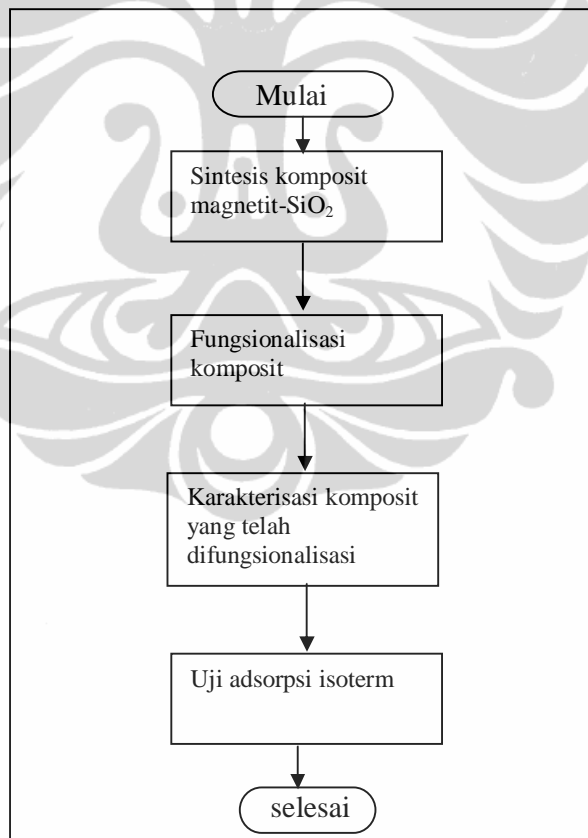


BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Diagram alir penelitian

Penelitian ini diawali dengan pembentukan komposit magnetit pada silika melalui tahapan sintesis magnetit dengan metode ko-presipitasi, dan selanjutnya diimpregnasi ke permukaan silika. Langkah berikutnya adalah fungsionalisasi komposit dengan *3-chloropropyltrimethoxysilane*, kemudian karakterisasi komposit yang telah difungsionalisasi. Langkah terakhir adalah uji adsorpsi isoterm untuk menentukan kapasitas penyerapan maksimum material yang diperoleh. Skema penelitian dapat dilihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Skema penelitian

3.2 Waktu dan tempat penelitian

Pelaksanaan penelitian dilakukan pada semester ganjil periode 2009/2010, dan bertempat di Laboratorium Teknologi Lingkungan, Pusat Penelitian Kimia, LIPI – Serpong. Beberapa pengujian dilakukan di tempat lain seperti:

- Uji XRD di laboratorium BATAN
- Uji XRF di laboratorium Departemen Material UI Salemba
- Uji FTIR di laboratorium Puslit Kimia-LIPI
- Uji BET di laboratorium Program Studi Teknik Kimia ITB
- Uji Spektrofotometer UV di laboratorium Puslit Kimia-LIPI

3.3 Bahan dan Alat yang digunakan

- Besi (II) klorida
- Besi (III) klorida
- Larutan Amonium hidroksida 25%
- Silika aerosil 200
- CTAB
- *3-Chloropropyltrimethoxysilane*
- *Phenanthrene*
- Toluena
- Aseton
- Natrium sulfat *anhydrous*
- HCl
- Metanol
- Etanol
- *Rotavapor R 11 BUCHI*
- *Centrifuge* Kokusan
- *Oven* vakum
- *Furnace*
- Peralatan refluks

3.4 Variabel penelitian

- Jenis matriks untuk pembentukan komposit : silika jenis aerosil (p.a)
- Rasio Fe/Si sebesar 19,41%, 9,98%, dan 8,56%
- Konsentrasi PAH
- Waktu proses adsorpsi PAH oleh adsorben (0, 20, 40, 60, 120, 240 menit)

3.5 Prosedur penelitian

Prosedur percobaan terdiri dari pembentukan komposit dan fungsionalisasi permukaan komposit.

3.5.1 Pembentukan komposit magnetit-silika

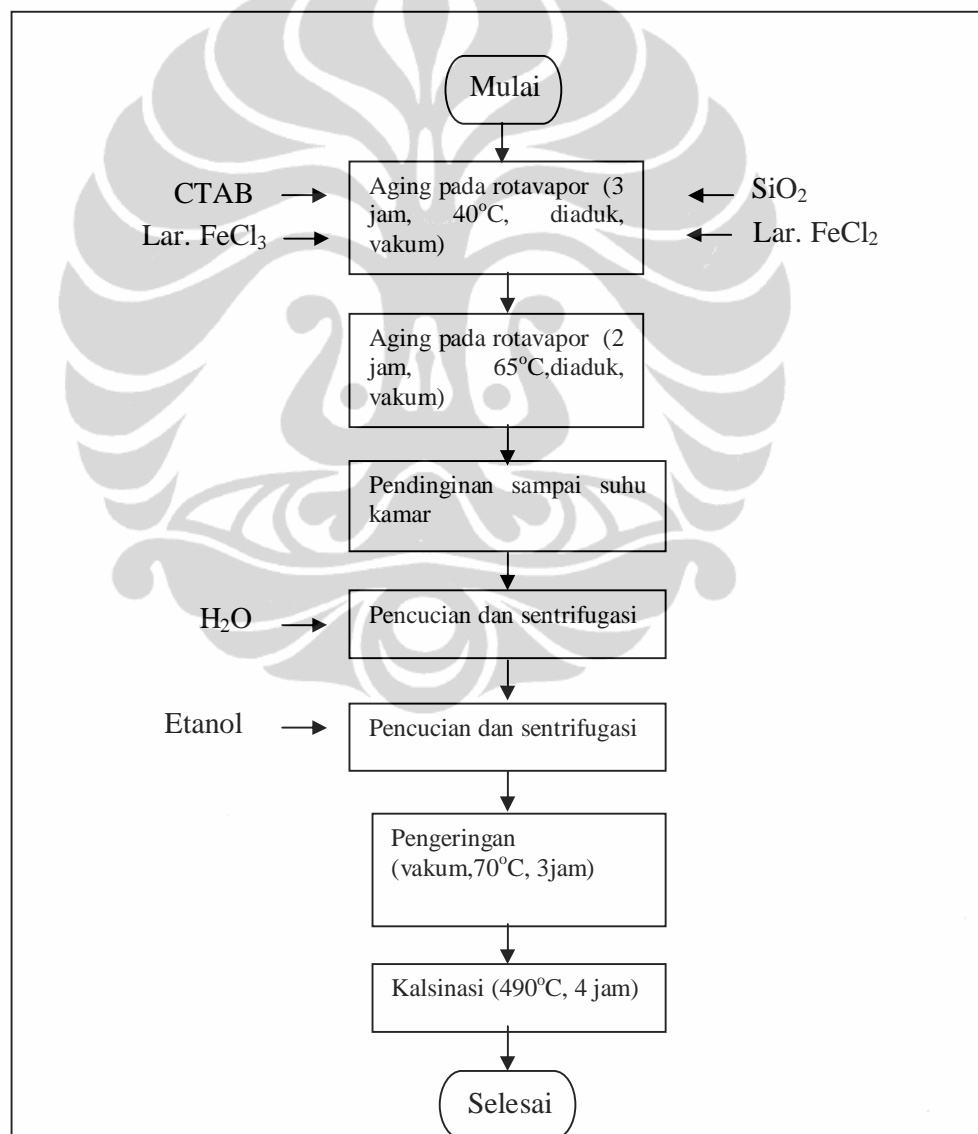
Langkah-langkah yang dilakukan dalam pembuatan komposit magnetit pada silika adalah sintesis magnetit dan impregnasi magnetit pada silika. Proses sintesis magnetit yang dilakukan adalah ko-presipitasi (Wilson, *et al*, 2005).

Proses pembentukan secara rinci adalah :

- Membuat larutan FeCl_3 0,5 M sebanyak 20 mL
- Membuat larutan FeCl_2 0,25 M sebanyak 20 mL
- Menimbang SiO_2 sebanyak 6,5 g dan mencampurkannya dalam 60 mL H_2O di dalam erlenmeyer
- Memasukkan CTAB sebanyak 0,16 g ke dalam campuran silika dan H_2O
- Memasukkan larutan FeCl_3 dan larutan FeCl_2 ke dalam campuran silika dan H_2O , kemudian diaduk
- Meneteskan larutan amonium hidroksida 25% ke dalam campuran sampai pH menjadi 9-10
- Memasang erlenmeyer pada rotavapor dengan kondisi vakum, suhu 40°C , dan pengadukan selama 3 jam (proses *aging*)
- Meningkatkan suhu percobaan sampai 65°C , dan proses *aging* dilanjutkan sampai campuran relatif kering
- Mendinginkan endapan sampai suhu kamar

- Mencuci endapan dengan H₂O, lalu sentrifugasi pada kecepatan 1000 rpm selama 20 menit. Bagian supernatan dibuang. Endapan selanjutnya dicuci dengan etanol dan disentrifugasi kembali
- Mengeringkan endapan dengan menggunakan oven vakum pada suhu 70°C selama 3 jam
- Melakukan proses kalsinasi endapan pada suhu 490°C selama 4 jam, pada kondisi tanpa oksigen.

Skema percobaan dapat dilihat pada Gambar 3.2.



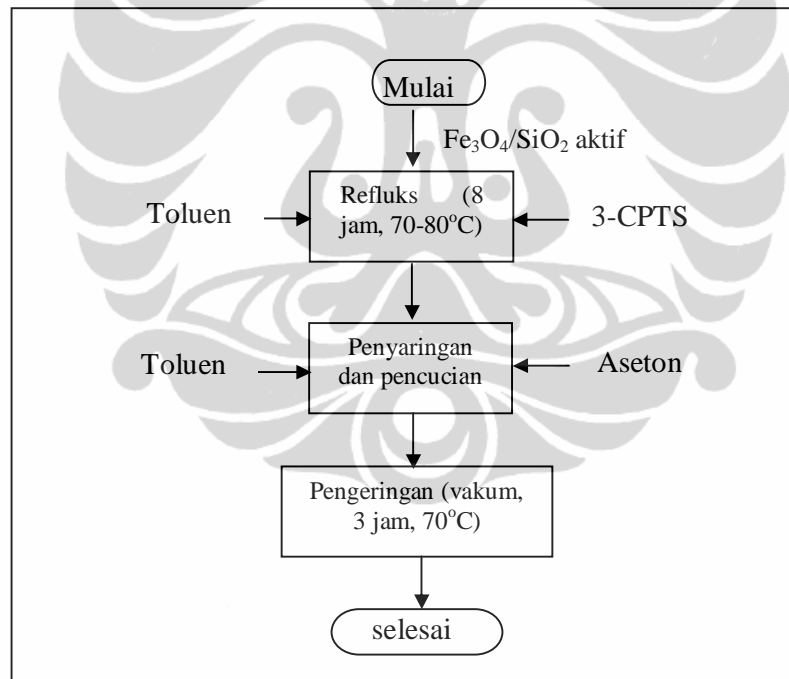
Gambar 3.2. Skema pembuatan komposit magnetit-silika

3.5.2 Fungsionalisasi permukaan komposit

Fungsionalisasi permukaan komposit magnetit-silika dilakukan melalui dua langkah, yaitu aktivasi komposit dan modifikasi komposit (Jal, Patel, dan Mishra, 2004). Proses secara rinci adalah :

- Mencampur 1 g komposit aktif dengan 20 mL toluen kering dan 2,5 mL 3-chloropropyltrimethoxysilane
- Mengaduk dan merefluks campuran pada suhu 70-80°C selama 8 jam
- Memisahkan cairan dan endapan dengan cara sentrifugasi dan mencuci endapan yang telah difungsionalisasi dengan toluen dan aseton kering
- Mengeringkan endapan yang telah difungsionalisasi dalam oven vakum pada suhu 70°C selama 3 jam

Skema percobaan dapat dilihat pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Skema fungsionalisasi komposit magnetit-SiO₂

3.6 Karakterisasi

Karakterisasi dilakukan terhadap adsorben yang diperoleh untuk mengetahui sifat-sifat yang dimiliki produk tersebut. Data-data yang diperoleh

dari pengukuran sifat-sifat ini berguna untuk mengevaluasi keberhasilan suatu prosedur percobaan. Dalam penelitian ini karakterisasi yang dilakukan adalah :

- Jenis kristal yang terbentuk (XRD)
- Rasio Fe/Si (XRF)
- Jenis ikatan yang terjadi (FTIR)
- Luas permukaan dan ukuran pori (BET)

3.7 Uji adsorpsi isoterm

Uji adsorpsi isoterm adalah uji untuk menentukan kapasitas penyerapan maksimum yang dimiliki oleh suatu adsorben (Ma dan Zhu, 2006). Percobaan secara rinci adalah :

- Membuat dispersi PAH dalam metanol, kemudian dilarutkan dalam air hingga mencapai konsentrasi tertentu sebanyak 50 mL
- Membuat dispersi PAH dalam air dengan rentang konsentrasi tertentu sebanyak 50 mL
- Menambahkan adsorben sebanyak 0,1 g/100 mL
- Mengaduk dispersi selama waktu tertentu