

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan selama 3 (tiga) bulan, yakni pada bulan (Agustus-Oktober) 2018. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Universitas Katolik Widya Mandira Kupang, untuk analisis XRD, XRF dan FTIR dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Maju Universitas Negeri Malang.

1.2 Alat dan Bahan

1.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yakni cawan porselin, tanur, ayakan 60 mesh, ayakan 140 mesh, oven, neraca analitik, labu ukur, labu erlenmeyer, gelas kimia, hot plate, magnetik stirer, pipet volum, kertas saring Whatman 42, corong buchner, desikator, gelas ukur, IR dan XRD.

1.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yakni sampel batu kecubung (kuarsa), HCl, aquades, NaOH, H₂SO₄, difenilkarbazida, toluena, piridin, dietil eter.

1.3 Prosedur Penelitian

1.3.1 Preparasi Sampel Batu Kecubung

Sampel batu kecubung dicuci sampai bersih dan dikeringkan. Setelah kering, sampel digerus hingga halus dan dikirim ke Malang untuk dianalisis dengan XRD dan XRF sehingga dapat mengetahui mineral yang terkandung di dalamnya.

1.3.2 Penyiapan Abu Batu Kecubung

Sampel batu kecubung dicuci dengan air, lalu dikeringkan dan digerus hingga halus. Serbuk batu kecubung diabukan dalam tanur pada suhu 700 °C selama 4 jam. Abu didinginkan, lalu digerus dalam cawan porselin sampai halus dan diayak dengan ayakan 60 mesh. Setelah itu, dicuci dengan HCl 4 M selama 3 jam dan dibilas dengan aquades hingga netral. Selanjutnya abu batu kecubung yang telah bersih dioven pada temperatur 100 °C sampai kering.

1.3.3 Pembuatan Natrium Silika

Sebanyak 20 g abu batu kecubung ditambah dengan 250 mL larutan NaOH 3 M dalam erlenmeyer bertutup 500 mL. Campuran dididihkan pada suhu 120°C sambil diaduk dengan magnetik stirer pada kecepatan konstan selama 1 jam lalu disaring dengan kertas saring Whatman 42. Residu dicuci secara bertahap dengan 100 mL aquades mendidih. Filtrat didinginkan, kemudian dinetralkan dengan asam sulfat 1,0 M sampai terbentuk gel. Gel yang terbentuk didiamkan selama 18 jam. Gel natrium silikat yang terbentuk disaring dengan kertas saring whatman 42 menggunakan corong buchner dan dicuci dengan aquades. Gel inilah yang digunakan untuk sintesis silika gel.

1.3.4 Pembuatan silika Gel dari Abu Batu Kecubung

Gel yang didapat kemudian dikeringkan pada suhu 70 °C dalam oven sampai kering. Silika gel yang diperoleh kemudian digerus dan diayak dengan ayakan 60 mesh dan 140 mesh. Serbuk silika gel yang lolos dari ayakan 60 mesh dan tertahan pada ayakan 140 mesh disimpan dalam desikator.

1.3.5 Modifikasi Silika Gel dari Abu Batu Kecubung dengan Ligan Difenilkarbazida

Sebanyak 0,39 g difenilkarbazida dimasukkan ke dalam campuran 10 mL toluena dan 0,2 mL piridin kemudian diaduk sampai difenilkarbazida larut sempurna. Sebanyak 0,39 g silika gel abu batu kecubung dimasukkan kedalam larutan di atas, kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 4 jam, lalu disaring, dicuci dengan 2,5 mL toluena, 0,1 mL piridin dan 2,5 mL dietil eter, kemudian dikeringkan pada 60 °C dalam oven. Dengan cara yang sama dikerjakan untuk 1:2, 1:1 dan 2:1 silika gel dan difenilkarbazida yang lain yaitu 0,39:0,78; 0,39:0,39; 0,39:0,195 g. Jumlah ligan yang terserap pada silika gel dapat diketahui dengan pendekatan kehilangan berat melalui pemanasan Si-ligan pada 550 °C selama 30 menit.

1.3.6 Penentuan Waktu Optimum Modifikasi

Sebanyak 0,2 g difenilkarbazida dimasukkan ke dalam campuran 5 mL toluena dan 0,1 mL piridin kemudian diaduk sampai difenilkarbazida larut sempurna. Sebanyak 0,1 g silika gel dimasukkan kedalam larutan di atas, kemudian diaduk dengan magnetik stirer selama 2 jam, lalu disaring, dicuci dengan 2,5 mL toluena, 0,05 piridin dan 2,5 mL dietil eter, kemudian dikeringkan

pada 60 °C dalam oven. Dengan cara yang sama juga dikerjakan untuk variasi waktu pengadukan selama 2,4 dan 6 jam. Jumlah ligan yang terserap pada silika gel dapat diketahui dengan pendekatan kehilangan berat melalui pemanasan Siligan pada 550 °C selama 20 menit.

1.3.7 Karakterisasi Gugus fungsi adsorben dengan FTIR dan XRD

Silika gel tanpa modifikasi, silika gel termodifikasi difenilkarbazida, dianalisis dengan spektrofotometer FTIR dan XRD. Spektra FTIR dan XRD digunakan untuk mengidentifikasi apakah senyawa yang diharapkan sudah berhasil dibuat.