

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Deskripsi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret sampai Juli 2011 di Laboratorium Riset, Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia, Laboratorium Kimia Analitik Institut Teknologi Bandung, Laboratorium XRD dan SEM Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Tahapan kegiatan dalam penelitian ini meliputi:

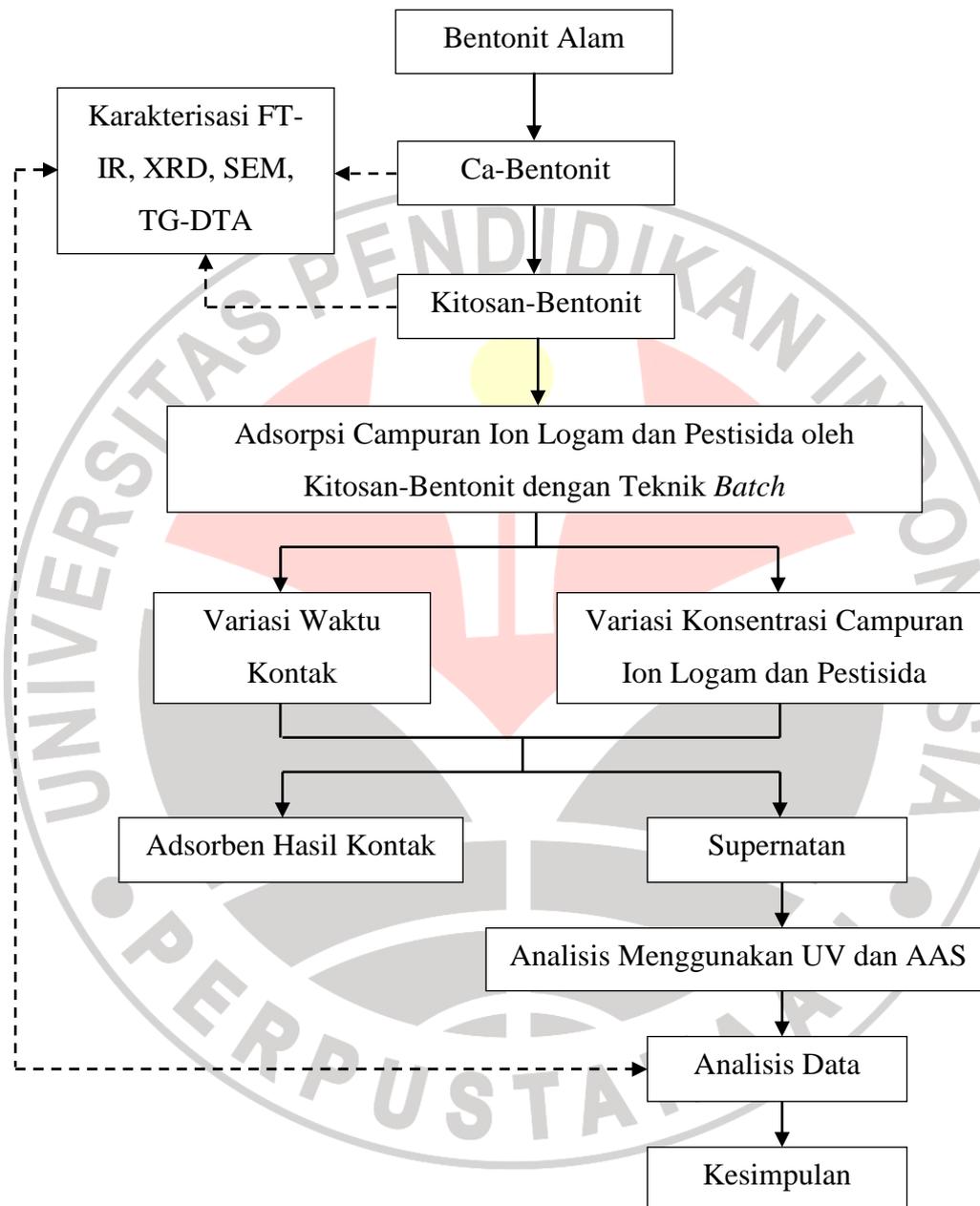
1. Tahap preparasi meliputi pembuatan adsorben kitosan-bentonit dari Ca-bentonit yang dimodifikasi dengan kitosan dan pembuatan prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses *batch*.
2. Tahap aplikasi meliputi adsorpsi campuran logam dan pestisida diazinon dan endosulfan secara simultan dengan teknik *batch* oleh adsorben kitosan-bentonit dengan variasi waktu kontak dan variasi konsentrasi campuran logam dan pestisida.
3. Tahap karakterisasi meliputi karakterisasi adsorben Ca-bentonit dan kitosan-bentonit dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD, SEM, dan TG-DTA.

4. Tahap analisis menggunakan spektrofotometer UV dan AAS.

Analisis menggunakan spektrofotometer UV dilakukan untuk mengetahui jumlah pestisida diazinon dan endosulfan yang teradsorpsi oleh adsorben kitosan-bentonit. Sedangkan analisis menggunakan AAS dilakukan untuk mengetahui jumlah logam 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

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 peralatan gelas. Untuk keperluan analisis digunakan Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, XRD PANalytical X'Pert, SEM jeol JSM 6360 LV dan FT-IR Shimadzu 8400.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit yang berasal dari Karangnunggal (Tasikmalaya), kitosan, asam asetat (CH_3COOH) 98%, diazinon (nama dagang sidazinon 60 EC), endosulfan (nama dagang Akodan 350 EC), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan aquades.

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

Pada tahap ini bentonit alam dihaluskan menjadi ukuran 80 mesh. Bentonit ini kemudian digunakan sebagai bahan dasar pembuatan Ca-bentonit dan kitosan-bentonit. Proses pembuatannya dijelaskan sebagai berikut:

3.4.1.1.1 Pembuatan Ca-Bentonit

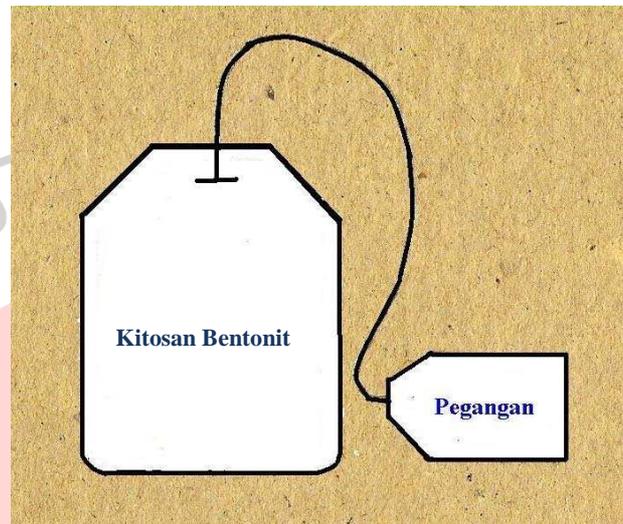
Sebanyak 500 gram bentonit ukuran 80 mesh direndam dalam 2 L akuades selama 24 jam. Bentonit kemudian disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring Whatman No.1 dan padatan yang diperoleh dimasukkan ke dalam 700 mL larutan CaCl_2 1M selama 72 jam dan diaduk setiap 6 jam sekali. Bentonit kemudian disaring dengan penyaring vakum menggunakan kertas saring Whatman No.1 dan 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 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.

3.4.1.1.2 Pembuatan Kitosan-Bentonit

Sebanyak 180 gram Ca-bentonit dimasukkan ke dalam gelas kimia 1 L dan ditambahkan 1 L kitosan 1000 ppm. Dikocok selama 30 menit pada 160 rpm. Kemudian 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 100⁰C. 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.

3.4.1.2 Pembuatan Prototipe Kemasan *Batch*

Prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses batch dibuat dengan bentuk seperti teh celup:



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

Kemasan adsorben untuk proses *batch* dibuat dengan bentuk seperti teh celup. Kemasannya terbuat dari bahan kertas yang biasa digunakan untuk pembungkus bahan makanan (*Food Grade Paper*) dan memiliki pori lebih besar dari 80 mesh sehingga dapat menahan kitosan-bentonit 80 mesh. Kemasan dibentuk dengan cara dipres dan diberi tali dan pegangan.

3.4.2 Tahap Aplikasi

3.4.2.1 Adsorpsi Campuran Residu Logam dan Pestisida oleh Kitosan-Bentonit dengan Teknik *Batch* berdasarkan Pengaruh Waktu Kontak

Sebanyak 2,5 gram kitosan-bentonit ukuran 80 mesh dimasukkan ke dalam prototipe kemasan untuk proses *batch* kemudian dikontakkan dengan 250 mL sampel air kemasan yang mengandung larutan endosulfan, larutan diazinon, larutan Fe^{3+} , larutan Cu^{2+} , dan larutan Cd^{2+} , dengan konsentrasi masing-masing 20 ppm. Campuran dikocok menggunakan *multishaker* dengan kecepatan 160 rpm dengan variasi waktu kontak selama 1, 5, 10, 30, 60, 90, 120, dan 150 menit, kemudian supernatan yang dihasilkan dipisahkan. Untuk mengetahui konsentrasi pestisida diazinon dan endosulfan yang tersisa dalam supernatan dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV, sedangkan untuk mengetahui konsentrasi ion Fe^{3+} , Cu^{2+} , dan Cd^{2+} dalam supernatan dilakukan pengukuran menggunakan AAS.

3.4.2.2 Adsorpsi Campuran Residu Logam dan Pestisida oleh Kitosan-Bentonit dengan Teknik *Batch* berdasarkan Pengaruh Konsentrasi Campuran Logam dan Pestisida

Sebanyak 2,5 gram kitosan-bentonit ukuran 80 mesh dimasukkan ke dalam prototipe kemasan kemudian dikontakkan dengan 250 mL sampel air kemasan yang mengandung larutan endosulfan, larutan diazinon, larutan Fe^{3+} , larutan Cu^{2+} , dan larutan Cd^{2+} , dengan perbandingan konsentrasi yang bervariasi. Variasi konsentrasi campuran pestisida dan logam yang digunakan pada penelitian ini disajikan pada tabel di bawah ini.

Tabel 3.1 Variasi Komposisi Campuran Logam Berat dan Pestisida yang Diuji

Variasi Konsentrasi ke-	Perbandingan konsentrasi Cu : Cd : Fe : diazinon : endosulfan (ppm)
1	5 : 5 : 5 : 5 : 5
2	10 : 10 : 10 : 10 : 10
3	20 : 20 : 20 : 20 : 20
4	30 : 30 : 30 : 30 : 30
5	40 : 40 : 40 : 40 : 40

Campuran dikocok menggunakan *multishaker* dengan kecepatan 160 rpm. Waktu kontak yang digunakan adalah waktu kontak hasil percobaan sebelumnya yang memberikan persen adsorpsi paling tinggi. Selanjutnya campuran tersebut disentrifugasi selama 30 menit pada 3000 rpm. Konsentrasi ion logam sisa dalam supernatan dianalisis menggunakan AAS,

sedangkan konsentrasi diazinon dan endosulfan sisa dalam supernatan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV dan untuk perhitungan dibuat kurva kalibrasi larutan standar.

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

$$C_a = C_0 - C_s$$

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