

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, dan Laboratorium Jurusan Kimia Institut Teknologi Bandung.

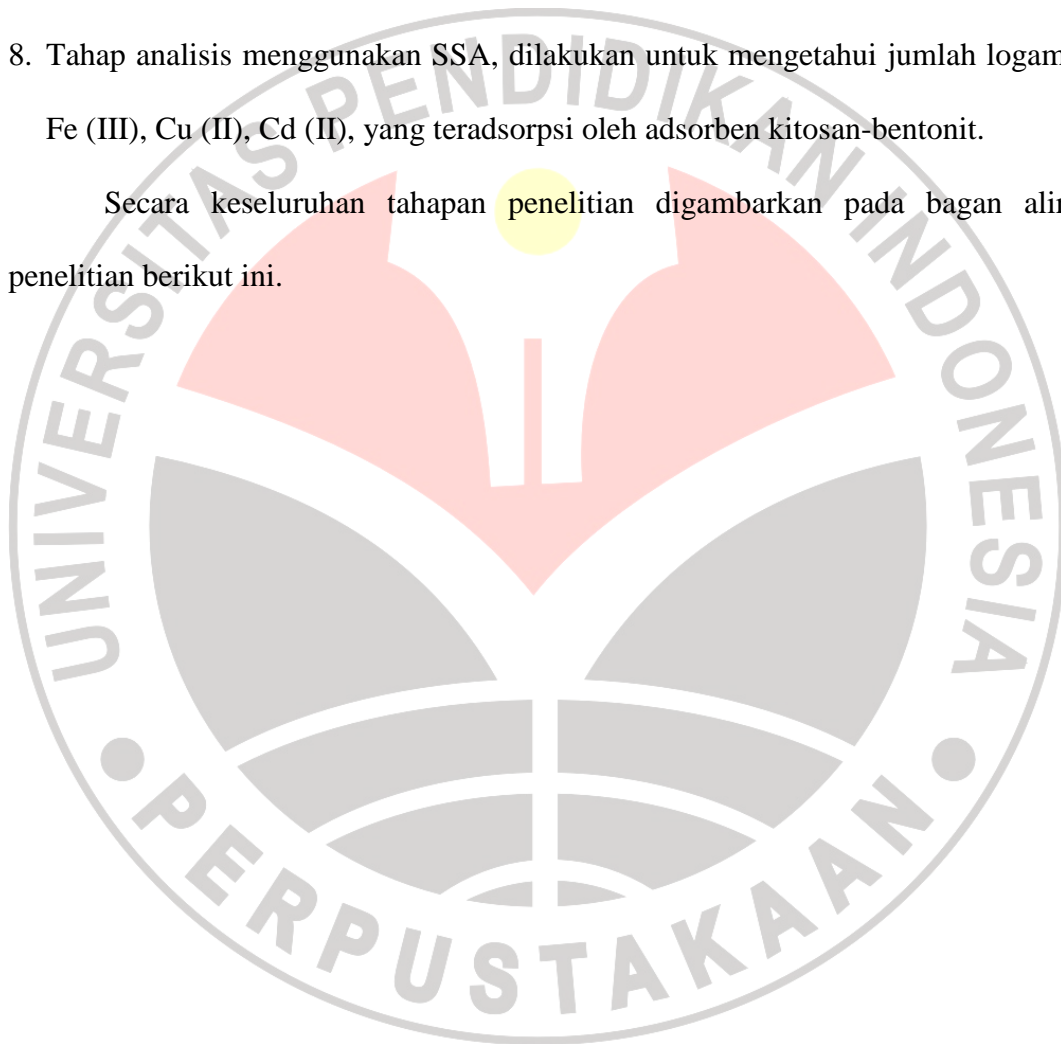
3.2 Desain Penelitian

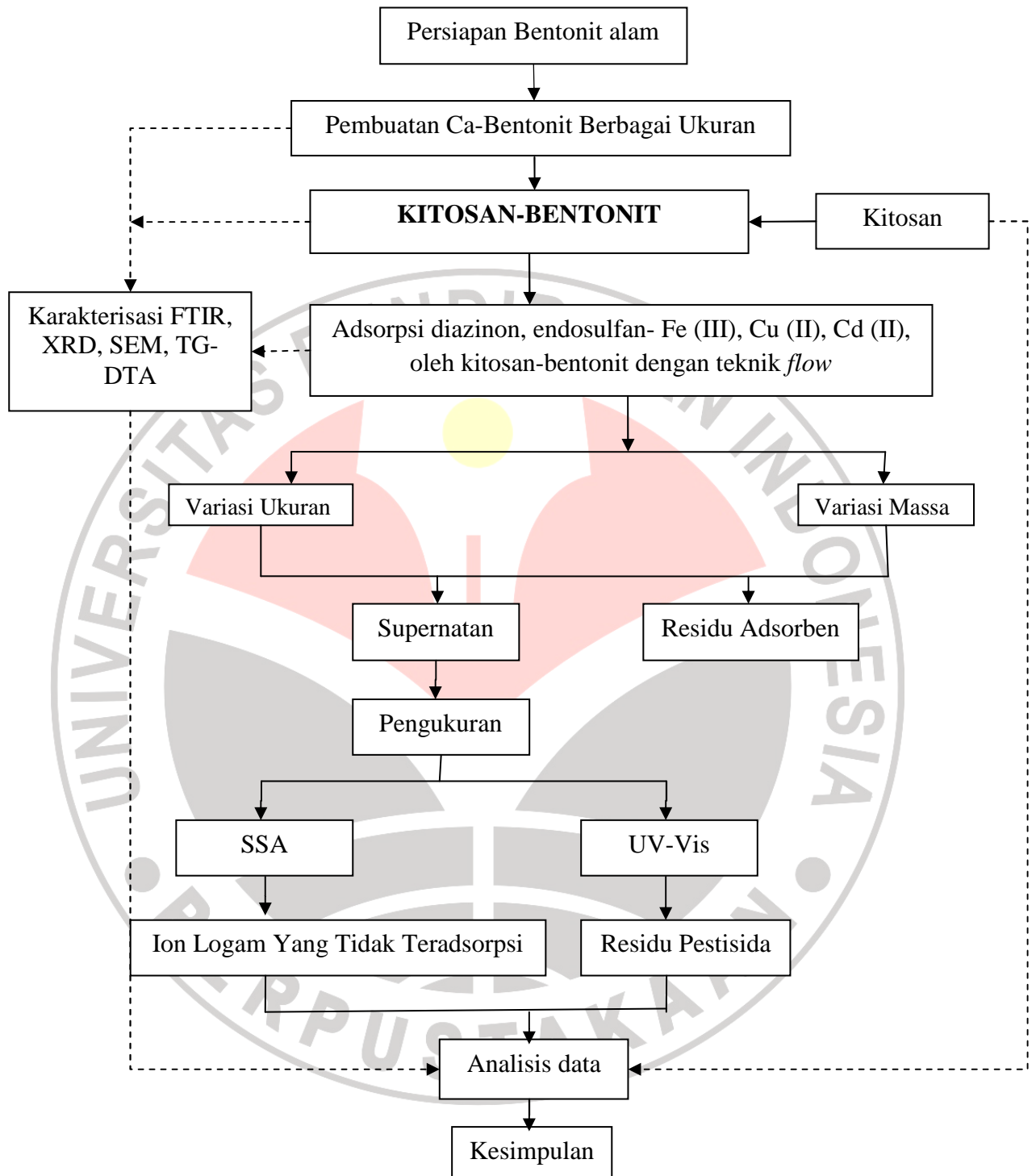
Tahapan kegiatan dalam penelitian ini meliputi:

1. Tahap preparasi meliputi pembuatan adsorben kitosan-bentonit dari Ca-bentonit yang dimodifikasi dengan kitosan dan pembuatan prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses *flow*.
2. Tahap identifikasi untuk memastikan bentonit yang digunakan adalah Ca-bentonit, dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM.
3. Tahap pemodifikasian Ca-bentonit dengan kitosan dengan perbandingan 180:1 dikontakan dengan kecepatan 160 rpm selama 30 menit.
4. Tahap identifikasi awal meliputi karakterisasi adsorben kitosan-bentonit, dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR, XRD dan SEM
5. Tahap pembuatan larutan air minum yang dicampurkan dengan logam Fe (III), Cu (II), Cd (II), pestisida diazinon dan endosulfan, dengan konsentrasi masing-masing 20 ppm di dalam larutan air minum.

6. Tahap aplikasi meliputi adsorpsi pestisida endosulfan pada prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit dengan variasi ukuran dan massa untuk proses *flow*.
7. Tahap analisis menggunakan spektrofotometer UV, dilakukan untuk mengetahui jumlah pestisida endosulfan dan diazinon yang teradsorpsi oleh adsorben kitosan-bentonit.
8. Tahap analisis menggunakan SSA, dilakukan untuk mengetahui jumlah logam Fe (III), Cu (II), Cd (II), yang teradsorpsi oleh adsorben kitosan-bentonit.

Secara keseluruhan tahapan penelitian digambarkan pada bagan alir penelitian berikut ini.





Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.3 Alat dan bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan meliputi Spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, spektrofotometer serapan atom, FTIR Shimadzu 8400, *Centrifuge* tipe H-103 N Kokusan, *multishaker* MMS 3000, pH meter Uchida KT-1A, oven, neraca analitis, desikator, peralatan filtrasi vakum dan alat-alat gelas.

3.3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu Ca-bentonit, Kitosan, asam asetat (CH_3COOH), diazinon (nama dagang dazinon), $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan aquades.

3.4 Langkah Kerja

3.4.1 Tahap 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 100°C . Kitosan bentonit yang sudah kering dihaluskan untuk penggunaan lebih lanjut, dan sebagian dari kitosan-bentonit diambil untuk karakterisasi menggunakan

FTIR. Sedangkan Filtrat dari hasil penyaringan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV pada $\lambda = 228,5$ 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). Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi akan digunakan sebagai data penunjang untuk analisis lebih lanjut mengenai kinerja dari adsorben kitosan-bentonit.

3.4.2 Uji Kinerja Kitosan-Bentonit terhadap Campuran Logam Fe (III), Cu (II), Cd (II), Pestisida Endosulfan dan Diazinon.

Pengujian kinerja adsorben kitosan-bentonit dilakukan dengan mengontakkan campuran diazinon dan endosulfan (sampel pestisida) dan ion logam (Cu^{2+} , Cd^{2+} , Fe^{3+}) pada perbandingan konsentrasi 20:20:20:20:20 ppm dalam air minum dengan adsorben kitosan-bentonit hingga volume efluen 250 mL dalam kemasan *flow*.

Konsentrasi logam sisa dalam efluen dianalisis menggunakan AAS, sedangkan konsentrasi diazinon dan endosulfan sisa dalam supernatan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV dan untuk perhitungan dibuat kurva kalibrasi larutan standar. Kondisi pengujian kinerja adsorben dilakukan pada suhu ruangan.

3.4.3 Tahap Analisis

Kinerja adsorben kitosan-bentonit dalam mengadsorpsi limbah pestisida dan logam secara sinergis dianalisis berdasarkan data konsentrasi campuran pestisida dan logam yang teradsorpsi pada adsorben tersebut. Untuk mengetahui jumlah diazinon dan endosulfan 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 dalam kemasan *flow*.

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

$$Ca = Co - Ct$$

Keterangan:

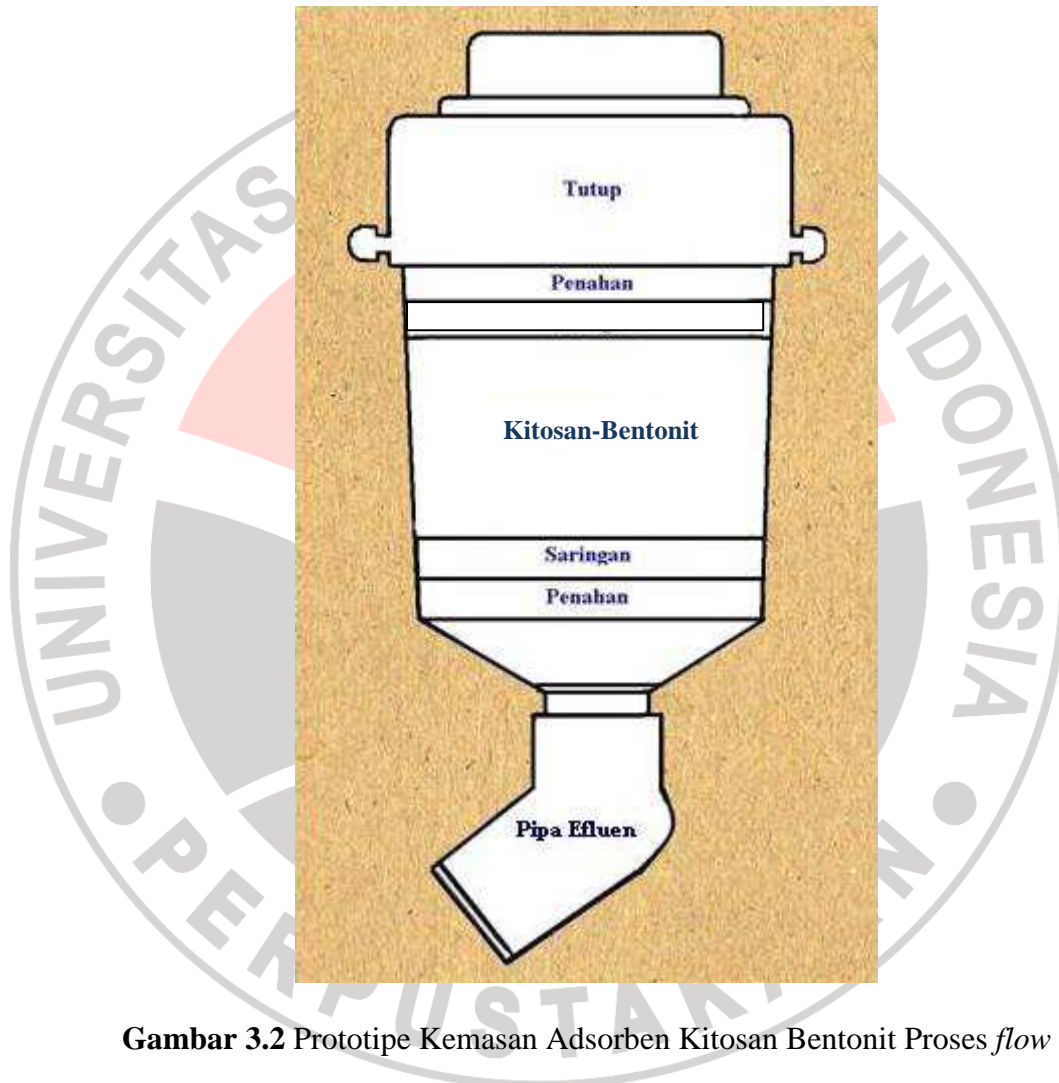
Ca = konsentrasi yang teradsorpsi oleh kitosan-bentonit

Co = konsentrasi awal

Ct = konsentrasi akhir

3.4.4 Tahap Pembuatan Prototipe Kemasan *flow*

Prototipe kemasan adsorben kitosan-bentonit untuk proses *flow* dibuat dengan bentuk sebagai berikut:



Gambar 3.2 Prototipe Kemasan Adsorben Kitosan Bentonit Proses *flow*

Proses *flow* adalah suatu proses adsorpsi oleh adsorben yang dibantu gravitasi, dengan cara mengalir air yang akan diadsorpsi oleh adsorben dari bagian atas kolom sehingga dapat kontak dengan adsorben dibagian tengah, sampai akhirnya masuk ke bak penampungan.

Prototipe kemasan kitosan-bentonit proses *flow* terdiri dari tiga bagian utama yaitu wadah tempat adsorben, tutup dan pipa efluen. Wadah tempat adsorben berbentuk tabung dengan diameter 2,5 cm dan panjang 20 cm dibuat dengan susunan dari bawah ke atas berturut turut yaitu penahan bagian bawah, adsorben kitosan-bentonit dan penahan bagian atas. Penahan bagian bawah dan atas terbuat dari bahan plastik dengan bentuk seperti tabung dengan sisi bagian atas dan bawah terdapat lubang-lubang kecil agar air hasil proses dapat keluar. Saringan terbuat dari bahan busa untuk penyaring air yang berfungsi sebagai filter supaya kitosan-bentonit tertahan dan tetap berada dalam kemasan serta agar kitosan-bentonit tidak terbawa oleh air. Adsorben kitosan-bentonit yang digunakan memiliki ukuran partikel 9 dan 50 mesh sebanyak 25 gram yang berfungsi untuk mengadsorpsi polutan ion Fe^{3+} , Cu^{2+} , Cd^{2+} , pestisida endosulfan dan diazinon dalam air minum.

Tutup kemasan adsorben terbuat dari bahan plastik yang berfungsi untuk menjaga bentuk kemasan bagian dalam agar tidak berubah. Pada bagian atas tutup terdapat lubang untuk masuknya air dan dilengkapi dengan tali untuk meletakkan kemasan pada kran sumber air minum. Sedangkan pipa efluen terbuat dari bahan plastik yang diletakkan di bagian bawah kemasan untuk menyalurkan air hasil proses adsorpsi.