

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Deskripsi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Januari sampai September 2012 di Laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia. Pengujian dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Metalurgi Jurusan Teknik Pertambangan Institut Teknologi Bandung, dan Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi dan Kelautan Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Tahapan kegiatan dalam penelitian ini meliputi:

1. Tahap preparasi meliputi pembuatan adsorben kitosan-bentonit dari Ca-bentonit yang dimodifikasi dengan kitosan dan pembuatan prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses *batch*.
2. Tahap identifikasi awal meliputi karakterisasi adsorben Ca-bentonit dan kitosan-bentonit dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD, SEM, dan TG-DTA.
3. Tahap aplikasi meliputi:
 - a. Adsorpsi logam Fe(III), Cd(II), pestisida endosulfan dan diazinon pada proses *batch* oleh adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif

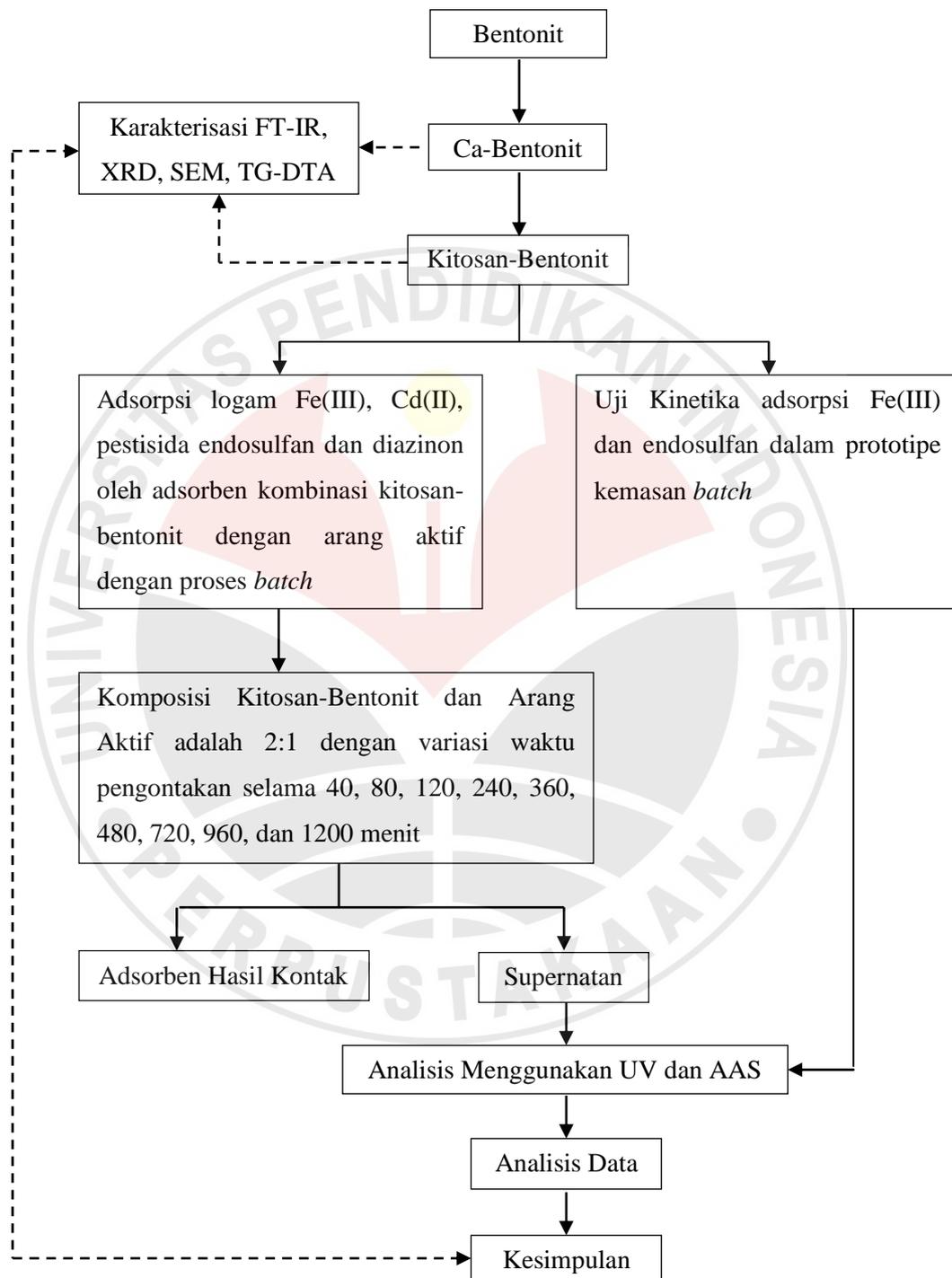
dengan komposisi 2:1, pada variasi waktu pengontakan selama 40, 80, 120, 240, 360, 480, 720, 960, dan 1200 menit.

- b. Uji kinetika adsorpsi logam Fe(III) dan endosulfan oleh adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif dengan memvariasikan waktu kontak adsorpsi Fe(III) dan endosulfan pada kombinasi adsorben.

4. Tahap analisis menggunakan spektrofotometer UV dan AAS.

Analisis menggunakan spektrofotometer UV dilakukan untuk mengetahui jumlah pestisida endosulfan dan diazinon yang teradsorpsi oleh adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif. Sedangkan analisis menggunakan AAS dilakukan untuk mengetahui jumlah logam Fe(III) dan Cd(II) yang teradsorpsi oleh adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif.

Secara keseluruhan tahapan penelitian digambarkan pada bagan alir penelitian di bawah ini.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan meliputi *multishaker* MMS 3000, oven, neraca analitis, *Centrifuge* tipe H-103 N Kokusan, desikator, peralatan filtrasi vakum dan alat-alat gelas. Untuk keperluan analisis digunakan Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, FT-IR Shimadzu 8400, *X-ray Diffraction* Philips, SEM Jeol JSM 6360 LV dan *Thermogravimetry-Differential Thermal Analysis* (TG-DTA).

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit yang berasal dari Karangnunggal (Tasikmalaya), arang aktif, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a, kitosan p.a, asam asetat (CH_3COOH) 100%, endosulfan (nama dagang Akodan 350 EC), diazinon (nama dagang sidazinon 60 EC), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ p.a, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a dan akuades.

3.4 Langkah Kerja

3.4.1 Tahap Preparasi

Tahap ini meliputi pembuatan adsorben kitosan-bentonit dari Ca-bentonit yang dimodifikasi dengan kitosan dan pembuatan prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses *batch*.

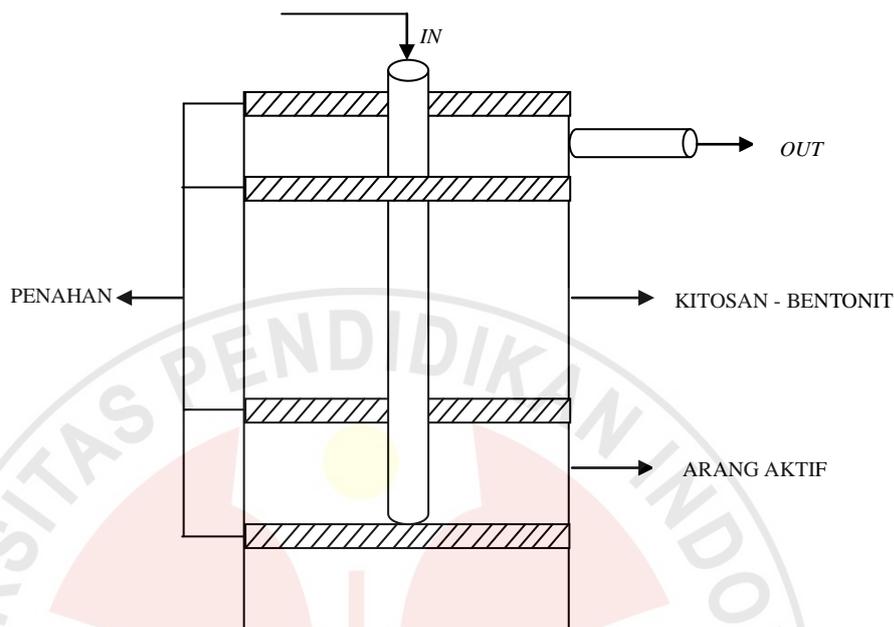
3.4.1.1 Pembuatan Adsorben Kitosan-Bentonit

Sebanyak 6 Kg bentonit ukuran 200 mesh direndam dalam 20 L akuades selama 24 jam. Bentonit kemudian disaring dan dikeringkan, padatan yang diperoleh dimasukkan ke dalam 17 L larutan CaCl_2 1M selama 72 jam dan

diaduk setiap 6 jam sekali. Bentonit kemudian disaring dan dicuci dengan aquades sampai air hasil cucian bebas ion Cl^- (diuji dengan larutan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ 0,1 M). Padatan lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C dan padatan kering yang diperoleh merupakan Ca-bentonit, kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, TG-DTA, XRD dan SEM. Ca-bentonit yang telah diperoleh ditambahkan 1 L kitosan 1000 ppm. Dikocok selama 30 menit pada 1000 rpm. Kemudian di saring, filtrat yang diperoleh disimpan untuk dianalisis, dan residu yang diperoleh adalah kitosan-bentonit. Kitosan-bentonit yang diperoleh dicuci dengan aquades sampai bebas asam, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C . Kitosan bentonit yang sudah kering dihaluskan untuk penggunaan lebih lanjut, dan sebagian dari kitosan-bentonit diambil untuk karakterisasi menggunakan FT-IR, TG-DTA, XRD dan SEM.

3.4.1.2 Pembuatan Prototipe Kemasan *Batch*

Prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses *batch* dibuat dengan bentuk sebagai berikut:



Gambar 3.2 Prototipe Kemasan Adsorben Kitosan-Bentonit untuk Proses *Batch*

Prototipe kemasan adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif pada proses *batch* terdiri dari tiga bagian utama yaitu wadah tempat adsorben, penahan antar adsorben dan pipa efluen. Prototipe dibuat dari bahan plastik jenis *High Density Polyetilene (HDPE) food grade*. Wadah tempat adsorben berbentuk tabung dibuat dengan susunan dari bawah ke atas berturut turut yaitu penahan bagian bawah, arang aktif, penahan bagian tengah, adsorben kitosan-bentonit dan penahan bagian atas. Penahan bagian bawah, tengah dan atas terbuat dari bahan plastik HDPE dengan sisi bagian atas dan bawah terdapat lubang-lubang kecil agar air hasil proses dapat keluar. Penahan dilapisi dengan saringan. Air minum yang mengandung polutan masuk ke wadah adsorben bagian bawah, hal ini bertujuan untuk mengoptimalkan adsorpsi polutan oleh adsorben.

3.4.2 Tahap Aplikasi

3.4.2.1 Adsorpsi Residu Logam dan Pestisida oleh Adsorben Kombinasi Kitosan-Bentonit dengan Arang Aktif pada Proses *Batch* berdasarkan Pengaruh Waktu Kontak

Sebanyak 200 gram kitosan-bentonit dan 100 gram arang aktif dimasukkan ke dalam prototipe kemasan untuk proses *batch* kemudian dikontakkan dengan 4 sampel air kemasan 750 mL yang masing-masing mengandung larutan Fe^{3+} , Cd^{2+} , endosulfan, dan diazinon, dengan konsentrasi 20 ppm. Dilakukan variasi waktu pengontakan selama 40, 80, 120, 240, 360, 480, 720, 960, dan 1200 menit.

Adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif ditempatkan dalam prototipe kemasan *batch*. Lalu masing-masing sampel air yang mengandung larutan Fe^{3+} , Cd^{2+} , endosulfan, dan diazinon dialirkan ke dalam prototipe kemasan *batch*. Filtrat ditampung, lalu dianalisis kadar ion logam dan pestisida yang tersisa dalam larutan.

Untuk mengetahui konsentrasi endosulfan dan diazinon yang tersisa dalam supernatan dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV, sedangkan untuk mengetahui konsentrasi ion Fe^{3+} dan Cd^{2+} dalam supernatan dilakukan pengukuran menggunakan AAS. Untuk perhitungan dibuat kurva kalibrasi larutan standar.

3.4.2.2 Uji Kinetika Adsorpsi Endosulfan dan Fe(III) oleh Adsorben Kombinasi Kitosan-bentonit dengan Arang Aktif

Dua sampel air artifisial yang masing-masing mengandung endosulfan 20 ppm dan Fe(III) 20 ppm sebanyak 1 L dikontakkan dengan kombinasi adsorben

yang telah dikemas pada prototipe. Laju alir influen (air masuk) diatur sebesar 2 mL/menit. Efluen (air yang telah diadsorpsi) dikeluarkan dari prototipe pada rentang waktu yang bervariasi yaitu 60, 120, 180, 240, 720, 900, 1020, 1200, 1380, 1560, 1740, 2220, 2400, dan 2580 menit. Kinerja adsorpsi diamati dari hasil pengukuran konsentrasi awal dan konsentrasi akhir Fe(III) dan endosulfan menggunakan UV dan AAS.

3.4.3 Tahap Karakterisasi

Tahap karakterisasi Ca-bentonit dan kitosan-bentonit digunakan spektrofotometer infra merah (FT-IR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), difraksi sinar X (XRD), dan TG-DTA. Spektrofotometer FT-IR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam bentonit dan untuk mengetahui perubahan yang terjadi pada bentonit akibat modifikasi Ca-bentonit dengan kitosan menjadi kitosan-bentonit. Untuk mengetahui topografi mengenai gambaran permukaan dan keadaan tekstur dari Ca-bentonit dan kitosan-bentonit digunakan foto SEM. Pengamatan yang dilakukan pada foto SEM yaitu perubahan porositas dari Ca-bentonit dan kitosan-bentonit. Difraksi sinar X (XRD) digunakan untuk menentukan keberadaan mineral monmorilonit dalam Ca-bentonit dan kitosan-bentonit yang digunakan. Selain itu juga dari difraksi sinar X dapat diketahui perubahan-perubahan yang terjadi akibat Ca-bentonit yang dimodifikasi menjadi kitosan-bentonit. Karakterisasi menggunakan TG-DTA bertujuan untuk mengetahui titik dekomposisi dari kitosan-bentonit, sehingga dapat diketahui kestabilan kitosan-bentonit terhadap panas dibandingkan dengan Ca-bentonit.

3.4.4 Tahap Analisis

Tahap analisis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV untuk mengetahui jumlah endosulfan dan diazinon yang teradsorpsi pada kitosan-bentonit kombinasi arang aktif. Data yang diperoleh berupa absorbansi larutan endosulfan dan diazinon setelah dikontakkan dengan adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif. Absorbansi larutan endosulfan dan diazinon yang didapatkan dari pengukuran disubstitusikan ke dalam kurva kalibrasi untuk mengetahui konsentrasi endosulfan yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit kombinasi arang aktif. Sedangkan untuk mengetahui jumlah logam Fe(III) dan Cd(II) yang teradsorpsi dilakukan dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS). Untuk mengetahui konsentrasi pestisida dan logam yang teradsorpsi pada kitosan-bentonit kombinasi arang aktif digunakan persamaan:

$$C_a = C_0 - C_t$$

Dimana C_a merupakan konsentrasi endosulfan yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit kombinasi arang aktif, C_0 merupakan konsentrasi awal endosulfan dan C_t adalah sisa konsentrasi endosulfan yang tidak teradsorpsi oleh kitosan-bentonit kombinasi arang aktif.

Besarnya persentase adsorpsi dihitung dari persamaan berikut:

$$\% \text{ Adsorpsi} = \frac{C_t}{C_0} \times 100\%$$

Pengolahan data untuk menentukan tetapan laju adsorpsi (k_1) dan tetapan kesetimbangan adsorpsi (K) dapat dilakukan dengan menggunakan model kinetika Langmuir-Hinshelwood yang telah dimodifikasi oleh Santosa (Khoerunnisa, 2005). Persamaan kinetika yang diusulkan Santosa adalah sebagai berikut :

$$\frac{\ln(C_0 / C_a)}{C_a} = k_1 \frac{t}{C_a} + K$$

Data adsorpsi yang mengikuti model kinetika Santosa akan menghasilkan kurva $\ln(C_0/C_a)/C_a$ terhadap t/C_a yang berbentuk garis lurus. Harga intersep dan *slope* kurva linier tersebut digunakan untuk menghitung konstanta K dan k_1 .

