

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:

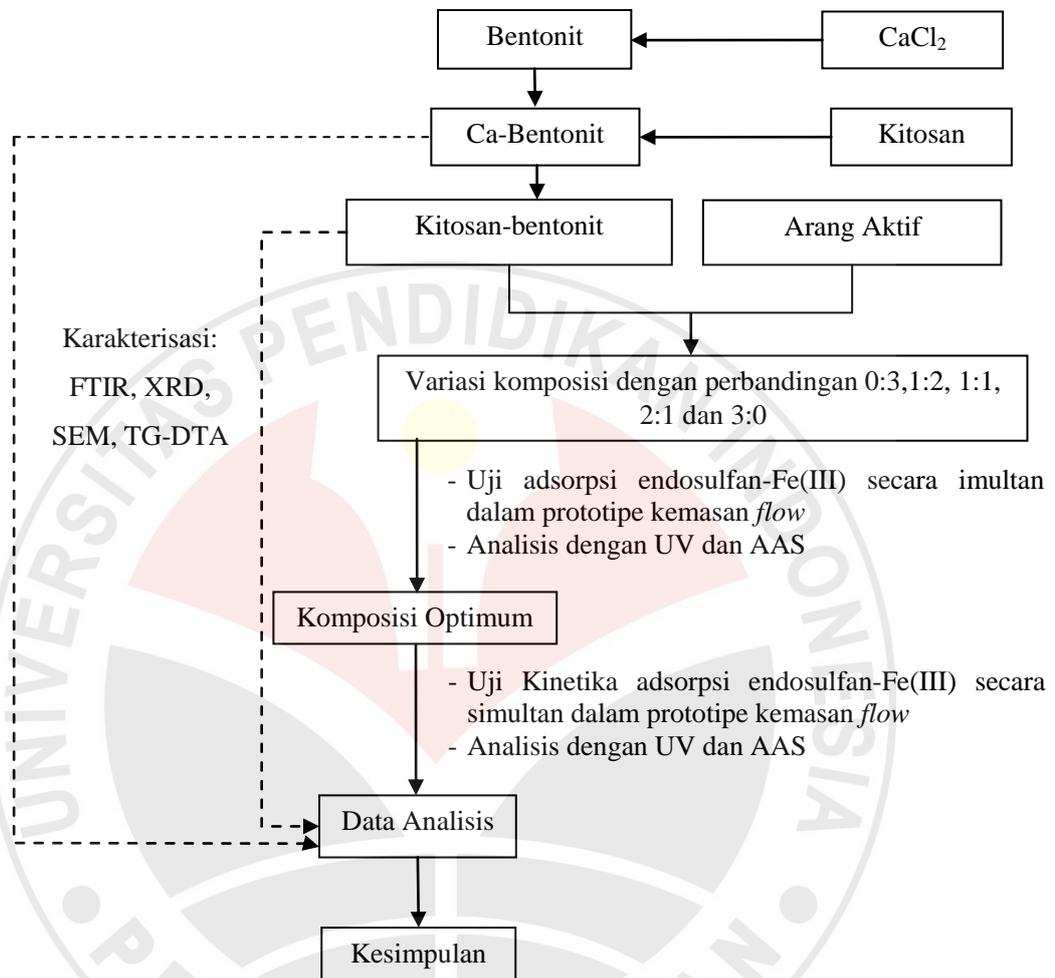
1. Tahap preparasi meliputi pembuatan adsorben kitosan-bentonit dari Ca-bentonit yang dimodifikasi dengan kitosan.
2. Tahap identifikasi meliputi karakterisasi adsorben Ca-bentonit dan kitosan-bentonit menggunakan instrumen FT-IR, XRD, SEM, dan TG-DTA.
3. Tahap aplikasi meliputi :
 - a. Pembuatan sampel air minum yang dicampurkan dengan pestisida endosulfan dan logam Fe (III), dengan konsentrasi masing-masing 40 ppm dan 10 ppm di dalam larutan air minum.
 - b. Uji kinerja adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif terhadap campuran endosulfan dan Fe(III) secara simultan pada prototipe kemasan

sistem *flow* pada berbagai variasi komposisi kombinasi yaitu 0:3, 2:1, 1:1,1:2, dan 3:0.

- c. Uji kinetika adsorpsi endosulfan dan logam Fe(III) oleh adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif dengan memvariasikan waktu kontak.
4. Tahap analisis menggunakan spektrofotometer UV dan AAS.

Analisis menggunakan spektrofotometer UV dilakukan untuk mengetahui jumlah pestisida endosulfan yang tidak teradsorpsi sedangkan analisis menggunakan AAS dilakukan untuk mengetahui konsentrasi logam Fe(III) yang tidak teradsorpsi.

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 *Centrifuge* tipe H-103 N Kokusan, *multishaker* MMS 3000, oven, neraca analitis, desikator, peralatan filtrasi vakum dan peralatan gelas. Untuk keperluan analisis digunakan Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, FT-IR Shimadzu 8400, *Thermogravimetry/Differential*

Thermal Analysis (TG/DTA), X-ray Diffraction Philips, dan SEM Jeol JSM 6360 LV.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit yang berasal dari Karangnunggal (Tasikmalaya), $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a, kitosan p.a, asam asetat (CH_3COOH) 100%, endosulfan (nama dagang Akodan 200 EC), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ p.a, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ 0,1 M, dan aquades.

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 sistem *flow*.

3.4.1.1 Pembuatan Ca-Bentonit

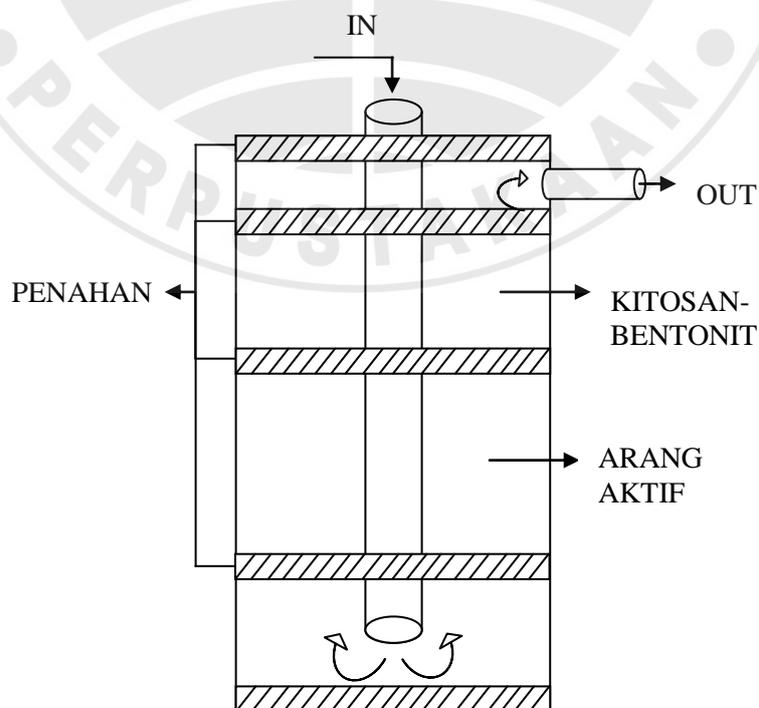
Sebanyak 6 kg bentonit ukuran 200 mesh direndam dalam 24 L akuades selama 24 jam. Bentonit kemudian disaring dan dikeringkan. Padatan yang diperoleh dimasukkan ke dalam 8,4 L larutan CaCl_2 1M selama 72 jam dan diaduk setiap 6 jam sekali. Bentonit kemudian disaring lalu padatan dicuci dengan akuades sampai air hasil cucian bebas ion Cl^- (diuji dengan larutan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ 0,1 M). Padatan dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C . Padatan kering yang diperoleh merupakan Ca-bentonit, kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, TG-DTA, XRD dan SEM.

3.4.1.2 Pembuatan Kitosan-Bentonit

Sebanyak 4,5 kg Ca-bentonit dimasukkan ke dalam wadah dan ditambahkan 25 L kitosan 1000 ppm lalu dikocok selama 30 menit pada 1000 rpm. Hasilnya di saring, filtrat yang diperoleh disimpan untuk dianalisis dengan UV. Padatan yang diperoleh dicuci dengan aquadest sampai bebas asam kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100⁰C. Padatan yang diperoleh merupakan kitosan-bentonit. Kitosan bentonit yang sudah kering dihaluskan untuk penggunaan lebih lanjut, dan sebagian dari kitosan-bentonit diambil untuk karakterisasi menggunakan FT-IR, TG-DTA, SEM dan XRD.

3.4.1.3 Prototipe Kemasan *Flow*

Prototipe kemasan adsorben yang digunakan untuk proses *flow* adalah seperti berikut:



Gambar 3.2 Prototipe Kemasan Adsorben untuk Sistem *Flow*

Prototipe kemasan adsorben kombinasi kitosan-bentonit dengan arang aktif terdiri dari empat bagian utama yaitu keran pengatur influen (air masuk), pipa influen, wadah adsorben, dan penahan. Sistem kerja prototipe dalam mengadsorpsi polutan dalam air minum yaitu dengan menggunakan sistem *flow*. Sistem *flow* adalah suatu proses dengan cara mengalirkan air yang akan diadsorpsi ke dalam adsorben sehingga terjadi kontak dengan adsorben lalu hasil air bersih masuk ke bak penampungan. Prototipe dibuat dari bahan plastik jenis *High Density Polyethylene (HDPE) food grade*. Wadah adsorben berbentuk tabung dibuat dengan susunan adsorben dari bawah ke atas berturut turut yaitu adsorben arang aktif dan kitosan-bentonit. Antar adsorben diberi penahan yang posisinya dapat diubah sehingga komposisi kombinasi adsorben dapat diatur. Penahan 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 Penentuan Komposisi Adsorben Kombinasi Kitosan-bentonit dengan Arang Aktif yang Optimum

Penentuan komposisi kombinasi adsorben yang optimum dilakukan dengan cara mengontakkan campuran pestisida endosulfan dan logam Fe(III) dengan konsentrasi masing-masing 40:10 ppm sebanyak 1 L dan laju alir 2 mL/menit dalam prototipe kemasan adsorben sistem *flow* pada berbagai variasi kombinasi adsorben yang disajikan pada tabel di bawah ini.

Tabel 3.1 Variasi Kombinasi Adsorben Kitosan-Bentonit dengan Arang Aktif

Variasi Komposisi Kombinasi Adsorben ke-	Rasio Kitosan-Bentonit dengan Arang Aktif
1	3:0
2	2:1
3	1:1
4	1:2
5	0:3

Untuk mengetahui konsentrasi pestisida endosulfan yang tersisa dalam supernatan dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis sedangkan untuk mengetahui konsentrasi ion Fe(III) dalam supernatan dilakukan pengukuran menggunakan AAS.

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

Komposisi optimum yang telah didapat sebelumnya digunakan untuk menguji kinetika adsorpsi endosulfan dan Fe(III) dalam campuran endosulfan-Fe(III) oleh kombinasi adsorben kitosan-bentonit dengan arang aktif. Air artifisial yang mengandung endosulfan dan Fe(III) dengan perbandingan 40:10 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 endosulfan dan Fe(III) menggunakan UV-Vis 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. Apabila jarak antar bidang pada Ca-bentonit berbeda dengan jarak antar bidang pada kitosan-bentonit maka dimungkinkan kitosan terdapat di bagian *interlayer* 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-Vis untuk mengetahui jumlah endosulfan yang teradsorpsi pada adsorben sedangkan untuk mengetahui jumlah logam yang teradsorpsi dilakukan dengan menggunakan

Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Data yang diperoleh dari masing-masing pengukuran berupa absorbansi larutan setelah dikontakkan dengan adsorben dalam kemasan *flow*. Jumlah endosulfan dan logam besi masing-masing yang teradsorpsi dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$C_t = C_o - C_a$$

Keterangan:

C_a = konsentrasi sisa

C_o = konsentrasi awal

C_t = konsentrasi teradsorpsi

Besarnya persentase adsorpsi dihitung dari persamaan berikut:

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

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 :

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

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