

### **BAB III**

#### **METODE PENELITIAN**

Penelitian dengan judul "Pengaruh Variasi Sumber Natrium Silikat Pada Adsorben Oksida  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  Terhadap Kapasitas Adsorpsi Ion Logam  $\text{Pb(II)}$ " merupakan penelitian yang dilakukan dengan berbagai tahapan yaitu sintesis  $\text{SiO}_2$ , pembuatan senyawa  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dari sumber sol silika sintesis dan sol silika komersial, karakterisasi, dan uji adsorpsi  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  terhadap ion logam  $\text{Pb(II)}$  dengan instrumen AAS. Senyawa  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi, GSA untuk mengetahui luas permukaan, dan SEM-EDX untuk mengetahui morfologi dan komposisi pada  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$ .

#### **III.1 Variabel Penelitian**

Penelitian terhadap pengaruh variasi sumber natrium silikat pada adsorben oksida  $\text{SiO}_2\text{-MgO}$  terhadap kapasitas adsorpsi ion logam  $\text{Pb(II)}$  dilakukan menggunakan 3 variabel yaitu:

##### **III.1.1 Variabel Tetap**

Variabel tetap dalam penelitian ini adalah oksida  $\text{MgO}$  dan massa adsorben yang digunakan yaitu 0,05 g dengan waktu kontak adsorpsi selama 30 menit.

##### **III.1.2 Variabel Bebas**

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah jenis sol silika yaitu sol silika sintesis dari abu sekam padi dan sol silika komersial, serta variasi konsentrasi larutan sampel yaitu 10; 25; 50; 100; dan 150 mg/L.

### III.1.3 Variabel Terikat

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah morfologi permukaan, luas permukaan, volume pori, dan kapasitas adsorpsi Pb(II) terhadap SiO<sub>2</sub>-MgO sol sintesis dan SiO<sub>2</sub>-MgO sol komersial.

## III.2 Alat dan Bahan

Peralatan dan bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu:

### III.2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sekam padi, larutan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) 100% merck, serbuk magnesium sulfat heptahidrat (MgSO<sub>4</sub>) 99,55% teknis, serbuk natrium hidroksida (NaOH) 98,5% teknis, serbuk asam klorida (HCl) 32% teknis, serbuk timbal (II) nitrat (Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>) 98% smart lab, larutan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) 65% merck, dan aquades.

### III.2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas laboratorium (Herma), labu ukur (Herma), erlenmeyer (Herma), pipet tetes, pengaduk, corong (Herma), *hot plate* (Thermo Scientific) dan *magnetic stirrer* (Ika-c-mag HS 7), *shaker* (Thermo Scientific), cawan porselen, timbangan digital (Ohaus), furnace (Thermo Scientific), oven (Faithful GP), kertas saring whatman no 41, aluminium foil, dan pot plastik. Sedangkan alat uji karakterisasi yaitu FTIR (Perkin Elmer UATR Spectrum Two) Laboratorium Terpadu UNDIP, GSA (Nova ©1994-2010 Quantachrome Instruments version 11.0) Laboratorium Terpadu UNNES, SEM-EDX (SEM-EDX JEOL JSM-6510LA) Laboratorium Terpadu UNDIP, dan AAS (Perkin Elmer) Laboratorium Terpadu UNDIP dan UII.

### III.3 Cara Kerja

Uji daya adsorpsi logam Pb(II) menggunakan SiO<sub>2</sub>-MgO dapat dilakukan melalui beberapa langkah, diantaranya yaitu:

#### III.3.1 Preparasi Sampel

Sekam padi dicuci hingga bersih, kemudian di jemur. Sekam padi hasil jemur yang sudah kering kemudian di sangrai hingga hitam sebagai sumber natrium silikat. Setelah itu, sekam padi dilakukan pengeringan dalam oven selama 90 menit pada suhu 100°C dan dipanaskan dalam furnace selama 1 jam pada suhu 700°C hingga diperoleh abu sekam padi.

Abu sekam padi perlu melalui proses *leaching* dengan penambahan 100 mL HCl 1 M. Setelah itu, dilakukan pengadukan dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam dengan kecepatan 200 rpm pada suhu 200°C, lalu di diamkan. Kemudian, dilakukan penyaringan dan pencucian dengan aquades sebanyak 2x, serta pengeringan dalam oven selama 4 jam pada suhu 100°C.

#### III.3.2 Ekstraksi Abu Sekam Padi

Lima puluh gram abu sekam padi di ekstraksi dengan 100 mL NaOH 1 M kemudian diaduk menggunakan *stirrer* selama 90 menit dengan kecepatan 200 rpm pada suhu 90°C. Setelah itu, diamkan lalu campuran disaring menggunakan kertas saring whatman no 41, diperoleh filtrat berupa larutan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) dan residu berupa silika (SiO<sub>2</sub>) yang tidak larut (Huljana dan Rodiah, 2019).

#### III.3.3 Sintesis Silika

Larutan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) dari abu sekam padi dan komersial masing-masing ditambahkan HCl 1 M hingga pH 7 dan dilakukan pengadukan.

Proses *aging* akan berlangsung selama sekitar 24 jam, kemudian gel didestruksi dan dicuci dengan aquades sebanyak 5x. Setelah itu, dilakukan pengeringan dalam oven selama 5 jam pada suhu 100°C. Diperoleh silika yang kemudian dihaluskan dengan ayakan 100 mesh hingga berbentuk serbuk. Serbuk silika selanjutnya dilakukan analisis menggunakan FTIR.

### III.3.4 Pembuatan Senyawa SiO<sub>2</sub>-MgO & Karakterisasi

Senyawa oksida SiO<sub>2</sub>-MgO dibentuk dari 2 sumber sol silika yaitu sol silika sintesis dari abu sekam padi dan sol silika komersial. Kedua sumber natrium silikat masing-masing sebanyak 20 mL dicampurkan dengan 10 mL larutan MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O dan dilakukan pengadukan. Campuran tersebut akan mengalami *aging* selama 24 jam, kemudian gel yang diperoleh didestruksi dan dicuci dengan aquades. Selanjutnya dilakukan pengeringan dalam oven selama 1 jam pada suhu 100°C kemudian dipanaskan dalam *furnace* selama 2 jam pada suhu 700°C. Diperoleh SiO<sub>2</sub>-MgO yang kemudian dihaluskan hingga berbentuk serbuk. Serbuk SiO<sub>2</sub>-MgO selanjutnya dilakukan analisis menggunakan FTIR, SEM-EDX, dan GSA.

### III.3.5 Uji Adsorpsi

Pembuatan larutan induk Pb(II) 1000 ppm dilakukan dengan penambahan 1,59 g logam Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dalam 1000 mL aquades yang dilakukan penggojokan dalam labu ukur. Setelah itu, larutan induk 1000 ppm dilakukan pengenceran dengan penambahan 1; 2,5; 5; 10; dan 15 mL larutan induk Pb(II) dan aquades ke dalam labu ukur 100 mL sebagai larutan standar Pb(II), sehingga diperoleh larutan standar Pb(II) dengan konsentrasi berturut-turut 10; 25; 50; 100; dan 150 ppm.

Sebanyak 15 mL larutan standar yang mengandung ion Pb(II) dengan berbagai variasi konsentrasi yaitu sampel 10; 25; 50; 100; dan 150 ppm, masing-masing direaksikan dengan 0,05 g adsorben yaitu SiO<sub>2</sub> hasil sintesis, SiO<sub>2</sub> komersial, SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika sintesis, dan SiO<sub>2</sub>-MgO sol silika komersial. Kemudian dilakukan pengontakan menggunakan *shaker* dengan kecepatan 100 rpm selama 30 menit lalu di saring dengan kertas saring whatman no 41. Larutan hasil uji adsorpsi tersebut dipreparasi dengan penambahan 1 tetes asam nitrat sebelum dilakukan pengujian dengan AAS.

Larutan sampel dengan variasi konsentrasi logam yang telah direaksikan dengan adsorben, kemudian dilakukan uji kemampuan adsorpsi menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) untuk mengetahui konsentrasi logam Pb(II) dalam sampel.