

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Deskripsi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret sampai September 2009 di Laboratorium Riset, Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia, dan Laboratorium XRD dan SEM Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Bandung.

#### **3.2 Desain Penelitian**

Tahapan kegiatan dalam penelitian ini meliputi:

##### **1. Tahap sintesis adsorben kitosan-bentonit**

Sintesis kitosan-bentonit dilakukan dengan perbandingan massa kitosan:bentonit = 1:180 dan diaduk pada kecepatan 160 rpm selama 30 menit (pembuatan adsorben kitosan-bentonit ini dilakukan berdasarkan data hasil penelitian Dimas (2009)). Untuk membuktikan bahwa kitosan telah berikatan seluruhnya dengan bentonit, maka dilakukan pengujian kadar kitosan dalam supernatant menggunakan spektrofotometer UV.

##### **2. Karakterisasi Ca-bentonit, dan kitosan-bentonit dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, XRD dan SEM.**

Pada tahap karakterisasi Ca-bentonit dan kitosan-bentonit dikarakterisasi menggunakan instrumen SEM, XRD dan FTIR. Hasil karakterisasi yang diperoleh, akan digunakan sebagai data penunjang dalam analisis kinerja dari adsorben kitosan bentonit.

3. Tahap uji pendahuluan

Tahap uji pendahuluan dilakukan dengan cara mengontakkan campuran logam berat: diazinon dengan Ca-bentonit.

4. Tahap uji kinerja kitosan-bentonit terhadap campuran diazinon dan logam berat.

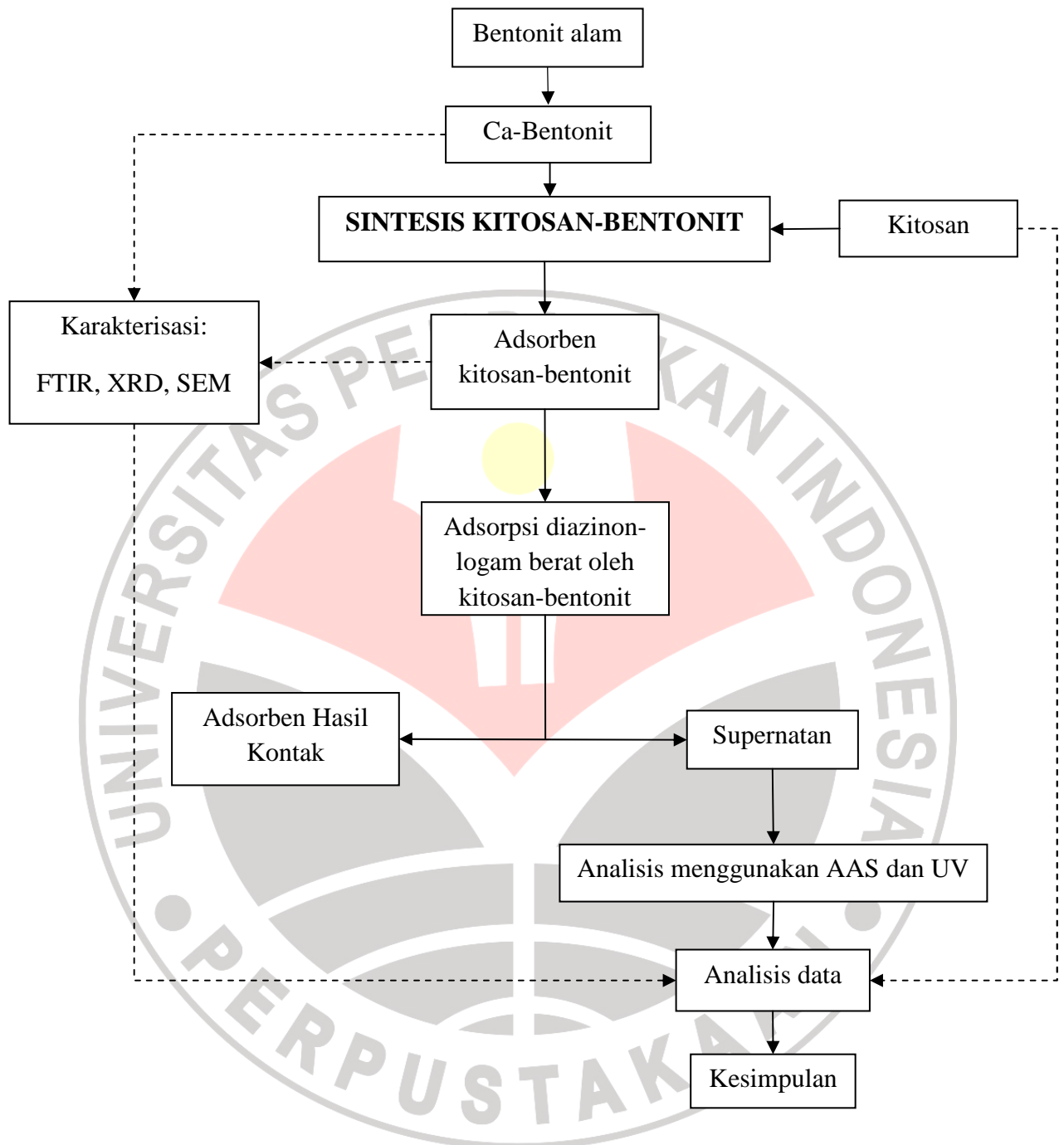
Pada tahap uji kinerja, ada 3 logam berat yang di ujikan, yaitu Fe, Cd dan Cu. Campuran pestisida: logam berat dibuat pada berbagai variasi konsentrasi.

5. Tahap analisis menggunakan spektrofotometer UV dan spektrofotometer serapan atom (SSA),

Analisis menggunakan spektrofotometer UV dilakukan untuk mengetahui jumlah pestisida diazinon yang teradsorpsi oleh adsorben kitosan-bentonit.

Sedangkan analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dilakukan untuk mengetahui jumlah logam yang teradsorpsi oleh adsorben kitosan-bentonit.

Secara keseluruhan tahapan penelitian digambarkan pada bagan alir penelitian yang terlihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu Ca-bentonit, Kitosan, asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) p.a., diazinon (nama dagang sidazinon 60 EC), asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ),  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dan aquades. Peralatan yang digunakan meliputi Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, spektrofotometer serapan atom Perkin Elmer Aanalyst 100, FTIR Shimadzu 8400, *Centrifuge* tipe H-103 N Kokusan, *multishaker* MMS 3000, XRD PANalytical X'Pert, Scanning Electron Microscopic JEOL tipe JSM-6360 LA, oven, neraca analitis, desikator dan alat-alat gelas kimia standar.

### 3.4 Langkah Kerja

#### 3.4.1 Tahap Sintesis dan Karakterisasi Adsorben Kitosan-bentonit

##### 3.4.1.1 Sintesis Kitosan-bentonit

Sebanyak 180 gram Ca-bentonit dimasukkan ke dalam gelas kimia 2L dan ditambahkan 1L kitosan 1000 mg/L. Campuran di shaker selama 30 menit dengan kecepatan 160 rpm. Campuran hasil shaker di saring menggunakan kertas saring Whatman no.1, filtrat yang diperoleh disimpan untuk dianalisis, dan residu yang diperoleh adalah kitosan-bentonit. Kitosan-bentonit yang diperoleh dicuci dengan aquadest sampai bebas asam, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu  $50^\circ\text{C}$ . Kitosan bentonit yang sudah kering dihaluskan untuk penggunaan lebih lanjut, dan sebagian dari kitosan-bentonit diambil untuk karakterisasi menggunakan FTIR, SEM dan XRD. Sedangkan Filtrat dari hasil penyaringan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV pada  $\lambda = 228,5 \text{ nm}$  untuk mengetahui kadar kitosan yang tersisa dalam filtrat.

### 3.4.1.2 Karakterisasi Adsorben Kitosan-bentonit

Pada tahap karakterisasi Ca-bentonit, kitosan dan kitosan-bentonit digunakan spektrofotometer infra merah (FTIR), difraksi sinar X (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi akan digunakan sebagai data penunjang untuk analisis lebih lanjut mengenai kinerja dari adsorben kitosan-bentonit.

### 3.4.2 Tahap Uji Pendahuluan

Tahap uji pendahuluan dilakukan dengan mengontakkan 25mL campuran logam berat :diazinon (15:10) dengan 2 gram Ca-bentonit. Campuran logam berat:diazinon yang dikontakkan adalah Fe:diazinon, Cd:diazinon dan Cu:diazinon. Campuran antara logam berat:diazinon dikontakkan selama 2 jam dengan Ca-bentonit, pada kecepatan 160 rpm. Selanjutnya suspensi disentrifugasi selama 30 menit pada 3000 rpm. Konsentrasi logam berat sisa dalam supernatan dianalisis dengan menggunakan AAS, sedangkan konsentrasi diazinon sisa dalam supernatan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV.

### 3.4.3 Uji Kinerja Kitosan-Bentonit terhadap Campuran Logam Berat dan Pestisida Diazinon.

Pengujian kinerja adsorben kitosan-bentonit dilakukan dengan mengontakkan 25 mL campuran diazinon (sampel pestisida) dan logam berat (Cu, Cd, Fe) pada perbandingan konsentrasi yang bervariasi dengan adsorben kitosan-bentonit sebanyak 2 g. Variasi konsentrasi campuran diazinon dan logam berat yang digunakan pada penelitian ini, terlihat pada tabel sebagai berikut:

**Tabel 3.1** Variasi Komposisi Campuran Logam Berat dan Diazinon yang diuji.

Variasi Komposisi	Perbandingan Konsentrasi (ppm)				
<b>Fe: Diazinon</b>	5:20	10:15	15:10	20:5	20:20
<b>Cd:Diazinon</b>	5:20	10:15	15:10	20:5	20:20
<b>Cu:Diazinon</b>	5:20	10:15	15:10	20:5	20:20
<b>Fe:Cd:Cu:Diazinon</b>	20:20:20:20				

Campuran antara logam berat-diazinon, dikontakkan dengan kitosan bentonit selama 2 jam pada kecepatan pengadukan 160 rpm. Selanjutnya suspensi disentrifugasi selama 30 menit pada 3000 rpm. Konsentrasi logam berat sisa dalam supernatan dianalisis dengan menggunakan AAS, sedangkan konsentrasi diazinon sisa dalam supernatan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV dan untuk perhitungan dibuat kurva kalibrasi larutan standar. Kondisi pengujian kinerja adsorben dilakukan pada keadaan isoterm, yaitu pada suhu  $\pm 27^{\circ}\text{C}$ .

#### 3.4.4 Tahap Analisis

Kinerja adsorben kitosan-bentonit dalam mengadsorpsi limbah pestisida dan logam berat secara sinergis dianalisis berdasarkan data konsentrasi campuran pestisida dan logam berat yang teradsorpsi pada adsorben tersebut. Untuk mengetahui jumlah diazinon yang teradsorpsi pada kitosan-bentonit, pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV. Sedangkan untuk mengetahui jumlah logam berat yang teradsorpsi dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Data yang diperoleh dari masing-masing

pengukuran berupa absorbansi larutan setelah dikontakkan dengan adsorben kitosan-bentonit.

Jumlah diazinon dan logam berat yang teradsorpsi dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$Ca = Co - Ct$$

Keterangan:

Ca = konsentrasi yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit

Co = konsentrasi awal

Ct = konsentrasi akhir (sisa konsentrasi diazinon yang tidak teradsorpsi oleh kitosan-bentonit).

