

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Untuk melakukan sintesis dan karakterisasi lempung terpillar Al/Fe dari lempung alam, yang akan diaplikasikan untuk penjernihan warna minyak cengkeh, dilakukan beberapa tahap, meliputi preparasi lempung untuk mendapatkan serbuk lempung, pembuatan larutan pemilar yaitu larutan polikation aluminium, ferri dan campuran aluminium-ferri dari garam hidroksil, karakterisasi lempung terpillar menggunakan alat Difraktometer Sinar-X, aplikasi uji adsorpsi terhadap warna minyak cengkeh, Absorbansi relatif minyak cengkeh hasil adsorpsi diamati menggunakan UV-Vis dengan pelarut etanol.

#### 3.1 Variabel

Variabel yang dapat mempengaruhi pembuatan lempung terpillar Al/Fe bermacam-macam, pada penelitian ini dikondisikan sebagai berikut:

- a. Variabel yang dikonstantkan adalah waktu pemeraman, konsentrasi lempung, suhu kalsinasi.
- b. Variabel bebas yaitu rasio konsentrasi Al/Fe, rasio minyak cengkeh/lempung, waktu pengadukan.
- c. Variabel yang dinilai adalah
  1. Ukuran *basal spacing* dan kristalinitas lempung terpillar Al/Fe.
  2. Absorbansi relatif minyak cengkeh.

## **3.2. Alat dan Bahan**

### **3.2.1. Alat-alat**

Alat-alat yang digunakan adalah peralatan gelas, magnetic stirrer/hot plate, oven, furnace/tungku kalsinasi, Spektrofotometer UV-Vis jenis spektronik-20, Difraktometer Sinar-X SHIMADZU-6000

### **3.2.2. Bahan-bahan**

Bahan yang digunakan adalah lempung alam dari Boyolali, Aluminium klorida heksahidrat *p.a.*(  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), Ferri klorida heksahidrat *p.a.*(  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), kristal natrium hidroksida *p.a.*( $\text{NaOH}$ ), minyak cengkeh PT. Zanzibar Sukorejo Kendal, larutan argentum nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ), aquades.

## **3.3 Prosedur kerja**

### **3.3.1. Preparasi Lempung**

Lempung alam dari Boyolali disuspensikan ke dalam air kemudian dibiarkan selama 5 menit. Suspensi yang terbentuk didekantasi. Hal ini diulang-ulang dengan variasi waktu pendiaman 10 menit dan 15 menit hingga dihasilkan suatu lempung alam yang murni dari pengotor. Lempung kemudian dikeringkan pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 1 malam. Setelah kering, lempung digerus dan disaring 200 mesh.

### **3.3.2. Pembuatan Larutan Pemilar**

Larutan pemilar yang dibuat adalah larutan polikation aluminium, ferri dan campuran aluminium-ferri setiap larutan mempunyai rasio  $\text{Al}^{3+}/\text{Fe}^{3+}$  yang

berbeda. Berdasarkan jumlah relatif kation larutan yang dibuat adalah  $Al_{100}Fe_0$ ;  $Al_{75}Fe_{25}$ ;  $Al_{50}Fe_{50}$ ;  $Al_{25}Fe_{75}$  dan  $Al_0Fe_{100}$ .

Pada pembuatan polikation aluminium  $Al_{100}$ ,  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  dilarutkan dengan menambahkan NaOH dengan rasio  $OH^-/Al^{3+} = 2$ . Larutan pemilar dengan perbandingan  $Al_{75}Fe_{25}$ ;  $Al_{50}Fe_{50}$  dan  $Al_{25}Fe_{75}$  dibuat dengan hidrolisis campuran  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  dan  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  ditambah NaOH dengan rasio  $OH^-/(Al^{3+}+Fe^{3+}) = 2$  sedangkan pembuatan polikation  $Fe_{100}$  dengan cara melarutkan  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  dengan menambahkan NaOH dengan rasio  $OH^-/Fe^{3+} = 2$ . Jumlah masing-masing garam yang ditambahkan tercantum dalam tabel. Volume larutan pemilar semuanya adalah 500 mL. Pemilar lalu didiamkan selama 5 hari pada suhu  $90^\circ C$ .

Tabel 3.1 Jumlah  $AlCl_3 \cdot 6H_2O$  ;  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  dan NaOH yang digunakan dalam pembuatan larutan pemilar yang berbeda pada volume 500 mL

$Al_{100}Fe_0$	7,2300	0,0000	2,4
$Al_{75}Fe_{25}$	5,4225	2,0288	2,4
$Al_{50}Fe_{50}$	3,6150	4,0575	2,4
$Al_{25}Fe_{75}$	1,8075	6,0863	2,4
$Al_0Fe_{100}$	0,0000	8,1150	2,4

### 3.3.3. Pembuatan Lempung Terpilar

Larutan pemilar yang telah dibuat kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit pada suspensi 10 g lempung dalam 500 mL air (2%) dan diaduk selama 24 jam. Sebelumnya lempung telah disuspensi selama 3 jam. Konsentrasi  $(Al^{3+}+Fe^{3+})$  pada suspensi akhir adalah 0,03 M dan rasio  $(Al^{3+}+Fe^{3+})$ /lempung adalah 3 mmol/gram lempung.

Suspensi kemudian dimasukkan ke dalam penyaring dan dicuci hingga ion klorida hilang dengan uji menggunakan larutan  $\text{AgNO}_3$ . Kemudian padatan yang didapat dikeringkan pada suhu  $80^\circ\text{C}$  kemudian dikalsinasi pada suhu  $300^\circ\text{C}$  selama 2 jam.

### 3.3.4. Karakterisasi Lempung Terpillar

Lempung terpillar dikarakterisasi menggunakan alat Difraktometer Sinar-X, menggunakan sumber  $\text{Cu K}\alpha$ , pengukuran dilakukan pada kisaran sudut difraksi ( $2\theta$ )  $2,5^\circ$ - $50^\circ$ . Lebih khusus pada  $2\theta$   $2,5^\circ$ - $15^\circ$  dengan kecepatan pengukuran  $2^\circ/\text{menit}$ .

### 3.3.5. Uji Adsorpsi Terhadap Minyak Cengkeh

Larutan 10 mL minyak cengkeh dicampur 1 gram lempung terpillar Al/Fe (adsorben), dan distirer selama 1 jam. Untuk mengetahui waktu optimum proses adsorpsi, maka dilakukan variasi waktu pengadukan selama 0,5; 1; 1,5; dan 2 jam pada lempung terpillar yang memiliki adsorptivitas tertinggi. Selanjutnya dilakukan variasi rasio minyak cengkeh/lempung untuk mengetahui batas maksimum adsorptivitas lempung terpillar. Daya pemucatan masing-masing lempung terpillar ditentukan dengan mengukur absorbansi minyak cengkeh sebelum dan sesudah diadsorpsi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan

pelarut etanol. Rumus Daya Pemucatan:  $\frac{A_1 - A_2}{A_1} \times 100 \%$

Keterangan:  $A_1$ = Absorbansi minyak cengkeh asal.  
 $A_2$ = Absorbansi minyak cengkeh setelah diadsorpsi menggunakan lempung terpillar.