

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan di laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material Jurusan Kimia, FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Gedung JICA lantai 5, Jl. Dr. Setiabudhi No. 229 Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan uji coba pencampuran langsung bentonit sisa penyaringan dari PT. MLP dengan larutan pupuk KCl yang konsentrasinya bervariasi. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kapasitas dan intensitas penyerapan pupuk KCl pada bentonit. Secara garis besar, penelitian ini terbagi menjadi tiga tahap. Tahap pertama, penentuan waktu pengadukan optimum. Tujuannya untuk mendapatkan waktu pengadukan optimum. Pada tahap ini bentonit dicampur dengan larutan KCl yang konsentrasinya tetap kemudian dilakukan pengadukan dengan waktu yang bervariasi. Analisis konsentrasi pupuk yang terserap dilakukan dengan menggunakan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*). Dengan menghitung selisih konsentrasi Kalium dalam larutan awal dengan filtrat hasil penyaringan didapat konsentrasi Kalium terserap.

Tahap kedua, penentuan kapasitas dan intensitas adsorpsi. Tahap ini bertujuan untuk menentukan kapasitas dan intensitas adsorpsi Kalium pada

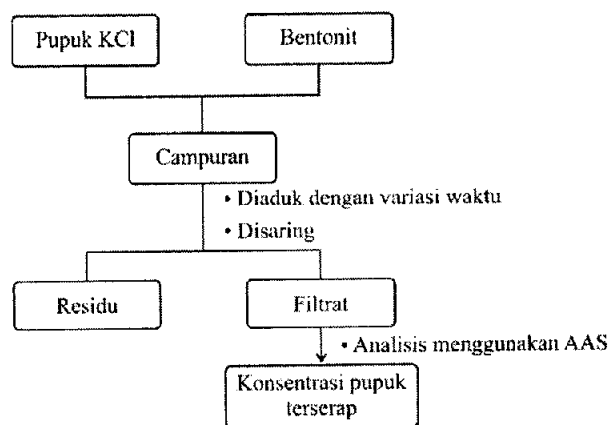
bentonit. Prosesnya sama seperti pada tahap kedua, namun pada tahap ini yang divariasikan adalah konsentrasi Kaliumnya.

Tahap ketiga, penentuan kapasitas, intensitas dan laju desorpsi. Tahap terakhir ini dilakukan untuk menentukan kapasitas, intensitas dan laju desorpsi dari pupuk bentonit yang telah jadi. Pupuk bentonit yang telah jadi dibuat pelet terlebih dahulu dengan tekanan 60 Gauge kemudian diuji kapasitas, intensitas dan laju desorpsinya dengan laju alir ± 200 mL/jam. Air hasil desorpsi ditampung dan kemudian dianalisis menggunakan AAS.

Analisis gugus fungsi dengan Spektroskopi Infra Merah dilakukan untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi yang terjadi. Analisis XRD dilakukan sebagai tahap akhir karakterisasi bentonit dan pupuk bentonit yang bertujuan untuk mengetahui pola difraksi sinar X dan kandungan mineral dari sampel hasil percobaan. Adapun bagan alir penelitian yang dilakukan seperti berikut:

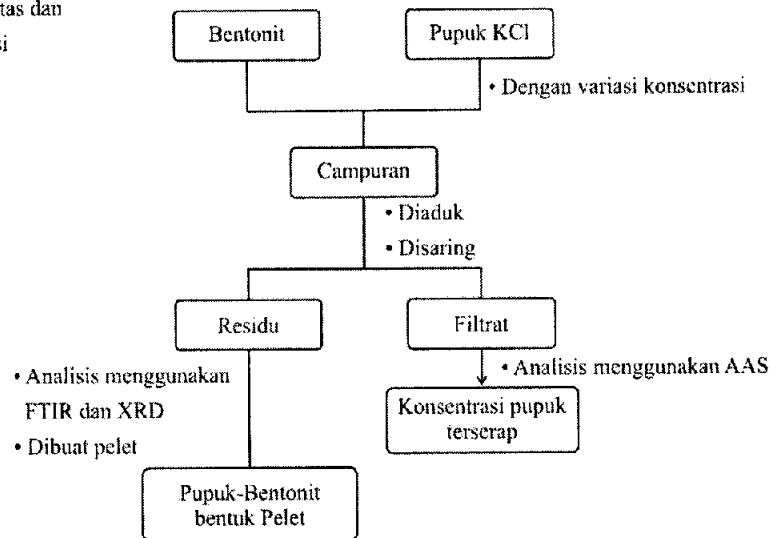
Tahap I

Penentuan waktu pengadukan optimum



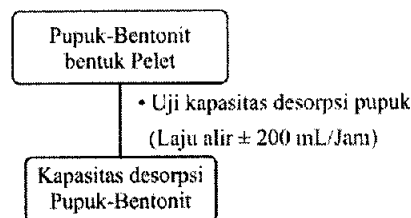
Tahap II

Penentuan kapasitas dan intensitas adsorpsi



Tahap III

Penentuan kapasitas, intensitas dan laju desorpsi pupuk bentonit dan karakterisasi menggunakan Spektrofotometer FTIR dan XRD



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

3.3 Teknik Pengumpulan Data

Data yang dikumpulkan dalam penelitian ini didapatkan dari hasil penelitian lapangan (*field research*) yang dilakukan penulis di laboratorium. Data hasil penentuan waktu adsorpsi optimum, penentuan kapasitas dan intensitas adsorpsi-desorpsi dan laju desorpsi dilakukan dengan pengukuran absorbansi larutan menggunakan AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*). Analisis pengukuran absorbansi larutan menggunakan AAS dilakukan di Laboratorium

Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Analisis gugus fungsi dengan Spektroskopi Infra Merah menggunakan Spektrofotometer Shimadzu 8400 FTIR di Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Analisis pola difraksi sinar X dengan menggunakan instrumen X-Ray Diffraction (XRD) PANalytical yang dilakukan di Laboratorium Geologi, Pusat Survei Geologi Bandung.

3.4 Teknik Analisis Data

Analisis data hasil penelitian dimulai dengan penentuan waktu adsorpsi optimum. Dengan cara membuat plot jumlah Kalium yang terserap dengan waktu pengadukan, kemudian ditentukan titik optimumnya.

Setelah didapat waktu pengadukan optimum, kemudian dilakukan penentuan kapasitas dan intensitas adsorpsi pupuk KCl pada bentonit dengan variabel konsentrasi pupuk. Data hasil percobaan diolah dan dicocokkan dengan teori adsorpsi isotherm, kemudian didapatkan kapasitas dan intensitas adsorpsi hasil percobaan.

Tahap ketiga adalah penentuan kapasitas, intensitas dan laju desorpsi pupuk bentonit. Tahap ini dilakukan dengan cara membuat pelet dari pupuk bentonit kemudian diuji kapasitas, intensitas dan laju desorpsinya dengan cara mengalirkan air melewati pupuk bentonit yang berbentuk pelet tersebut dengan laju alir ± 200 ml/jam. Data hasil percobaan diolah dan dicocokkan dengan teori, kemudian didapatkan kapasitas, intensitas dan laju desorpsi hasil percobaan.

Tahap terakhir adalah analisis gugus fungsi dengan Spektroskopi Infra Merah dan analisis pola difraksi dengan XRD. Setelah diperoleh hasil analisis dari sampel bentonit dan pupuk bentonit, kemudian kedua hasil analisis dibandingkan.

3.5 Alat dan Bahan

Peralatan yang dipergunakan dalam penentuan waktu pengadukan optimum dan penentuan kinerja adsorpsi bentonit optimum umumnya sama yaitu neraca analitik AND HR-200, gelas kimia 1 L, gelas kimia 250 mL, pengaduk listrik, *magnetic stirrer*, gelas ukur 100 mL, labu Erlenmeyer berpenghisap, corong Buchner, pompa vakum GAST. Untuk penentuan kinerja desorpsi optimum digunakan alat pembuat pelet, set alat desorpsi yang terdiri dari: wadah aquades, selang, pengatur laju alir, dan botol tempat sampel. Digunakan juga peralatan lain diantaranya spatula, batang pengaduk, kertas saring Whatman No. 92, aluminium foil, botol semprot dan peralatan gelas lainnya. Untuk keperluan analisis digunakan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*) Perkin Elmer Analyst 100, Spektrofotometer Shimadzu 8400 FTIR dan instrumen XRD PANalitycal.

Bahan yang dipergunakan adalah bentonit sisa penyaringan *raw material* dengan kode Bentonit-FB dari PT. Madu Lingga Perkasa Gresik, Jawa Timur, pupuk KCl dengan merek dagang KCl Kanada dan aquades.

3.6 Langkah Kerja

- **Penentuan Waktu Pengadukan Optimum**

Tahap pertama ini dilakukan dengan cara membuat larutan KCl, yaitu melarutkan sebanyak 10 gram pupuk KCl dalam 250 mL aquades, kemudian dicampur dengan 50 gram bentonit. Setelah itu diaduk dengan menggunakan pengaduk listrik dan *magnetic stirrer* dengan variabel waktu 0, 5, 30, 60, 120 dan 240 menit. Kemudian campuran disaring menggunakan kertas saring Whatman no. 92, residu dipisahkan dan filtrat ditampung untuk diukur kadar Kaliumnya menggunakan AAS.

- **Penentuan Kapasitas dan Intensitas Adsorpsi**

Setelah didapat waktu pengadukan optimum, kemudian dilanjutkan dengan penentuan kinerja adsorpsi optimum. Cara penentuannya sama seperti penentuan waktu pengadukan optimum tetapi massa pupuk yang menjadi variabel.

- **Penentuan Kapasitas, Intensitas dan Laju Desorpsi**

Tahap penentuan kinerja desorpsi dilakukan dengan terlebih dahulu membuat pelet dari pupuk bentonit optimum sebanyak 1 gram dengan tekanan 60 Gauge. Kemudian pelet disimpan dalam wadah, lalu dialirkan aquades ke dalam wadah yang berisi pelet. Aquades yang keluar kemudian di analisis menggunakan AAS.

- **Pengukuran Konsentrasi Filtrat Bentonit**

Semua filtrat yang didapat dari hasil percobaan kemudian di analisis menggunakan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectrometry*) untuk mengetahui kandungan Kaliumnya. Analisis ini dilakukan di laboratorium instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

- **Analisis Gugus Fungsi dengan Spektroskopi Infra Merah**

Pupuk bentonit hasil sintesis dengan kondisi optimum kemudian dianalisis gugus fungsinya menggunakan Spektrofotometer Shimadzu 8400 FTIR di Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI.

- **Analisis Pola Difraksi Sinar X dengan XRD**

Pupuk bentonit hasil sintesis dengan kondisi optimum kemudian dianalisis pola difraksi sinar X dan kandungan mineralnya dengan XRD PANalytical dilakukan di Laboratorium Geologi, Pusat Survei Geologi Bandung.

