

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan dan Laboratorium Riset Kimia Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia. Penelitian ini dimulai dari bulan Agustus 2010 hingga bulan Mei 2011.

#### **3.2 Desain Penelitian**

Dalam memudahkan pelaksanaan penelitian ini. Dibuat suatu desain penelitian seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.1, yang meliputi:

a. Tahap Preparasi Sampel

Pada tahap ini, sampel daun dikumpulkan secara bertahap kemudian daun basah dibersihkan dan dikeringkan di udara terbuka dan dihaluskan. Daun yang telah halus kemudian siap untuk digunakan sebagai bahan isolasi.

b. Tahap Isolasi Senyawa Aktif Bioflokulan DYT

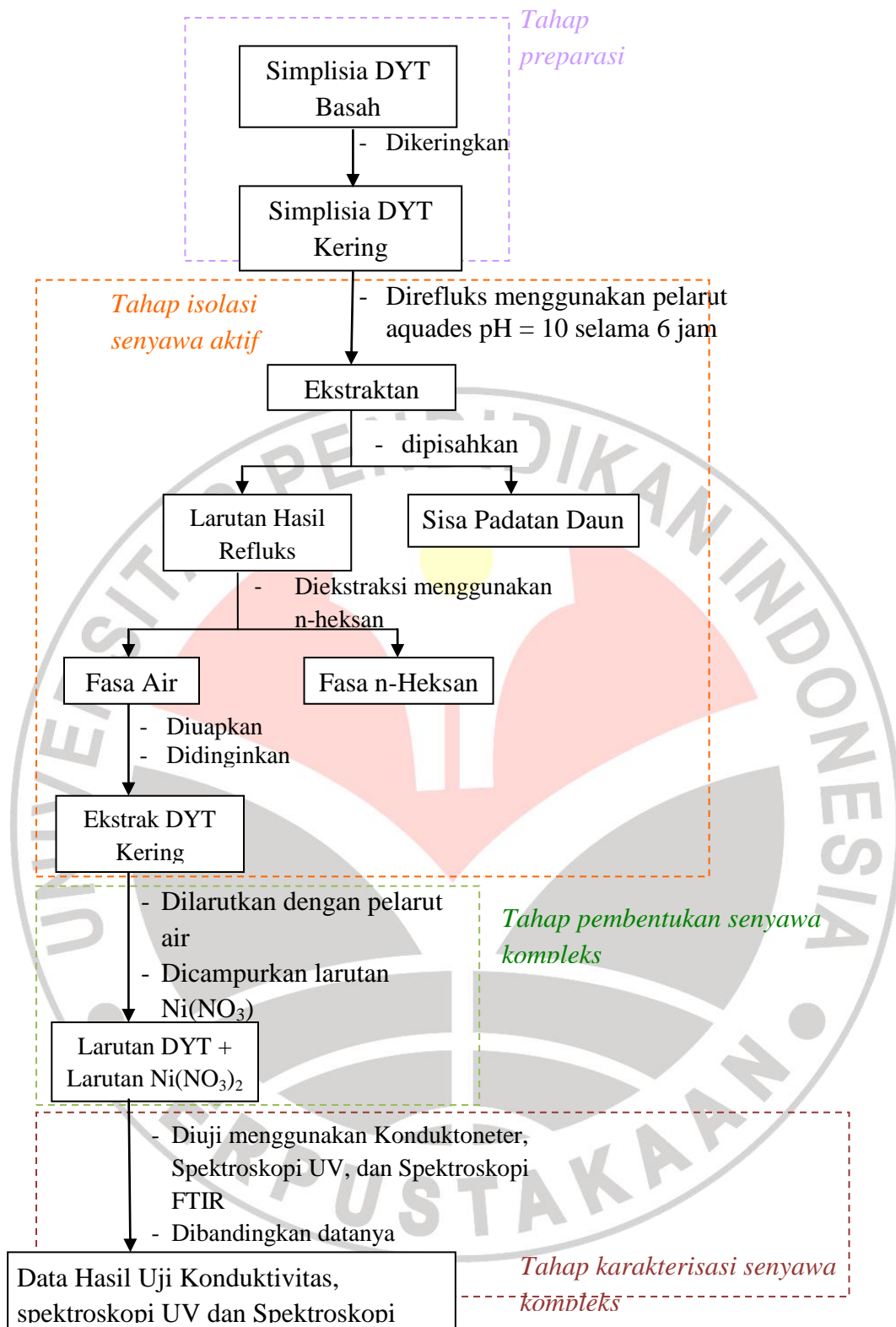
Isolasi senyawa aktif bioflokulan DYT dilakukan dengan cara merefluks daun menggunakan pelarut aquades yang telah diatur pH nya menggunakan NaOH (pH=10). Langkah ini dilanjutkan dengan penghilangan klorofil dan senyawa nonpolar lainnya menggunakan pelarut n-heksana.

c. Tahap Pembentukan Senyawa Kompleks

Setelah hasil refluks yang diperoleh, kemudian diekstraksi menggunakan pelarut n-heksana. Fasa air yang terbentuk dipisahkan dari fasa organik kemudian dicampurkan dengan larutan  $\text{Ni}^{2+}$  pada berbagai konsentrasi.

d. Tahap Analisis Hasil Interaksi Bioflokulan DYT dan ion  $\text{Ni}^{2+}$

Pada tahap ini, hasil bioflokulan DYT yang telah dikeringkan kemudian dilarutkan dengan pelarut aquades dan dicampurkan dengan larutan nikel (II) nitrat untuk dikarakterisasi menggunakan konduktometer, spektrofotometri UV-VIS, *spektrofotometri Fourier Transform Infra Red* (FTIR), serta dibandingkan dengan hasil analisis Bioflokulan DYT sebelum dicampurkan dengan larutan  $\text{Ni}^{2+}$ .



**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### **3.3 Alat dan Bahan**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer UV, konduktometer, spektrofotometer FTIR, seperangkat alat refluks, kertas saring, termometer, gelas kimia, gelas ukur, neraca digital, corong pisah, alumunium foil, pipet volume dan batang pengaduk.

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel bioflokulan DYT, metanol, n-heksana, larutan Ni (II) Nitrat, aquades, dan NaOH.

### **3.4 Prosedur Kerja**

#### **3.4.1 Tahap Preparasi Sampel**

Sampel daun dikumpulkan lalu ditimbang massa basahya dan dibersihkan dari berbagai kotoran yang menempel. Setelah itu, daun dikeringkan dengan diangin-angin di udara terbuka selama beberapa hari. Selama pengeringan, daun dihindarkan dari sinar matahari langsung serta dijaga agar tidak membusuk. Daun yang telah kering kemudian dihaluskan menggunakan blender. Setelah itu, daun ditimbang massa keringnya.

#### **3.4.2 Tahap Isolasi Senyawa Aktif Bioflokulan DYT**

Sampel daun kering dimasukan ke dalam labu dasar bulat sampai dua pertiga volume labu. Kemudian ditambahkan air yang pH-nya = 10 sampai semua daun terendam. Setelah itu, direfluks selama enam jam lalu disaring. Filtrat yang diperoleh kemudian dicuci dengan n-heksan dengan perbandingan volume 1:1. Pencucian tersebut dilakukan sampai fasa n-heksan tak berwarna.

### **3.4.3 Tahap Interaksi Larutan Ion Ni<sup>2+</sup> dengan Bioflokulan DYT**

Proses interaksi larutan ion Ni<sup>2+</sup> dengan bioflokulan DYT dilakukan dengan cara mencampurkan larutan ion Ni<sup>2+</sup> dengan larutan bioflokulan DYT pada variasi konsentrasi tertentu. Pencampuran dilakukan dengan pengadukan hingga warna senyawa kompleks teramati. Hasil interaksi yang terbentuk kemudian dikarakterisasi menggunakan alat spektroskopi dengan cara yang sama dengan karakterisasi bioflokulan DYT sebelum dicampurkan dengan ion logam. Kedua hasil data karakteristik yang diperoleh kemudian dibandingkan.

### **3.4.4 Tahap Analisis Larutan Bioflokulan DYT, Ion Ni<sup>2+</sup> dan larutan**

#### **Hasil Interaksi Bioflokulan DYT dengan Ion Ni<sup>2+</sup>**

##### **3.4.4.1 Pengukuran Konduktivitas**

Sampel yang diuji konduktivitasnya terdiri dari: bioflokulan DYT, Larutan Ni<sup>2+</sup> serta hasil interaksi dari larutan Ni<sup>2+</sup> dengan bioflokulan DYT. Sebelum dilakukan pengukuran, terlebih dahulu dilakukan standarisasi alat konduktivitas dengan menggunakan larutan standar KCl 0,001 M.

Larutan induk bioflokulan DYT 2000 ppm yang telah disiapkan, dipipet dengan variasi volume masing-masing sebanyak 25 mL, 50 mL, 75 mL, 100 mL, 125 mL, 150 mL, 175 mL, dan 200 mL. Kemudian masing-masing variasi volume tersebut diencerkan dengan menggunakan aquades hingga volume akhirnya mencapai 200 mL. Pengukuran

konduktivitas untuk larutan induk  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  2000 ppm dilakukan dengan cara dipipet dengan variasi volume masing-masing sebanyak 25 mL, 50 mL, 75 mL, 100 mL, 125 mL, 150 mL, 175 mL, dan 200 mL. Kemudian masing-masing variasi volume tersebut diencerkan dengan menggunakan aquades hingga volume akhirnya mencapai 200 mL.

Untuk pengukuran konduktivitas hasil interaksi bioflokulan DYT dengan larutan ion  $\text{Ni}^{2+}$  dapat dilihat pada tabel 3.1:

**Tabel 3.1** Variasi Volume pembentukan Hasil interaksi bioflokulan DYT dengan Larutan  $\text{Ni}^{2+}$

Volume larutan ion $\text{Ni}^{2+}$	Volume larutan bioflokulan DYT	Volume total Hasil interaksi
0 mL	200 mL	200 mL
25 mL	175 mL	200 mL
50 mL	150 mL	200 mL
75 mL	125 mL	200 mL
100 mL	100 mL	200 mL
125 mL	75 mL	200 mL
150 mL	50 mL	200 mL
175 mL	25 mL	200 mL
200 mL	0 mL	200 mL

#### **3.4.4.2 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum dan Serapan Larutan Bioflokulan DYT, Larutan Ion Ni<sup>2+</sup> dan Larutan Hasil Interaksi Bioflokulan DYT dengan Ion Ni<sup>2+</sup>**

Analisis ini dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV/VIS Shimadzu 1240. Larutan bioflokulan DYT dibuat dengan melarutkan sekitar 0,01 gram bioflokulan DYT dengan aquabides sampai volume 10 mL. Absorbansi larutan di-*scan* pada rentang panjang gelombang 190-390 nm sehingga diperoleh nilai panjang gelombang maksimumnya.

#### **3.4.4.3 Tahap Uji Gugus Fungsi Bioflokulan DYT dan Hasil Interaksi Bioflokulan DYT dengan Ion Ni<sup>2+</sup>**

Analisis ini menggunakan metode spektrofotometri Fourier Transform Infra Red (FTIR). Alat yang digunakan adalah spektrofotometer FTIR Shimadzu-8400 (Gambar 3.3). Beberapa miligram bioflokulan DYT dicampur dengan serbuk KBr dan digerus di dalam alat mortir agate sampai halus dan merata. Hasil interaksi tersebut kemudian dimasukkan ke dalam suatu cetakan dan ditekan dengan penekan hidrolik sehingga diperoleh suatu lempeng tipis yang transparan. Setelah itu, lempeng tipis dimasukkan ke dalam pellet holder dan ditempatkan di dalam alat FTIR.