

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1 Bahan-bahan Kimia dan Peralatan

Bahan-bahan kimia untuk penelitian pada tahap kedua ini semuanya berupa material *analytical grade* yang terdiri atas $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, NaOH , CH_3COONa , $\text{CH}_3\text{COONH}_4$, KCl dan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Senyawa pemilar disediakan dalam keadaan segar dengan konsentrasi 0,2 M sedangkan larutan adsorbat disiapkan dalam konsentrasi induk 100 ppm.

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat-alat gelas, 1 set pengaduk magnet dan batang magnet, oven, furnace, sentrifius, desikator dan waterbath shaker. Untuk keperluan analisis digunakan peralatan XRD, FTIR, AAS dan spektrofotometer.

4.2 Penyiapan Sampel Baku

Lempung alam diambil secara acak di lokasi sumber sampel, dikering-anginkan, dihaluskan dan diayak dengan ukuran 300-500 μm . Serbuk lempung alam direndam di dalam air uling selama 5 jam sambil sesekali diaduk, kemudian didiamkan semalaman dan cairan bagian atasnya dibuang. Saring sisa cairan, pastinya dikering-anginkan dan disimpan, selanjutnya siap dipilarisasi.

4.3 Penyiapan adsorben

4.3.1 Penyiapan suspensi lempung

1. Dibuat suspensi 10 gram lempung di dalam air bidestilasi (2 % w/v) pada suhu kamar dan didiamkan selama 24 jam.
2. Disiapkan suspensi 10 gram lempung di dalam 200 ml larutan sodium asetat 1M pada suhu kamar, aduk 5 jam dan didiamkan selama 24 jam.
Catat pH awal kedua suspensi tersebut.

3.2 Penyiapan larutan pemilar

1. Disiapkan masing-masing larutan NaOH 0,2 M dan $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.2 M
2. Larutan NaOH ditambahkan secara lambat kepada 250 ml larutan aluminium klorida sambil diaduk tetap pada suhu 80°C sehingga dicapai rasio $\text{OH}/\text{Al}^{3+} = 2,4$ (catat pH campuran awal). Biarkan campuran terhidrolisis selama 24 jam pada suhu kamar dan diaduk tetap (catat pH akhir). Campuran ini dikenal dengan ion Keggin.

3.3 Pilarisasi

Larutan pemilar ditambahkan kepada setiap suspensi lempung pada suhu 80°C sambil tetap diaduk selama 4 jam. Campuran kemudian disentrifius pada 1000 rpm dan pastinya dicuci dengan air bidestilasi sehingga air cucuannya bebas ion klorida dan dikeringkan pada 60°C selama 30 menit. Berikut, campuran ini dikalsinasi selama 4 jam di dalam sebuah furnace pada 900°C . Lempung terpillar kemudian didinginkan di dalam desikator, siap dikarakterisasi dan digunakan sebagai adsorben.

Selanjutnya sampel diberi kode sebagai berikut:

AK : suspensi lempung di dalam air yang dipilar dengan ion Keggin

SA : suspensi lempung di dalam larutan sodium asetat yang dipilar dengan ion Keggin.

Sebagai pembandingan digunakan sampel dengan kode (sesuai pada penelitian tahun 1):

NC-O : lempung tanpa modifikasi (suspensi dalam air)

NC-SA : lempung yang dimodifikasi dengan sodium asetat

4 Karakterisasi

Lempung yang telah dipilar ini dikarakterisasi untuk mendapatkan sifat fisika dan kimia adsorben. Diantara sifat-sifat yang ditentukan adalah struktur mineral menggunakan alat XRD (*X-Ray Diffraction*), vibrasi ikatan kimia di dalam lempung dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), kapasitas tukar kation menggunakan spektrofotometer sinar tampak UV-Visible dan morfologi permukaan lempung dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Pengukuran dengan XRD menggunakan instrument XRD jenis Siemens D-5000 yang bekerja menggunakan anoda $\text{Cu K}\alpha$ pada 40kV dan 40 mA dari sudut 2θ 10° - 70° . Vibrasi ikatan kimia dari gugus-

ugus fungsional lempung menggunakan peralatan FTIR model Nicolet 6700 dalam area *middle infra red* (MIR): 4000-400 cm^{-1} dengan terlebih dahulu menyiapkan pelat KBr dari serbuk lempung. Penentuan kapasitas tukar kation dibuat di bawah keadaan statik berdasarkan jumlah anion yang masuk ke dalam larutan setelah penggantian dengan kation NH_4^+ , lalu NH_4^+ yang bertukar ditarik dengan kation K^+ dan ditentukan secara spektrofometri sinar tampak menggunakan reagen pengomplek Nessler pada bilangan gelombang 540 nm. Bentuk dan tekstur permukaan lempung dimonitor dengan alat SEM model 1450 VPSEM LEO pada 15 kV dan pembesaran 20,000 kali - 50,000 kali dengan terlebih dahulu melapisi serbuk lempung dengan percikan emas, Au, agar bersifat konduktif.

5 Prosedur Adsorpsi

Sebanyak 0,1 gram sampel dimasukkan ke dalam 10 ml larutan adsorbat (kation Cu(II) di dalam air) di dalam sebuah erlenmeyer dan diletakkan di dalam sebuah waterbath shaker sambil berputar tetap 100 rpm. Parameter yang diamati adalah waktu kontak, konsentrasi, temperatur dan berat adsorben. Sisa adsorbat di dalam filtrat setelah mengalami adsorpsi diukur dengan menggunakan spektroskopi serapan atom model SOLAAR32 AA Spectrometer. Jumlah adsorbat pada kesetimbangan, q_e dihitung menurut:

$$q_e = \frac{V(C_0 - C_e)}{m} \quad (4.1)$$

dengan C_0 dan C_e , masing-masing konsentrasi awal dan konsentrasi pada kesetimbangan (mg/l) adsorbat dalam fasa cair, V , volume larutan adsorbat (l), dan m , masa adsorben (g). Data yang diperoleh selanjutnya dievaluasi sesuai dengan model kinetik yang dipilih.