

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Deskripsi Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dari bulan Februari sampai Agustus 2009 di laboratorium Riset Jurusan Pendidikan Kimia UPI. Karakterisasi dengan menggunakan spektrofotometer FT-IR dan spektrofotometer UV dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI. Karakterisasi SEM dan XRD dilaksanakan di Laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan (P3GL) Bandung.

#### **3.2 Desain Penelitian**

Penelitian dilakukan melalui beberapa tahap:

##### **3.2.1 Preparasi Kitosan dari Kitin**

Preparasi kitosan dari kitin dilakukan melalui proses deasetilasi dengan cara refluks. Kitin direfluks dengan menggunakan larutan NaOH pada konsentrasi 30% pada suhu 121 °C selama 2 jam dengan perbandingan sampel dengan larutan NaOH adalah 1:10 (b/v), kemudian sampel disaring, dibilas dengan aquades hingga netral pada suhu kamar dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 40 °C hingga kering. Selanjutnya larutan kitosan 1000 mg/L dibuat dengan melarutkan 1 g kitosan dalam 2% asam asetat di dalam labu takar 1 L.

### 3.2.2 Tahap Sintesis Kitosan-Bentonit.

Sintesis kitosan-bentonit dilakukan pada kondisi optimum berdasarkan data hasil penelitian Dimas (2009), yaitu waktu kontak 30 menit, kecepatan pengadukan 160 rpm, dan perbandingan massa kitosan : bentonit = 1:180.

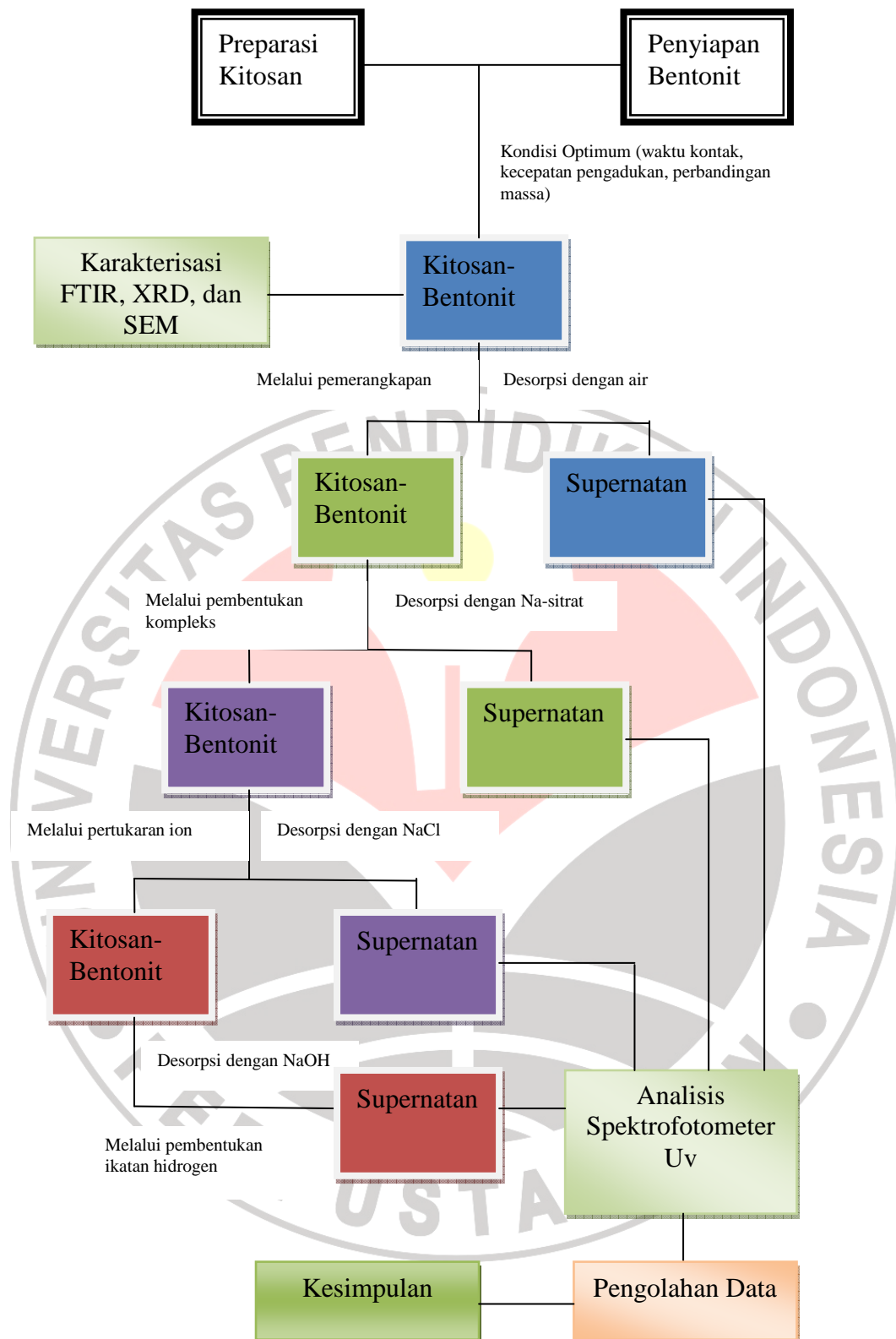
### 3.2.3 Tahap Karakterisasi Bentonit

Ca-bentonit dan kitosan-bentonit dikarakterisasi menggunakan instrumen SEM, XRD dan FTIR. Untuk analisis menggunakan SEM, bentonit diletakkan pada *holder* menggunakan perekat kemudian diberikan lapisan platinum. Selanjutnya, *holder* ditempatkan dalam instrumen SEM. Beberapa titik dari permukaan bentonit diamati dengan berbagai perbesaran (2000x, 5000x, 10.000x, 20.000x, dan 40.000x). Analisis ini dilakukan di laboratorium Pusat Penelitian dan Pengembangan Geologi Kelautan Bandung. Untuk analisis FTIR, bentonit dicampurkan dengan KBr dengan cara digerus kemudian dijadikan pelet KBr. Pelet yang telah terbentuk disimpan ke dalam *holder* pada instrumen FTIR kemudian ditembakkan infra merah. Sampel akan menyerap infra merah yang dipancarkan dan akan dihasilkan spektra serapan infra merah. Analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI.

### 3.2.4 Tahap Studi Interaksi Kitosan dengan Bentonit.

Studi interaksi kitosan dengan bentonit dilakukan dengan cara desorpsi secara berurutan menggunakan medium berbeda yaitu aquades, Na-sitrat, NaCl, dan NaOH. Kandungan kitosan yang terdesorpsi dalam medium/supernatant selanjutnya di analisis dengan menggunakan teknik spektrofotometer Uv pada panjang gelombang 228,5 nm





**Gambar 3.1** Bagan Alir Penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Ca-bentonit, Kitosan, NaOH 0,5 M, NaCl 0,1 M, Na-sitrat, CH<sub>3</sub>COOH 2%, dan aquades. Peralatan yang akan digunakan adalah pH meter, *shaker*, sentrifugator, Scanning Electron Microscopic JEOL tipe JSM-6360 LA, Oven, Spektrometri UV-Vis Mini Shimadzu 1240, Spektrometri FT-IR Shimadzu 8400, neraca analitis, dan peralatan gelas.

### 3.4 Langkah Kerja

#### 3.4.1 Tahap sintesis kitosan-bentonit

Dimasukkan larutan kitosan 1000 ppm pada Ca-bentonit dengan perbandingan komposisi kitosan:bentonit = 1:180 pada pH 4, ditimbang menggunakan *shaker* dengan waktu kontak 30 menit dan kecepatan *shaker* 160 rpm (Dimas Aldiantono, 2009). Selanjutnya suspensi disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 30 menit, kemudian supernatan diambil dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofometer UV-Vis Mini Shimadzu 1240 pada panjang gelombang maksimum, dan padatan kitosan-bentonit yang sudah dipisahkan dikeringkan untuk diproses pada langkah selanjutnya. Suspensi dicuci tiga kali dengan aquades. Kitosan-bentonit yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, dan SEM.

### **3.4.2 Tahap karakterisasi bentonit**

Ca-bentonit, kitosan, dan kitosan-bentonit dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, XRD, dan SEM. Karakterisasi tersebut digunakan sebagai data penunjang dalam mengkaji adsorpsi kitosan pada adsorben bentonit.

### **3.4.3 Tahap uji mekanisme interaksi kitosan dengan bentonit**

Dilakukan desorpsi pada kitosan-bentonit menggunakan 10 mL medium pendesorpsi berbeda dengan cara pengadukan selama 1 jam dan kecepatan pengadukan 160 rpm. Suspensi disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 30 menit, supernatan diambil untuk dianalisis konsentrasi kitosan yang terdesorpsi dan padatan yang diperoleh dicuci dan dikeringkan sebelum didesorpsi menggunakan pelarut lainnya. Medium pendesorpsi yang digunakan secara berturut-turut yaitu aquades, Na-sitrat 10 ppm, NaCl 0,1 M, dan NaOH 0,5 M.

### **3.4.4 Interaksi yang terbentuk melalui pemerangkapan atau hidrasi**

Air ( $H_2O$ ) digunakan untuk mendesorpsi kitosan pada bentonit. Setelah proses desorpsi, supernatan dipisahkan dari kitosan-bentonit untuk diukur serapannya menggunakan Spektrometri UV-VIS pada panjang gelombang maksimum untuk menentukan konsentrasi kitosan yang terdesorpsi. Konsentrasi yang terukur menunjukkan banyaknya kitosan yang terserap oleh bentonit melalui pemerangkapan atau hidrasi. Blanko yang di gunakan bentonit + air.

#### **3.4.5 Interaksi yang terbentuk melalui ikatan kompleks**

Larutan Na-sitrat yang telah digunakan untuk mendesorpsi kitosan-bentonit diukur serapannya menggunakan spektrometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum untuk menentukan konsentrasi kitosan. Konsentrasi yang terukur melalui persamaan *photometric* merupakan banyaknya kitosan yang terserap melalui pembentukan ikatan kompleks. Blanko yang di gunakan bentonit + Na-sitrat.

#### **3.4.6 Interaksi yang terbentuk melalui pertukaran ion**

Larutan NaCl yang telah digunakan untuk mendesorpsi kitosan-bentonit diukur serapannya menggunakan spektrometri UV-Vis untuk menentukan konsentrasi kitosan. Konsentrasi yang terukur melalui persamaan *photometric* merupakan banyaknya kitosan yang terserap melalui pertukaran ion. Blanko yang di gunakan bentonit + NaCl.

#### **3.4.7 Interaksi yang terbentuk melalui ikatan hidrogen**

Larutan NaOH yang telah digunakan untuk mendesorpsi kitosan-bentonit diukur serapannya menggunakan spektrometri UV-Vis. Konsentrasi yang terukur melalui persamaan *photometric* merupakan banyaknya kitosan yang terserap melalui pembentukan ikatan hidrogen. Blanko yang di gunakan bentonit + NaOH.



### 3.4.8 Teknik Pengumpulan dan Pengolahan Data

Banyaknya kitosan yang diserap oleh bentonit maupun kitosan yang terdesorpsi dari bentonit oleh medium pendesorpsi diperoleh berdasarkan pengukuran absorbansi supernatan menggunakan spektrometer UV-Vis mini Shimadzu 1240. Konsentrasi kitosan dalam bentonit dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$C_s = \frac{A_s}{A_b} C_b$$

dimana  $C_s$  menunjukkan konsentrasi kitosan dalam supernatant (ppm),  $C_b$  menunjukkan konsentrasi blanko (ppm),  $A_s$  menunjukkan absorbansi sampel, dan  $A_b$  menunjukkan absorbansi blanko. Konsentrasi kitosan sampel kemudian dikonversi ke dalam besaran massa kitosan.

kontribusi interaksi kitosan pada bentonit ditentukan dalam persen yang dihitung dari persamaan berikut:

$$\% \text{ kontribusi} = \frac{m_D}{m_A} \times 100\%$$

dimana  $m_D$  merupakan massa kitosan terdesorp (g),  $m_A$  merupakan massa kitosan teradsorp (g)