan dengan metoda kolom. Kolom diisi dengan zeolit A yang telah di ayak dengan ukuran 100, 200, dan 300 mesh sebanyak $\pm 0,5$ gr, kemudian dielusi dengan larutan Pb. Setelah interaksi filtrat yang diperoleh diukur dengan Spektrofotometer. Ukuran butiran optimum yang didapatkan dari zeolit digunakan untuk karakterisasi yang lainnya.

3.3.7. Penentuan Daya Serap Zeolit Terhadap Logam Berat Pb Berdasarkan Konsentrasi Awal

Kolom diisi dengan zeolit A yang telah didapatkan ukuran butiran optimumnya sebanyak $\pm 0,5$ gr . Kemudian dielusi dengan larutan Pb dengan melakukan variasi konsentrasi awal yaitu 25, 50, dan 100 ppm. Setelah interaksi, filtrat diukur dengan Spektrofotometer. Konsentrasi awal optimum yang didapat digunakan untuk karakterisasi selanjutnya

3.3.8. Penentuan Daya Serap Zeolit Terhadap Logam Berat Pb Berdasarkan pH Larutan

Kolom diisi dengan zeolit A sebanyak $\pm 0,5$ gr. Kemudian dielusi dengan larutan Pb pada pH 3, 4, dan 5. Setelah interaksi filtrat yang diperoleh diukur dengan Spektrofotometer. pH optimum yang didapatkan dari zeolit digunakan untuk karakterisasi yang lainnya.

3.3.9. Penentuan Daya Serap Zeolit Terhadap Logam Berat Pb Berdasarkan Lamanya Waktu Aktivasi

Kolom diisi dengan zeolit A sebanyak $\pm 0,5$ gr. Zeolit yang digunakan sebelumnya di aktivasi dengan variasi lamanya waktu aktivasi yaitu 3, 5, dan 7 jam. Kemudian dielusi dengan larutan Pb, setelah interaksi filtrat yang diperoleh diukur dengan Spektrofotometer.