

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Merupakan jenis penelitian eksperimental yang dimana melakukan pengujian terhadap pengaruh satu variabel dengan variabel lain.

3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dilakukan pada bulan Januari-Februari 2025 di Laboratorium Analisis Obat dan Narkotika, Jurusan D-3 Analisis Farmasi dan Makanan, Politeknik Kesehatan Kemenkes Malang

3.3 Populasi dan Sampel Penelitian

3.3.1 Populasi Penelitian

Populasi dalam penelitian ini adalah simplisia dari korteks Kayu Jawa (*Lannaea coromandelica* (Houtt.) Merr) yang digunakan sebagai bahan dasar pembuatan biosorben.

3.3.2 Sampel Penelitian

Sampel dalam penelitian ini adalah biosorben yang berasal dari simplisia korteks Kayu Jawa (*Lannaea coromandelica* (Houtt.) Merr) dengan ukuran 200 mesh yang terpolimerisasi. Biosorben ini digunakan untuk mengadsorpsi logam Cd (II).

3.4 Bahan dan Alat

3.4.1 Bahan

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah kulit batang Kayu Jawa, kristal $\text{CdSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (Pro Analisis) (Merck), Aquadest, larutan Formaldehida 37% (Pro Analisis) (Merck), larutan H_2SO_4 (Pro Analisis) (Merck), kristal Ditizon (Pro Analisis) (Merck), larutan Kloroform (Pro Analisis) (Merck), Kristal NaOH (Pro Analisis) (Merck), dan plastik wrapping.

3.4.2 Alat

Spektrofotometer UV-Vis, Kuvet, labu ukur (PYREX® 500ml), labu ukur (PYREX® 20ml), labu ukur (PYREX® 100ml), gelas ukur (PYREX® 250 ml)

neraca analitik ohaus (PIONEER®), hot plate (THERMO SCIENTIFIC®), shaker Gerhardt, pipet ukur 10 ml, bola hisap gelas beaker (IWAKI® 50 ml), gelas beaker (IWAKI® 250 ml), gelas beaker (IWAKI® 500 ml), corong pisah, corong (PYREX® diameter 60 mm), blup, toples, batang pengaduk, lemari asam, mikropipet 20-200 µL.

3.5 Variabel Penelitian

3.5.1 Variabel Bebas (*Independent Variable*)

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah variasi waktu kontak biosorben kulit batang Kayu Jawa.

3.5.2 Variabel Terikat (*Dependent Variable*)

Variabel terikat dalam penelitian ini adalah kapasitas adsorpsi logam Cd (II)

3.6 Definisi Operasional Variabel

Tabel 3. 1 Operasional Variabel

Variabel	Definisi Operasional	Metode dan Alat Pengukuran	Skala Pengukuran	Indikator Hasil Uji
Waktu kontak biosorben tanin dengan larutan Cd (II)	Variasi waktu kontak antara biosorben tanin dengan larutan Cd (II) (5mg/L) dengan variasi waktu yang berbeda yakni, 20,40,60,80,100,120,140,160 menit	Timer	Nominal	Didapatkan waktu kontak optimum
Kapasitas adsorpsi Cd (II) pada biosorben tanin	Perbandingan jumlah Cd (II) yang diserap (mg) dibagi massa biosorben tanin (g) pada variasi waktu kontak yang sudah ditentukan dan dinyatakan dalam mg/g	Spektrofotometer UV-Vis	Rasio	Didapatkan nilai kapasitas adsorpsi pada setiap larutan uji

3.7 Prosedur Penelitian

Rujukan : Izza Nafila, T., Yusuf, B., Teguh Juharna, F. M., Widowati, I., & Endrawati, H. (2022). Adsorpsi Logam Kadmium (Cd) menggunakan Adsorben Ampas Teh dengan Metode Celup. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Dan Terapan Ii*, 2987–9922.

3.7.1 Pembuatan Biosorben

3.7.1.1 Preparasi simplisia

Pada kulit batang Kayu Jawa yang telah dikumpulkan, kemudian dibersihkan menggunakan air bersih yang mengalir. Selanjutnya, kulit batang Kayu Jawa dipotong menjadi bagian kecil. Potongan kulit batang Kayu Jawa kemudian dikeringkan pada suhu 60°C. Setelah proses pengeringan selesai, dilakukan penghalusan menggunakan grinder hingga berbentuk serbuk. Serbuk yang telah dihaluskan diayak dengan ayakan berukuran 200 mesh.

3.7.1.2 Polimerisasi Biosorben

Simplisia kayu jawa 200 mesh dicampur dengan formaldehida 37% dengan perbandingan 1:4 (g/ml). Selanjutnya campuran ini dimasukkan ke dalam 100 ml H₂SO₄ 0,5 N. Campuran dipanaskan menggunakan *hotplate* dengan temperatur 60°C selama 3 jam. Campuran didinginkan lalu disaring dan dicuci dengan akuades. Biosorben dikeringkan pada temperatur 60°C menggunakan oven hingga berat konstan.

3.7.2 Pengukuran dengan Spektrofotometri UV-Vis

3.7.2.1 Pembuatan Larutan Stok Cd (II) 100 ppm

Ditimbang 20,134 mg Cd (II) dimasukkan ke dalam beaker gelas 50 ml ditambahkan aquadest diaduk hingga larut., kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan aquadest. Kemudian dihomogenkan

3.7.2.2 Pembuatan Larutan Kerja Cd (II) 5 ppm

Di pipet 25 mL larutan stok Cd (II) ke dalam labu ukur 500 mL. dan ditanda bataskan menggunakan aquadest. Kemudian dihomogenkan

3.7.2.3 Pembuatan Larutan Ditizon 0,0015%

Ditimbang ditizon sebanyak 1,5mg dilarutkan kedalam 100 ml Kloroform.

3.7.2.4 Pembuatan Kurva Baku

Dibuat larutan standar kadmium 1, 2, 3, 4 dan 5 ppm sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan larutan NaOH 1% tetes per tetes hingga pH 9. Setiap larutan ditambahkan larutan ditizon 0,0015% sebanyak 5 mL di aduk hingga terbentuk kompleks merah muda. Fase organik berwarna merah muda diambil dan diukur dengan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 518 nm.

3.7.2.5 Pengaruh Waktu Kontak terhadap Kapasitas Adsorpsi Cd

Sebanyak 0,25 gram biosorben terpolimerisasi dimasukkan kedalam Erlenmeyer yang berisi 20 mL larutan kadmium 5 ppm. Campuran diaduk menggunakan shaker selama 20, 40,60, 80,100,120,140 dan 160 menit. Filtrat dipisahkan lalu diatur hingga pH 9. Larutan tersebut ditambahkan 5 mL larutan ditizon 0,0015% lalu diaduk hingga didapatkan kompleks berwarna merah muda. Fasa organik berwarna merah muda diambil lalu dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 518 nm.

3.8 Pengolahan, Penyajian dan Analisis Data

3.8.1 Pengolahan Data

Pengolahan data waktu kontak biosorben dinyatakan dengan WK, dengan angka yang menunjukkan waktu kontak dalam menit. Adapun keterangan sebagai berikut :

WK.20	: Waktu kontak biosorben 20 menit
WK.40	: Waktu kontak biosorben 40 menit
WK.60	: Waktu kontak biosorben 60 menit
WK.80	: Waktu kontak biosorben 80 menit
WK.100	: Waktu kontak biosorben 100 menit
WK.120	: Waktu kontak biosorben 120 menit
WK.140	: Waktu kontak biosorben 140 menit
WK.160	: Waktu kontak biosorben 160 menit

3.8.2 Penyajian Data

Data hasil analisis dengan spektrofotometer UV-Vis disajikan pada tabel berikut :

Tabel 3. 2 Absorbansi Larutan Standar

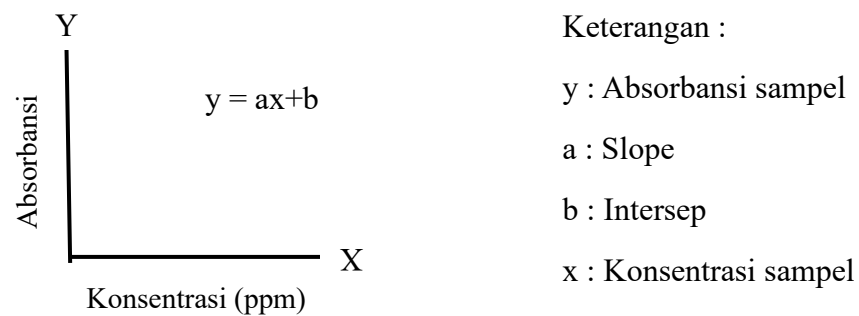
Konsentrasi	Absorbansi
1 ppm	
2 ppm	
3 ppm	
4 ppm	
5 ppm	

Tabel 3. 3 Penyajian data absorbansi logam Cd

No	Waktu Kontak (Menit)	Rata-Rata Konsentrasi (mg/L)	Rata-Rata Kapasitas Adsorpsi (mg/g)	Rata-Rata (%) Adsorpsi
1.	WK0			
2.	WK.20			
3.	WK.40			
4.	WK.60			
5.	WK.80			
6.	WK.100			
7.	WK.120			
8.	WK.140			
9.	WK.160			

2.8.3 Analisis Data

Data yang diperoleh dari pengukuran Spektrofotometri UV-Vis adalah konsentrasi dan absorbansi larutan yang kemudian dibuat kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi menunjukkan adanya hubungan antara sumbu X (konsentrasi) dan sumbu Y (absorbansi). Kurva akan digunakan untuk diperoleh persamaan regresi linier $y = ax + b$.



Gambar 3.1 Kurva Standar Cd (II)

Dengan nilai x adalah konsentrasi dari variasi waktu kontak. Nilai konsentrasi awal (C_o) dan konsentrasi akhir (C) diperoleh dengan memasukkan data absorbansi nilai y pada persamaan regresi linear. Kemudian dihitung kapasitas adsorpsi dengan rumus :

$$q(mg/g) = \frac{C_o - C (mg/L) \times V(L)}{m (g)}$$

Keterangan :

- q : Kapasitas adsorpsi (mg/g)
- C awal : Konsentrasi sebelum adsorpsi (mg/L)
- C akhir : Konsentrasi setelah adsorpsi (mg/L)
- V : Volume adsorbat (L)
- m : Massa adsorben (g)

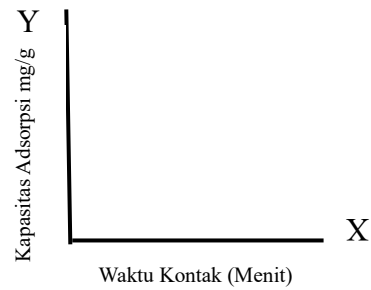
Setelah itu, juga dilakukan penentuan (%) hasil penyerapan dengan rumus sebagai berikut :

$$R (\%) = \frac{C_o - C (mg/L)}{C_o (mg/L)} \times 100\%$$

Keterangan :

- R : Hasil penyerapan (%)
- C_o : Konsentrasi sebelum adsorpsi (mg/L)
- C : Konsentrasi setelah adsorpsi (mg/L)

Perhitungan tersebut dihitung setiap replikasi. Selanjutnya hasil di rata-rata untuk menentukan kapasitas adsorpsi pada biosorben disetiap variasi waktu kontak. Kemudian dibuat kurva untuk membandingkan waktu kontak optimum.



Gambar 3.2 Kurva Waktu Kontak Optimum