

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Deskripsi Penelitian

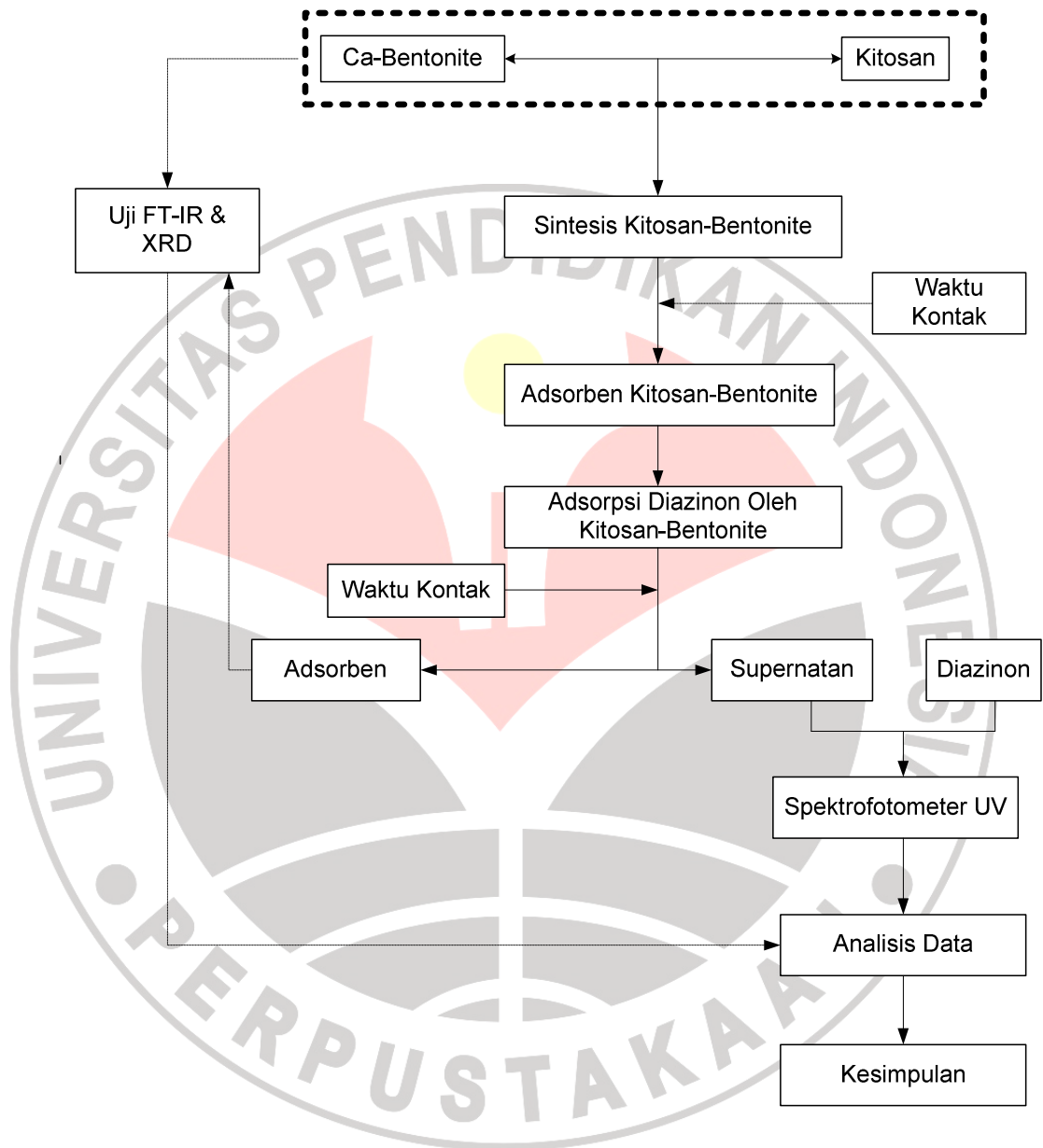
Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret sampai Agustus 2009 di Laboratorium Riset, Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia, dan Laboratorium XRD dan SEM Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Tahapan kegiatan dalam penelitian ini meliputi:

1. Tahap sintesis adsorben kitosan-bentonit dan karakterisasi Ca-bentonit, kitosan, dan kitosan-bentonit dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, XRD dan SEM.
2. Tahap uji kinetika adsorpsi kitosan oleh bentonit dan adsorpsi diazinon oleh kitosan bentonit.
3. Tahap analisis menggunakan spektrofotometer UV, dilakukan untuk mengetahui jumlah kitosan yang teradsorpsi oleh bentonit dan pestisida diazinon yang teradsorpsi oleh adsorben kitosan-bentonit.

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



Gambar 3.1 Bagan alir Penelitian

3.3 Alat dan Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu bentonit yang berasal dari Karangnunggal (Tasikmalaya), kitosan, asam asetat (CH_3COOH) p.a., insektisida diazinon (nama dagang sidazinon 60 EC) dan akuades. Peralatan utama yang digunakan meliputi Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240 dan FTIR Shimadzu 8400, *Centrifuge* tipe H-103 N Kokusan, *multishaker* MMS 3000, XRD PANalytical X'Pert, oven, pH meter Uchida KT-1A, neraca analitis, desikator dan alat-alat gelas kimia standar.

3.4 Langkah Kerja

3.4.1 Preparasi

3.4.1.1 Pembuatan Ca-Bentonit

Sebanyak 500 gram bentonit yang berukuran 200 mesh direndam dalam 2 L akuades selama 24 jam, lalu bentonit disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring Whatman No.1. Padatan yang diperoleh dimasukkan ke dalam 700 mL larutan CaCl_2 1 M selama 72 jam dan diaduk selama 6 jam sekali. Hasil penjuhan kemudian disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring Whatman No.1. Padatan yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai bebas Cl⁻ kemudian disaring dengan menggunakan penyaring vakum seperti sebelumnya. Padatan lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 100⁰C dan padatan kering yang diperoleh merupakan Ca-bentonit. Karakterisasi Ca-bentonit dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR dan SEM.

3.4.1.2 Sintesis Kitosan-Bentonit

Sebanyak 1 gram kitosan dilarutkan dalam 1L asam asetat 2% kemudian dicampurkan dengan bentonit sebanyak 180 gram. Campuran dikocok selama 2 jam, kemudian disaring dengan penyaring vakum dan dicuci dengan aquades sampai netral (diuji dengan kertas pH). Kitosan-bentonit yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR, XRD dan SEM

3.4.2 Tahap Uji Kinetika

3.4.2.1 Uji Kinetika Adsorpsi Kitosan oleh Bentonit

Sebanyak 25 mL larutan kitosan 1000 ppm (1 gram kitosan dilarutkan dalam asam asetat 2%) dicampurkan dengan 4,5 gram bentonit. Campuran dikocok pada rentang waktu yang bervariasi (0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 dan 40 menit) dengan kecepatan pengadukan 160 rpm. Kemudian disentrifuge dengan kecepatan 3000 rpm dan supernatannya diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240.

3.4.2.2 Uji Kinetika Adsorpsi Diazinon oleh Kitosan-Bentonit

Sebanyak 0,5 gram kitosan-bentonit dicampurkan dengan 10 mL larutan diazinon 20 ppm. Campuran dikocok pada rentang waktu yang bervariasi (0, 5, 10, 20, 30, 60, 90, 120, 180 dan 240 menit) dengan kecepatan pengadukan 160 rpm. Kemudian disentrifuge dengan kecepatan 3000 rpm dan supernatannya diukur dengan menggunakan

spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240. Langkah yang sama juga dilakukan untuk adsorpsi diazinon oleh Ca-bentonit sebagai pembanding.

3.4.3 Tahap Karakterisasi

Tahap karakterisasi Ca-bentonit, kitosan dan kitosan-bentonit digunakan spektrofotometer infra merah (FTIR), difraksi sinar X (XRD) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Spektrofotometer FTIR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam kitosan dan bentonit, selain itu dapat pula digunakan untuk mengetahui perubahan yang terjadi pada bentonit akibat modifikasi dengan kalsium dan kitosan menjadi 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. SEM digunakan untuk mengetahui keberadaan kitosan di *outlayer* bentonit dengan cara melihat morfologi permukaan bentonit sebelum dan sesudah dikontakkan dengan kitosan.

3.4.4 Tahap Analisis

Tahap analisis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV untuk mengetahui jumlah kitosan yang teradsorpsi oleh bentonit dan jumlah diazinon yang teradsorpsi pada kitosan-bentonit. Data yang diperoleh berupa absorbansi larutan kitosan setelah dikontakkan dengan bentonit dan larutan diazinon setelah dikontakkan dengan adsorben kitosan-bentonit. Absorbansi larutan kitosan dan larutan diazinon yang didapatkan dari pengukuran disubstitusikan ke dalam kurva kalibrasi kitosan dan kurva kalibrasi diazinon untuk mengetahui konsentrasi kitosan yang teradsorpsi bentonit dan konsentrasi diazinon yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit. Untuk mengetahui konsentrasi kitosan dan diazinon yang teradsorpsi digunakan persamaan berikut:

$$C_a = C_0 - C_s$$

C_a merupakan konsentrasi kitosan yang teradsorpsi bentonit atau konsentrasi diazinon yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit, C_0 merupakan konsentrasi awal diazinon atau kitosan, dan C_s adalah sisa konsentrasi diazinon atau kitosan yang tidak teradsorpsi.