

BAB III

METODE PENELITIAN

A. METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan–bahan yang diperlukan dalam penelitian:

- a. HCl pekat.
- b. Etanol.
- c. Abu Dasar.
- d. NaOH kristal.
- e. Toluena.
- f. Akuabides.
- g. Kertas Saring.
- h. Dithizone kristal.
- i. PbCl_2 .

Peralatan yang diperlukan dalam penelitian:

- a. Neraca analisis.
- b. Pemanas dan pengaduk.
- c. Krus porselin.
- d. Kertas saring.
- e. Penyaring buchner.

- f. Satu set alat refluks.
- g. Peralatan gelas laboratorium.
- h. Spektrofotometer serapan atom.

B. CARA PENELITIAN

Aktivasi abu dasar. Aktivasi abu dasar dilakukan dengan melakukan refluks terhadap 10 g abu dasar menggunakan larutan asam klorida pekat yang diencerkan satu kali, selama 4 jam. Kemudian disaring dan dicuci dengan akuabides sampai filtratnya netral. Kemudian dikeringkan pada oven pada temperatur 160 °C selama 8 jam. Dilakukan analisis IR dan XRD untuk mengetahui gugus–gugus abu dasar yang telah diaktivasi.

Mobilisasi abu dasar dengan dithizone/ligan organik. Sebanyak empat gram abu dasar aktif dan satu gram dithizone direfluks dalam 80 mL toluen selama enam jam. Padatan kemudian dicuci dengan toluen, etanol, dan akuabides kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 70 °C selama 6 jam. Gugus fungsional pada abu dasar setelah dimobilisasi kemudian diidentifikasi dengan IR dan XRD.

Kinetika adsorpsi. Disiapkan enam buah botol film yang masing–masing diisi dengan 10 mL larutan Pb^{2+} 10 mg/mL. Ke dalam botol tersebut ditambahkan 20 mg adsorben. Larutan digojog dengan *shaker* dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, dan 60 menit. Larutan dalam tabung disaring, kemudian diukur absorbansinya dengan AAS.

Timbal yang teradsorpsi oleh adsorben abu dasar – silika dihitung dari jumlah timbal mula-mula dengan jumlah timbal yang tersisa dalam larutan. Cara ini juga dilakukan terhadap larutan timbal yang diaktivasi dari zeolit sintetis abu dasar.

Karakterisasi abu dasar. Abu dasar yang terimmobilisasi dithizone/ligan organik selanjutnya diidentifikasi dengan spektrofotometer infra merah dan difraksi sinar-X untuk mengetahui gugus-gugus fungsional teraktivasi.

Uji stabilitas. Stabilitas abu dasar terimmobilisasi ligan organik terhadap larutan asam kuat dipelajari secara batch. Langkah ini dilakukan dengan mencampur 0,2 g abu dasar terimmobilisasi dithizone/ligan organik dengan 20 mL larutan asam kuat dan dihomogenkan dengan bantuan alat pengguncang horisontal selama 5 jam. Campuran yang diperoleh kemudian disaring dan dikeringkan di dalam oven pada temperatur 80 °C. Selanjutnya adsorben yang telah diperlakukan pada larutan asam tersebut dan adsorben yang tidak diperlakukan dengan asam ditambahkan masing-masing 10 mL larutan Pb 50 ppm. Kemudian dihomogenkan dengan bantuan alat pengguncang selama 1 jam. Larutan yang diperoleh kemudian disaring dan konsentrasi diukur pada spektrofotometer serapan atom untuk mengetahui pengaruh asam kuat terhadap stabilitas immobilisasi dithizone pada adsorben.