

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Deskripsi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret sampai Agustus 2013 di Laboratorium Riset dan Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia. Beberapa kegiatan pengukuran dilakukan di luar UPI karena keterbatasan alat. Pengukuran XRD dilakukan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Bandung, sementara pengukuran SEM dilakukan di Laboratorium Puslitbang Tekmira.

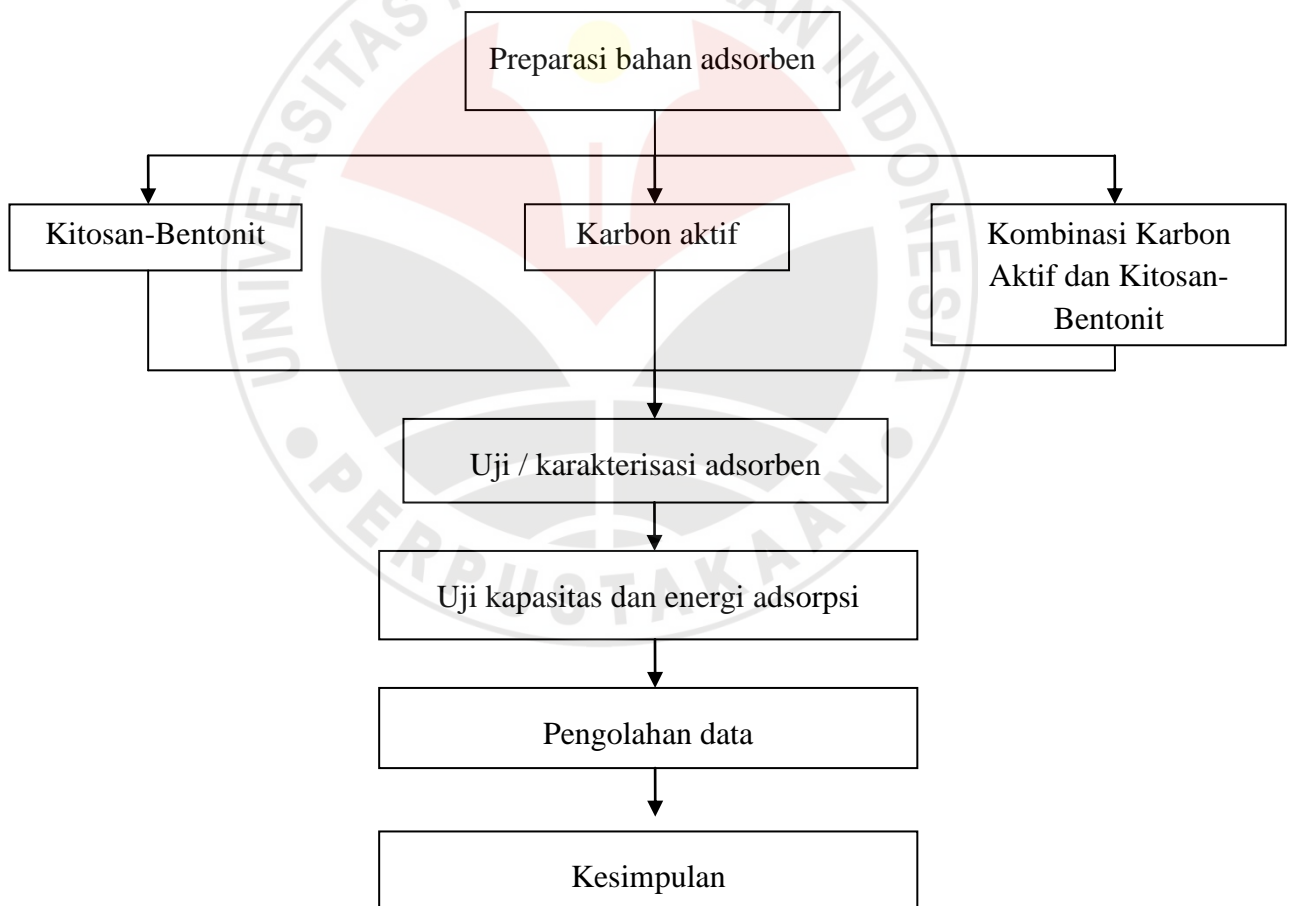
3.2 Desain Penelitian

Tahapan kegiatan dalam penelitian ini meliputi :

1. Modifikasi Ca-bentonit dari bentonit alam.
2. Pembuatan prototipe adsorben untuk sistem *flow*.
3. Preparasi bahan yaitu pembuatan adsorben kitosan-bentonit dari Ca-bentonit yang dimodifikasi dengan kitosan pada perbandingan 180:1 yang diaduk dengan kecepatan 160 rpm selama 24 jam.
4. Identifikasi untuk memastikan bentonit yang digunakan adalah Ca-bentonit dengan menggunakan beberapa instrumen diantaranya spektrofotometer FTIR, XRD, dan SEM.
5. Identifikasi untuk memastikan adsorben kitosan-bentonit telah tersintesis dengan menggunakan beberapa instrumen diantaranya spektrofotometer UV-VIS, FTIR, XRD, dan SEM.
6. Pembuatan larutan air minum yang dicampurkan dengan logam Fe (III) dan pestisida endosulfan dengan konsentrasi yang divariasikan.
7. Aplikasi meliputi adsorpsi pestisida endosulfan dan logam Fe (III) pada prototipe kemasan adsorben karbon aktif, kitosan-bentonit, dan kombinasi antara karbon aktif dengan kitosan-bentonit pada konsentrasi yang divariasikan untuk sistem *flow*.

8. Analisis menggunakan spektrometer UV untuk mengetahui jumlah pestisida endosulfan yang teradsorpsi oleh adsorben karbon aktif, kitosan-bentonit, dan kombinasi antara karbon aktif dengan kitosan-bentonit.
9. Analisis menggunakan AAS untuk mengetahui jumlah logam Fe (III) yang teradsorpsi oleh adsorben karbon aktif, kitosan-bentonit, dan kombinasi antara karbon aktif dengan kitosan-bentonit.

Secara keseluruhan, tahapan kegiatan penelitian yang akan dilakukan dapat digambarkan oleh bagan alir berikut 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, pH indikator Merck, oven, neraca analitik, peralatan filtrasi vakum, dan peralatan gelas. Untuk keperluan karakterisasi dan analisis digunakan spektrofotometer UV Mini Shimadzu 1240, AAS Perkin Analyst 100, FTIR Shimadzu 8400, X-ray Diffraction PANalytical Tipe X'pert PRO PW 3040/x0, SEM JEOL Tipe JED 2200 LV.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit yang berasal dari Gresik-Jawa Timur, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 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, kertas saring Whatmann no.1, dan akuades.

3.4 Langkah Kerja

3.4.1 Sintesis dan Karakterisasi Adsorben Kitosan-Bentonit

3.4.1.1 Sintesis Ca-Bentonit

Sebanyak 3 kg bentonit alam dimasukkan ke dalam 4,2 L larutan CaCl_2 1M selama 72 jam dan diaduk setiap 6 jam sekali. Bentonit kemudian disaring lalu padatan dicuci dengan akuades sampai air cucian bebas ion Cl^- (diuji dengan larutan $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COOH})_2$ 0,1M. Padatan dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C . Padatan kering yang diperoleh merupakan Ca-bentonit, kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FTIR, XRD, dan SEM.

3.4.1.2 Sintesis Kitosan-Bentonit

Sebanyak 2,88 kg Ca-bentonit dimasukkan ke dalam suatu wadah dan ditambahkan 16 L kitosan 1000 mg/L. Campuran di shaker selama 24 jam dengan kecepatan 160 rpm. Campuran hasil shaker disaring menggunakan kertas saring

Whatmann no.1, filtrat yang diperoleh disimpan untuk selanjutnya dianalisis menggunakan spektrofotometer UV pada $\lambda = 216,5$ nm untuk mengetahui kadar kitosan yang tersisa dalam filtrat, dan residu padatan 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 pada tahap aplikasi, dan sebagian dari kitosan-bentonit diambil untuk karakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM.

3.4.1.3 Karakterisasi Adsorben Kitosan-Bentonit

Pada tahap karakterisasi bentonit alam, Ca-bentonit, dan kitosan-bentonit digunakan spektrofotometer UV, FTIR, XRD, dan SEM. Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi akan digunakan sebagai data untuk bukti keberhasilan pemodifikasian bentonit.

3.4.2 Uji Kapasitas Adsorben Karbon Aktif, Kitosan-Bentonit, dan Kombinasi Antara Karbon Aktif dan Kitosan-Bentonit terhadap Pestisida Endosulfan dan Logam Fe (III)

Uji kapasitas dilakukan dengan mengontakkan air minum yang telah tercampur dengan pestisida endosulfan dan logam Fe (III) pada variasi konsentrasi 55 ppm, 50 ppm, 45 ppm, 40 ppm, 35 ppm, 30 ppm, 25 ppm, 20 ppm, 15 ppm, 10 ppm, 5 ppm, 0 ppm dengan adsorben karbon aktif, kitosan-bentonit, dan kombinasi antara karbon aktif dan kitosan-bentonit pada volume 250 mL dalam prototipe sistem *flow*.

Konsentrasi logam Fe (III) yang tersisa atau yang tidak teradsorpsi dianalisis menggunakan AAS, sedangkan konsentrasi pestisida endosulfan sisa dianalisis menggunakan spektrofotometer UV. Kondisi pengujian kapasitas adsorben dilakukan pada suhu ruangan 27°C .

3.4.3 Tahap Analisis Data

Data yang diperoleh dari masing-masing pengukuran menggunakan spektrofotometer UV dan AAS adalah berupa absorbansi larutan yang tersisa setelah dikontakkan dengan tiga jenis adsorben yaitu karbon aktif, kitosan-bentonit, dan kombinasi antara karbon aktif dan kitosan-bentonit dalam sistem *flow*. Absorbansi yang diperoleh kemudian disubstitusikan ke dalam kurva kalibrasi dari larutan standar pestisida endosulfan dan larutan standar logam Fe (III) untuk mengetahui konsentrasi pestisida endosulfan dan logam Fe (III) yang tidak teradsorpsi. Jumlah pestisida endosulfan dan logam Fe (III) yang teradsorpsi dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$C_{ads} = C_a - C_s \quad \dots (3.1)$$

Keterangan :

C_{ads} = konsentrasi yang teradsorpsi oleh adsorben (mg/L)

C_a = konsentrasi awal sebelum dikontakkan dengan adsorben (mg/L)

C_s = konsentrasi akhir sesudah dikontakkan dengan adsorben (mg/L)

Dari C_{ads} kemudian dihitung menjadi persentase terserap untuk dibuat grafik terhadap variasi konsentrasi adsorbat dengan rumus :

$$\frac{C_{ads}}{C_a} \times 100 \% = \% \text{ terserap} \quad \dots (3.2)$$

Sedangkan untuk grafik penentuan konsentrasi optimum, C_{ads} dihitung menjadi nilai q dengan satuan mg (adsorbat)/g (adsorben) yang dibuat grafik terhadap konsentrasi adsorbat.

Pengolahan data untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan adsorpsi isotermal yang dibuat ke dalam grafik linear. Persamaan yang sering digunakan dalam menjelaskan isoterm adsorpsi

diantaranya adalah persamaan Freundlich dan Langmuir. Persamaan linear Freundlich dirumuskan sebagai berikut :

$$\log q = \frac{1}{n} \log C + \log K \quad \dots (3.3)$$

Sedangkan, persamaan linear Langmuir dirumuskan sebagai berikut :

$$\frac{1}{q} = \frac{1}{q_{\max}} + \frac{1}{K_{\text{ads}} \cdot q_{\max}} \cdot \frac{1}{C} \quad \dots (3.4)$$

dengan,

- q = banyaknya adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben
- q_{max} = banyaknya adsorbat maksimum yang teradsorpsi oleh adsorben
(kapasitas adsorpsi maksimum)
- K_{ads} = tetapan kesetimbangan adsorpsi
- C = konsentrasi larutan kesetimbangan

Setelah nilai kapasitas didapat, pengolahan data dilanjutkan pada perhitungan nilai energi adsorpsi. Parameter yang sering dipakai untuk menentukan energi adsorpsi adalah tetapan kesetimbangan adsorpsi (K_{ads}). Untuk mencari nilai tetapan kesetimbangan adsorpsi (K_{ads}) dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Langmuir. Persamaan tersebut adalah :

$$\frac{1}{q} = \frac{1}{q_{\max}} + \frac{1}{K_{\text{ads}} \cdot q_{\max}} \cdot \frac{1}{C} \quad \dots (3.5)$$

Keterangan :

- q = banyaknya adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben (massa adsorbat / massa adsorben)

q_{\max} = kapasitas maksimum adsorben untuk adsorbat (massa adsorbat / massa adsorben)

C = konsentrasi adsorbat pada saat setimbang (massa / volume)

K_{ads} = tetapan kesetimbangan adsorpsi

Besarnya jumlah energi adsorpsi yang terlibat dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$E = RT \ln K \quad \dots (3.6)$$

dengan,

E = energi (kJ/mol)

R = konstanta gas (8,314 J/mol K)

T = suhu (K)

K = tetapan kesetimbangan adsorpsi

3.4.4 Tahap Pengumpulan Data

Pada penelitian ini, data penelitian dihasilkan dari pengukuran absorbansi larutan pestisida endosulfan dan logam Fe (III) awal sebelum diadsorpsi dan larutan akhir setelah diadsorpsi dengan adsorben karbon aktif, kitosan-bentonit, dan kombinasi antara karbon aktif dan kitosan-bentonit. Pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-VIS untuk endosulfan, dan spektrofotometer serapan atom untuk logam Fe (III), analisis residu kitosan-bentonit (sisa adsorpsi) dengan menggunakan UV-VIS, karakterisasi permukaan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM), identifikasi perubahan gugus fungsi menggunakan FTIR, dan identifikasi keberadaan mineral montmorilonit menggunakan difraksi sinar-X (XRD).