

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia MIPA UNDIP Semarang. Analisis dengan XRD dilakukan di laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia FMIPA UGM.

Penelitian ini terdiri atas beberapa tahap meliputi, pemilihan sampel, preparasi sampel, pembuatan larutan pemilar, proses pemiliran, kalsinasi, karakterisasi dan, uji kemampuan adsorpsi. Pada penelitian ini variabel dikondisikan sebagai berikut :

- a. Variabel yang dikonstantkan adalah waktu pemeraman, perbandingan OH/Al larutan pemilar.
- b. Variabel bebas yaitu perbandingan konsentrasi Al/berat lempung dan suhu kalsinasi
- c. Variabel yang dinilai adalah
 1. Ukuran *basal spacing* dan kristalinitas lempung terpillar Al
 2. Jumlah indigo yang teradsorpsi oleh lempung terpillar Al yang diketahui dengan absorbansi relatif

3.1. Sampel, Bahan, dan Alat

3.1.1. Sampel

Sampel yang digunakan adalah lempung alam yang berasal dari Banyumas yang biasa digunakan sebagai bahan baku pembuatan genteng dan keramik.

3.1.2. Bahan yang dibutuhkan

Bahan yang digunakan yaitu, kristal aluminium klorida heksahidrat $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan kristal natrium hidroksida (NaOH) untuk pembuatan larutan pemilar, aquades, larutan AgNO_3 untuk uji bebas klorida, dan indigo karmina untuk uji adsorpsi.

3.1.3. Alat yang digunakan

Peralatan yang digunakan adalah peralatan gelas, *Magnetic stirrer*, *Oven*, *Furnace*, Spektrofotometer UV/Vis *Specronic 120 Shimadzu*, difraktometer sinar-X *XRD-6000 Shimadzu*.

3.2. Metode Kerja

3.2.1. Preparasi Lempung

Lempung alam disuspensikan ke dalam air kemudian dibiarkan selama 5 menit. Suspensi yang terbentuk didekantasi dan diambil filtratnya. Hal ini diulang-ulang dengan waktu pendiaman 10 dan 15 menit hingga dihasilkan suatu lempung alam yang bebas dari pengotor. Lempung kemudian dikeringkan pada suhu 70°C selama 1 malam. Setelah kering, lempung digerus dan disaring dengan ukuran 200 mesh.

3.2.2. Pembuatan Larutan Pemilar

Variasi konsentrasi Al dibuat berdasarkan berat lempung, dimana berat lempung dikonstantkan sebesar 10 gram.. Larutan pemilar polikation aluminium (Al_{13}) dibuat dengan menambahkan sedikit demi sedikit larutan NaOH pada

larutan $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ kemudian di tambah aquades sampai volume 500 mL sehingga diperoleh perbandingan molar $(\text{OH}/\text{Al}) = 2$. Larutan pemilar lalu didiamkan pada suhu 70°C selama 5 hari. Kemudian didiamkan hingga suhu kamar.

Tabel 3.1 Perbandingan mol larutan pemilar

Sampel	Al/lempung	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mmol)	NaOH (mmol)
A	0,5	5	10
B	2	20	40
C	4	40	80

3.2.3. Pembuatan Lempung Terpillar Aluminium

Lima ratus mililiter larutan pemilar yang telah dibuat kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit pada suspensi 10 gram lempung dalam 500 mL akuades (2%) dan diaduk selama selama 24 jam. Sebelumnya lempung telah disuspensi selama 3 jam. Suspensi dimasukkan ke dalam penyaring dan dicuci dengan dialisis menggunakan aquades hingga ion klorida hilang dengan uji menggunakan larutan AgNO_3 . Padatan yang didapat dikeringkan pada suhu 75°C kemudian masing-masing dikalsinasi pada suhu 300, 450 dan 600°C selama 2 jam dengan kecepatan pemanasan $2^\circ\text{C}/\text{menit}$.

3.2.4. Karakterisasi Lempung Terpillar

Lempung terpillar dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-ray Diffraction*) untuk mengetahui *basal spacing* dan kristalinitasnya.

3.2.5. Uji Adsorpsi Terhadap Indigo Karmina

Sepuluh mililiter larutan indigo 30 ppm dicampur dengan 200 mg lempung terpillar Al (adsorben), dan diaduk selama 30 menit. Jumlah indigo yang teradsorpsi dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada $\lambda = 610$ nm dan ditentukan menggunakan kurva standar.

Selisih antara konsentrasi indigo karmina setelah adsorpsi dan sebelum adsorpsi dibandingkan dengan konsentrasi awal indigo karmina dikali seratus persen untuk menentukan persen absorpsi dari indigo karmina.

$$\% \text{ Absorpsi} = \frac{(\text{ppm awal} - \text{ppm akhir})}{\text{ppm awal}} \times 100 \%$$

