

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Deskripsi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan selama kurang lebih enam bulan yaitu mulai dari bulan Mei hingga Oktober 2007 di Laboratorium Riset dan Laboratorium Kimia Instrumen, Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia.

#### **3.2 Alat dan Bahan yang Digunakan**

Alat yang digunakan untuk analisis dalam penelitian ini adalah FT-IR Shimadzu 8400, dan Spektrofotometer UV-Vis mini Shimadzu 1240. Peralatan lain yang digunakan meliputi neraca analitik AND HR-200, *multishaker* MMS 3000, *sentrifugator* tipe H-103 N Kokusan, serta peralatan-peralatan gelas.

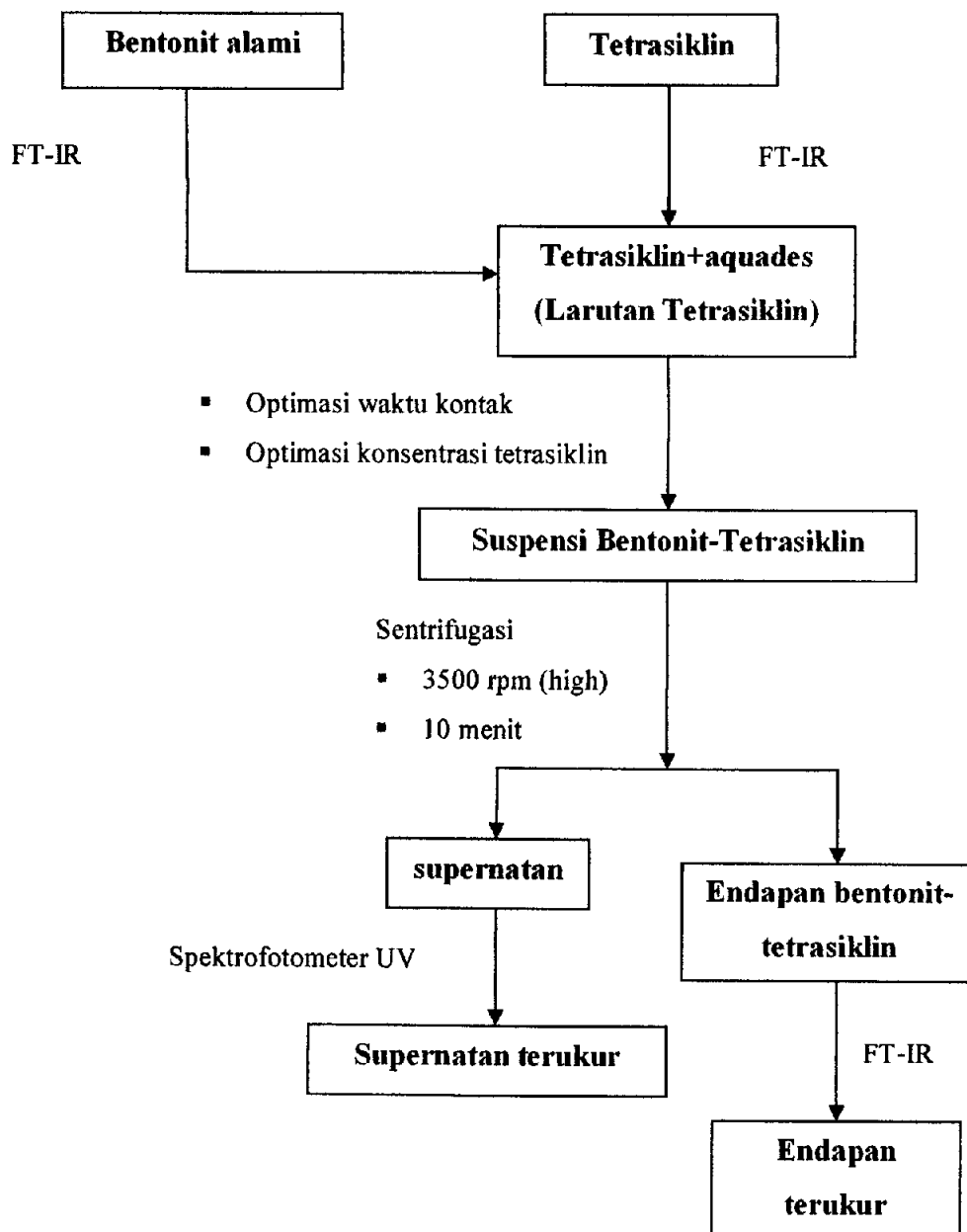
Bahan yang digunakan adalah bentonit FB alami ukuran 200 mesh yang diperoleh dari PT. Madu Lingga Perkasa, dan tetrasiklin HCl murni yang didapat dari PT. LUCAS Djaja.

### **3.3 Desain Penelitian**

Kegiatan penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, diantaranya:

1. Tahap 1 : Karakterisasi awal bentonit dan tetrasiklin menggunakan FT-IR Shimadzu 8400.
2. Tahap 2 : Penentuan dan pengukuran kondisi optimum adsorpsi tetrasiklin oleh bentonit alami yang meliputi waktu pengadukan, dan konsentrasi tetrasiklin. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis mini Shimadzu 1240.
3. Tahap 3 : Karakterisasi akhir bentonit yang telah mengadsorpsi tetrasiklin.

Keseluruhan tahapan kerja yang dilakukan secara garis besar ditampilkan dalam bentuk bagan alir seperti pada Gambar 3.1.



**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian

### 3.4 Teknik Pengolahan Data

Data yang diperoleh dari penelitian ini berupa data absorbansi larutan tetrasiklin yang tersisa dalam larutan setelah dikontakkan dengan bentonit baik pada variasi waktu kontak maupun konsentrasi. Pengukuran absorbansi tetrasiklin dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV mini 1240 pada panjang gelombang maksimum tetrasiklin. Data absorbansi yang diperoleh kemudian disubsitusikan ke dalam kurva kalibrasi tetrasiklin untuk mengetahui konsentrasi tetrasiklin yang tidak teradsorpsi. Konsentrasi tetrasiklin yang teradsorpsi dapat dihitung dengan persamaan:

$$C_{ads} = C_a - C_s$$

dengan

$C_a$  = konsentrasi awal tetrasiklin sebelum kontak dengan bentonit (mg/L)

$C_s$  = konsentrasi sisa tetrasiklin setelah kontak dengan bentonit (mg/L)

$C_{ads}$  = konsentrasi tetrasiklin yang teradsorpsi ke dalam situs bentonit  
(mg/L)

Dari  $C_{ads}$  kemudian dihitung menjadi persentase terserap untuk dibuat grafik terhadap waktu kontak dengan rumus:

$$\frac{C_{ads}}{C_a} \times 100\% = \% \text{ terserap}$$

Sedangkan untuk grafik penentuan konsentrasi optimum,  $C_{ads}$  dihitung menjadi nilai  $\theta$  dengan satuan  $\text{mg}_{\text{(tetrasiklin)}}/\text{g}_{\text{(bentonit)}}$  yang dibuat grafik terhadap konsentrasi tetrasiklin.

Pengolahan data untuk mengetahui kapasitas adsorpsi dapat dilakukan dengan menggunakan persamaan isoterm adsorpsi 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:

$$\log \theta = \frac{1}{n} \log C + \log K$$

Sedangkan persamaan linear Langmuir dirumuskan sebagai berikut:

$$\frac{1}{\theta} = \frac{1}{\theta_{\max}} + \frac{1}{K \cdot \theta_{\max}} \cdot \frac{1}{C}$$

dengan

- $\theta$  = banyaknya adsorbat yang teradsorpsi oleh adsorben
- $\theta_{\max}$  = banyaknya adsorbat maksimum yang teradsorpsi oleh adsorben  
(kapasitas adsorpsi maksimum)
- $K$  = konstanta
- $C$  = konsentrasi larutan kesetimbangan
- $n$  = ukuran yang menunjukkan mekanisme penyerapan

### **3.5 Prosedur Kerja**

#### **3.5.1 Karakterisasi awal**

Bentonit dan tetrasiklin HCl dianalisis gugus fungsinya dengan menggunakan FT-IR. Hasil analisis ini kemudian dijadikan pembanding untuk mengetahui terjadi atau tidaknya adsorpsi tetrasiklin oleh bentonit.

#### **3.5.2 Penentuan Kondisi Optimum**

Pada tahap ini yang pertama kali dilakukan adalah menentukan panjang gelombang maksimum dari tetrasiklin. Larutan tetrasiklin 100 ppm disiapkan untuk dibaca panjang gelombang maksimumnya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis mini Shimadzu 1240 pada rentang panjang gelombang 190-400 nm. Berikutnya, dibuat kurva kalibrasi tetrasiklin. Kurva dibuat dengan menggunakan larutan deret standar tetrasiklin dengan konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 8 ppm, 16 ppm, dan 32 ppm. Kelima deret standar tersebut diukur nilai absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis mini Shimadzu 1240.

Setelah didapatkan panjang gelombang maksimum dan kurva kalibrasi, baru dilakukan optimasi yang meliputi optimasi waktu pengadukan, dan konsentrasi tetrasiklin.

##### **3.5.2.1 Optimasi Waktu Pengadukan**

Bentonit sebanyak 0,5 gram dimasukkan ke dalam enam gelas kimia 100 mL. Dibuat larutan tetrasiklin 100 ppm dalam labu ukur 100 mL. Diambil 10 mL dengan

menggunakan pipet volum lalu dimasukkan ke dalam gelas kimia yang telah berisi bentonit. Dilakukan pengadukan menggunakan *multishaker* masing-masing selama 5, 10, 20, 45, 90, 180 menit dengan kecepatan 160 rpm. Suspensi bentonit-tetrasiklin kemudian disentrifugasi pada kecepatan 3500 rpm (*high*) selama 10 menit, kemudian supernatan diambil dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV pada panjang gelombang maksimum tetrasiklin yaitu 276 nm. Sedangkan konsentrasi supernatan tersebut dapat diketahui berdasarkan kurva kalibrasi yang telah dibuat sebelumnya.

#### **3.5.2.2 Optimasi Konsentrasi Tetrasiklin**

Bentonit sebanyak 0,5 gram dimasukkan ke dalam delapan gelas kimia 100 mL. Dibuat larutan tetrasiklin sebesar 100, 200, 300, 500, 700, 1000, 1500, dan 2000 ppm dalam labu ukur 25 mL. Diambil masing-masing 10 mL dengan menggunakan pipet volum dimasukkan ke dalam delapan gelas kimia yang telah berisi bentonit. Dilakukan pengadukan menggunakan *multishaker* selama 60 menit dengan kecepatan 160 rpm. Suspensi bentonit-tetrasiklin kemudian disentrifugasi pada kecepatan 3500 rpm (*high*) selama 10 menit, kemudian supernatan diambil dan diukur absorbansi serta konsentrasinya dengan menggunakan spektrofotometer UV pada panjang gelombang 276 nm.

### **3.5.3 Karakterisasi Bentonit-Tetrasiklin**

Endapan hasil sentrifugasi dikeringkan menggunakan desikator dengan bantuan pompa vakum untuk mempercepat pengeringan. Endapan yang telah kering digerus hingga halus kemudian dimasukkan ke dalam desikator kembali, dibiarkan hingga kering, kemudian dianalisis gugus fungsinya dengan FT-IR. Hasil analisis FT-IR awal sebelum kontak bentonit dengan tetrasiklin dijadikan sebagai pembanding. Jika ada gugus fungsi tetrasiklin muncul di dalam hasil spektra FT-IR bentonit-tetrasiklin maka dapat disimpulkan terjadi adsorpsi tetrasiklin oleh bentonit.



