

BAB III

METODE PENELITIAN

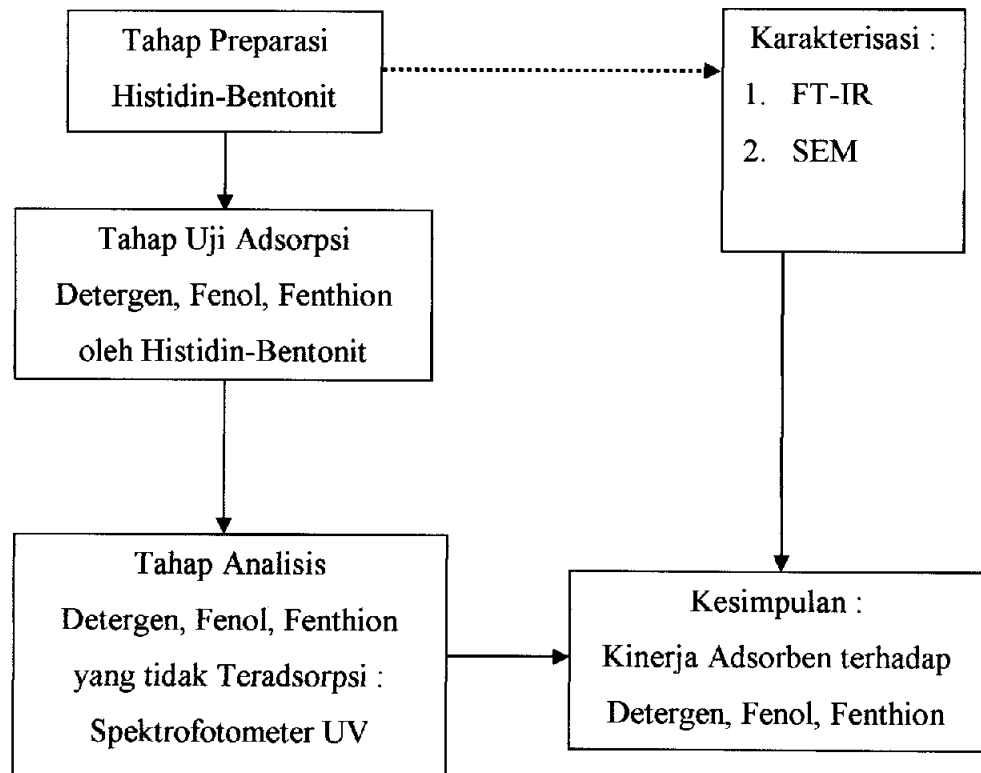
3.1 Deskripsi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret sampai Oktober 2008 di laboratorium Riset. Karakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR dan spektrofotometer UV dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen. Karakterisasi SEM dilaksanakan di Laboratorium Fisika Mineral Pusat Pengembangan Batu Bara dan Mineral (Puslitbang Tekmira), Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini terbagi menjadi dua tahap, yaitu tahap preparasi dan karakterisasi histidin-bentonit serta tahap aplikasi. Pada tahap preparasi, Ca-bentonit disintesis menjadi histidin-bentonit pada kondisi optimum berdasarkan penelitian Rohayani (2005). Kondisi optimum tersebut pada pH 4 dengan perbandingan histidin-bentonit 1:20 dan waktu kontak 4 jam serta kecepatan pengadukan 180 rpm. Ca-bentonit yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR dan SEM yang digunakan sebagai pembanding histidin-bentonit yang dihasilkan. Pada tahap selanjutnya, dilakukan uji adsorpsi detergen, fenol dan pestisida pada adsorben histidin-bentonit, yang meliputi optimasi waktu kontak dan konsentrasi. Kinerja adsorpsi adsorben histidin-bentonit dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV yaitu pengukuran serapan larutan detergen, fenol dan pestisida yang telah dikontakkan

dengan histidin-bentonit. Secara keseluruhan tahapan penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

Tahap karakterisasi dilakukan pada tahap preparasi dan tahap aplikasi. Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui keberhasilan sintesis material yang dihasilkan dan kinerja adsorpsinya terhadap pestisida. Karakterisasi yang dilakukan antara lain FT-IR, SEM dan analisis spektrofotometer UV.

a) Analisis Spektrofotometer FT-IR

Analisis ini dilakukan untuk memberikan prediksi mengenai keberhasilan proses modifikasi bentonit oleh histidin. Pengukuran spektrofotometer FT-IR terhadap Ca-bentonit juga dilakukan sebagai pembanding.

b) Analisis SEM

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui mikrostruktur permukaan bentonit sehingga diharapkan dapat diketahui perubahan permukaan yang terjadi pada permukaan histidin-bentonit yang dihasilkan.

c) Analisis spektrofotometer UV

Analisis spektrofotometer UV dilakukan untuk mengetahui serapan (konsentrasi) histidin-bentonit terhadap senyawa organik. Data yang dihasilkan dari analisis spektrofotometer UV adalah serapan dan konsentrasi sisa dari senyawa organik. Banyaknya senyawa organik yang teradsorpsi oleh adsorben histidin-bentonit dihitung dengan persamaan :

$$C_b = C_0 - C_p \quad (1)$$

Dimana C_b : konsentrasi senyawa organik dalam bentonit;

C_0 : konsentrasi senyawa organik sebelum diinteraksikan dengan histidin-bentonit;

C_p : konsentrasi supernatan setelah diinteraksikan dengan histidin-bentonit.

Besarnya kapasitas adsorpsi histidin-bentonit pada masing-masing senyawa organik ditentukan dalam persentase adsorpsi yang dihitung dari persamaan berikut:

$$\% \text{Teradsorpsi} = \frac{C_b}{C_0} \times 100\% \quad (2)$$

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah pH meter Uchida KT-1A, multishaker MMS 3000, sentrifuse tipe H-103 N Kokusan, Oven, neraca analitik, seperangkat alat filtrasi vakum dan peralatan gelas. Untuk keperluan analisis digunakan Spektrofotometer UV-Vis Mini Shimadzu 1240, Spektrofotometer FT-IR Shimadzu 8400 dan SEM JEOL tipe JSM 6360 LV.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bentonit dengan ukuran 200 mesh, L-histidin p.a. (E. Merck, Jerman), $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a. (Merck), asam asetat (CH_3COOH) p.a. (Merck), $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$, Na-asetat (CH_3COONa) p.a. (Merck), detergen (Na-LAS) p.a. (Merck), fenol p.a. (Merck), insektisida fenthion (nama dagang : Lebaycid EC 500), dan aquades.

3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Tahap Preparasi

Pada tahap ini bentonit alami (bongkahan) dihaluskan menjadi ukuran 200 mesh. Ukuran bentonit ini digunakan sebagai bahan dasar pembuatan Ca-bentonit dan sintesis histidin-bentonit. Proses pembuatannya dijelaskan sebagai berikut:

3.4.1.1 Pembuatan Ca-Bentonit

Sebanyak 500 gram bentonit berukuran 200 mesh direndam dalam 2 L aquades selama 24 jam. Selanjutnya bentonit 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 aquades hingga air bilasannya bebas klorida. Selanjutnya bentonit dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C . Padatan kering yang diperoleh merupakan Ca-bentonit.

3.4.1.2 Sintesis Histidin-Bentonit

Sebanyak 400 gram Ca-bentonit dimasukkan ke dalam 610 mL larutan histidin pada pH 4 dengan perbandingan komposisi histidin:bentonit yaitu 1:20. Campuran dikocok menggunakan *multishaker* selama 4 jam dengan kecepatan pengadukan 180 rpm (Rohayani, 2005). Selanjutnya dilakukan penyaringan dengan menggunakan penyaring vakum dan kertas saring Whatman No.1. Padatan yang diperoleh dicuci dengan aquades sampai pH air bilasannya sama dengan pH aquades. Tahap terakhir yaitu padatan dikeringkan pada suhu kamar dan diperoleh sebagai histidin-bentonit. Karakterisasi adsorben histidin-bentonit dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer FTIR dan SEM, kemudian data yang diperoleh dibandingkan terhadap data karakterisasi Ca-bentonit.

3.4.2 Tahap Aplikasi (Uji Adsorpsi oleh Histidin-Bentonit)

3.4.2.1 Adsorpsi LAS, Fenol dan Fenthion Berdasarkan Pengaruh Proses Kontak Histidin-Bentonit

Sebanyak 10 ml larutan LAS, fenol dan fenthion 20 ppm dikontakkan dengan 0,5 gram histidin-bentonit. Campuran kemudian diaduk menggunakan shaker selama 0, 10, 20, 30, 90, 120, 180 dan 240 menit dengan kecepatan pengadukan 160 rpm. Selanjutnya suspensi disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 30 menit, kemudian filtrat diukur absorbansinya untuk mengetahui konsentrasi senyawa organik yang tersisa dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis Mini Shimadzu 1240 pada λ maksimum masing-masing senyawa organik. Langkah-langkah di atas dilakukan pada LAS, fenol dan fenthion sebanyak dua kali replikasi.

3.4.2.2 Adsorpsi LAS, Fenol dan Fenthion Berdasarkan Pengaruh Konsentrasi

Masing-masing 10 ml larutan LAS, fenol dan fenthion 0, 5, 10, 15, 20 dan 25 ppm dikontakkan dengan 0,5 gram histidin-bentonit. Campuran kemudian diaduk menggunakan shaker selama 3 jam dengan kecepatan pengadukan 160 rpm. Selanjutnya suspensi disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 30 menit, kemudian filtrat diukur absorbansinya untuk mengetahui konsentrasi senyawa organik yang tersisa dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis Mini Shimadzu 1240 pada λ maksimum masing-masing senyawa organik.

Langkah-langkah di atas dilakukan pada LAS, fenol dan fenthion sebanyak dua kali replikasi.

