

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimental, dengan melakukan pendekatan secara kuantitatif. Adsorben yang digunakan untuk remediasi tanah tercemar residu pestisida yaitu menggunakan sodium alginat dan karbon aktif tempurung kelapa. Sampel tanah tersebut diuji untuk mengetahui bagaimana pengaruh penambahan sodium alginat dan karbon aktif tempurung kelapa terhadap penurunan residu pestisida.

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

3.1.1 Tempat Penelitian

Pengujian parameter karbon aktif tempurung kelapa, termasuk uji kadar air, kadar abu, kadar zat mudah menguap, dan analisis permukaan morfologi (SEM), dilakukan di Laboratorium Penelitian Terpadu Universitas Sumatera Utara (USU).

Pengujian tanah yang tercemar residu pestisida dilakukan di Laboratorium PT Saraswati Indo Genetech (SIG) yang berlokasi di Graha Jl. Rasamala No. 20 Taman Yasmin, Bogor 16113, Indonesia.

3.1.2 Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Juni-September 2024.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian yaitu sebagai berikut:

1. Penggiling/Penumbuk
Berfungsi untuk menggiling/menumbuk bahan baku yaitu tempurung kelapa.
2. Wadah Plastik
Berfungsi untuk sebagai wadah pencampuran tanah dengan variasi.
3. Sapu Tangan
Berfungsi untuk melindungi atau membersihkan tangan, serta untuk keperluan pribadi

4. Oven
Berfungsi sebagai alat pemanas dan pengeringan sampel.
5. Ayakan 100 Mesh
Ayakan mesh digunakan untuk memisahkan bagian-bagian yang tidak diinginkan berdasarkan ukuran pada sampel karbon aktif dengan ukuran 100 mesh.
6. Neraca Analitik
Neraca analitik untuk menimbang bahan atau zat yang akan digunakan pada peneliti.
7. Spatula/Sendok
Berfungsi untuk mengambil bahan penelitian pada saat akan ditimbang.
8. pH
pH untuk mengukur tingkat asam basa terhadap tanah tercemar.
9. *Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry* (LC-MS/MS)
LC-MS/MS untuk mendeteksi kadar zat aktif residu pestisida pada sampel tanah tercemar.
10. *Scanning Electron Microscope* (SEM)
Berfungsi untuk melihat struktur morfologi pada permukaan sampel karbon aktif.

3.2.2 Bahan Penelitian

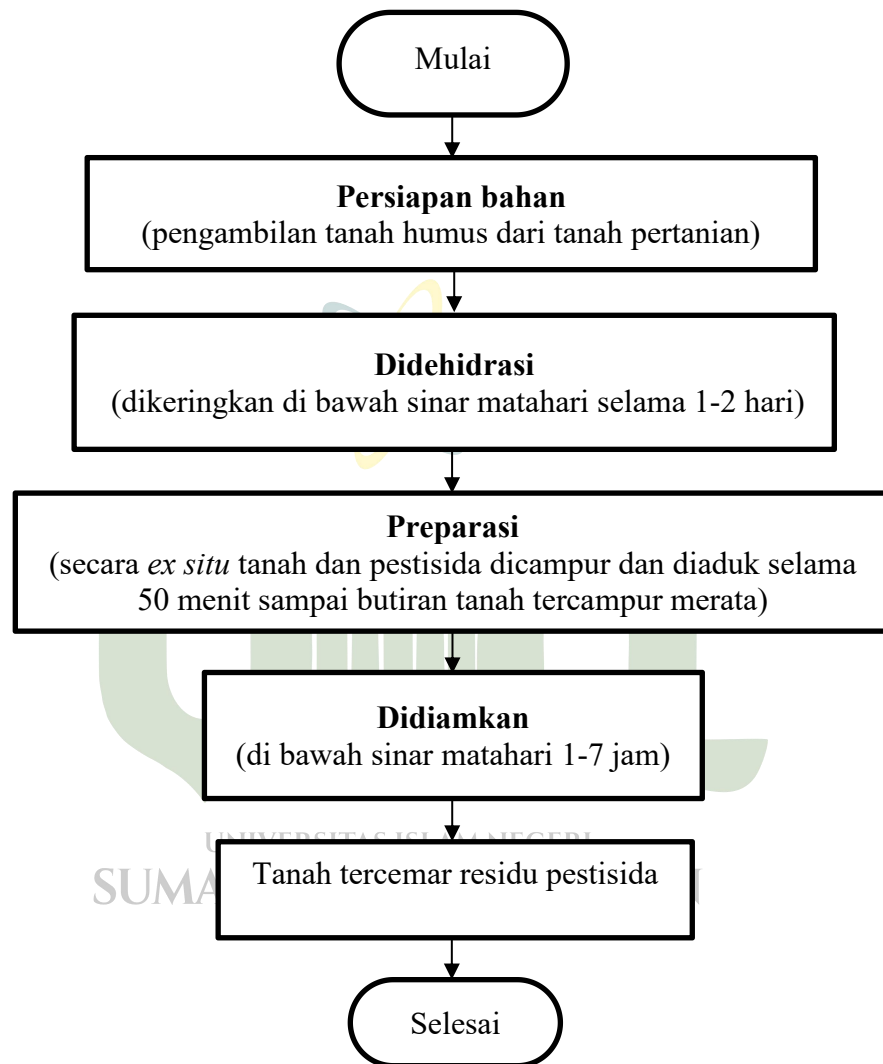
Bahan yang digunakan dalam penelitian yaitu sebagai berikut:

1. Sodium Alginat
2. Tempurung Kelapa
3. Tanah
4. Pestisida

3.3 Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Diagram Alir Preparasi Tanah Tercemar Residu Pestisida Dengan Metode *Ex Situ*

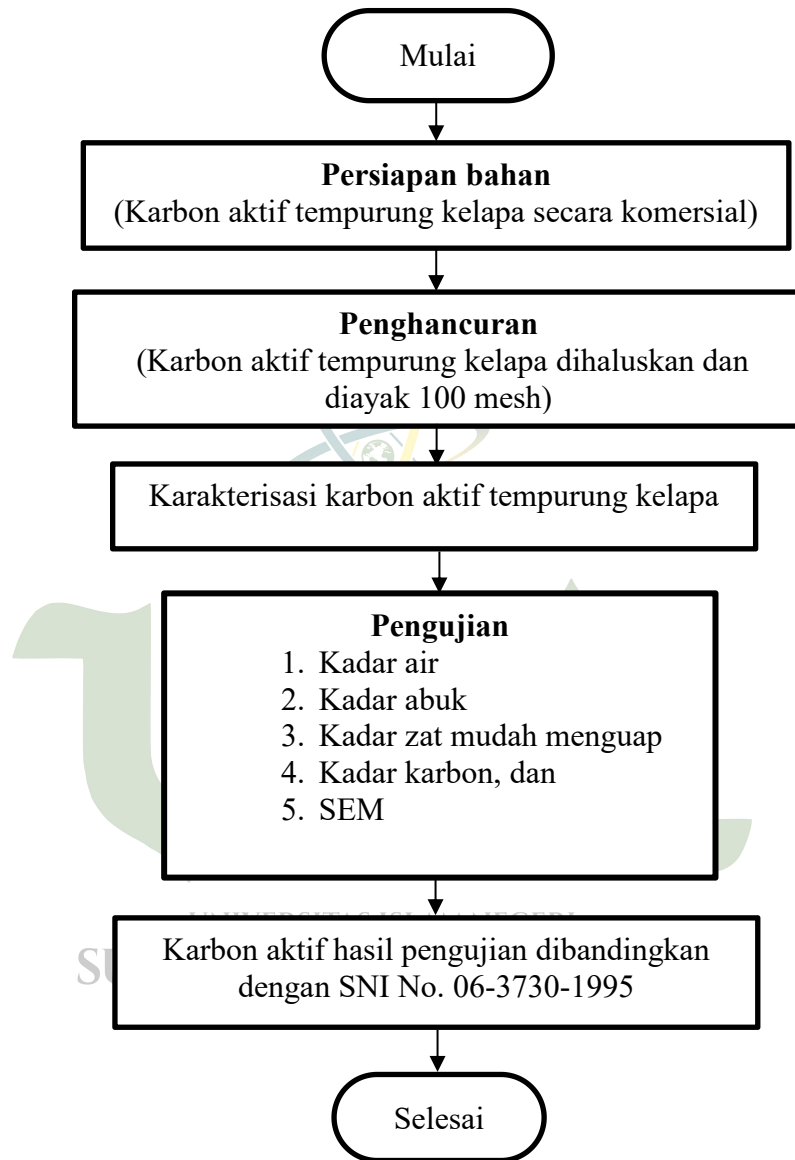
Dalam diagram alir tahap I ini dijelaskan tentang tahap preparasi tanah tercemar residu pestisida dengan metode *Ex Situ*.



Gambar 3.1 Diagram Alir Preparasi Tanah Tercemar Residu Pestisida Dengan Metode *Ex Situ*

3.3.2 Diagram Alir Preparasi dan Karakterisasi Karbon Aktif Tempurung Kelapa

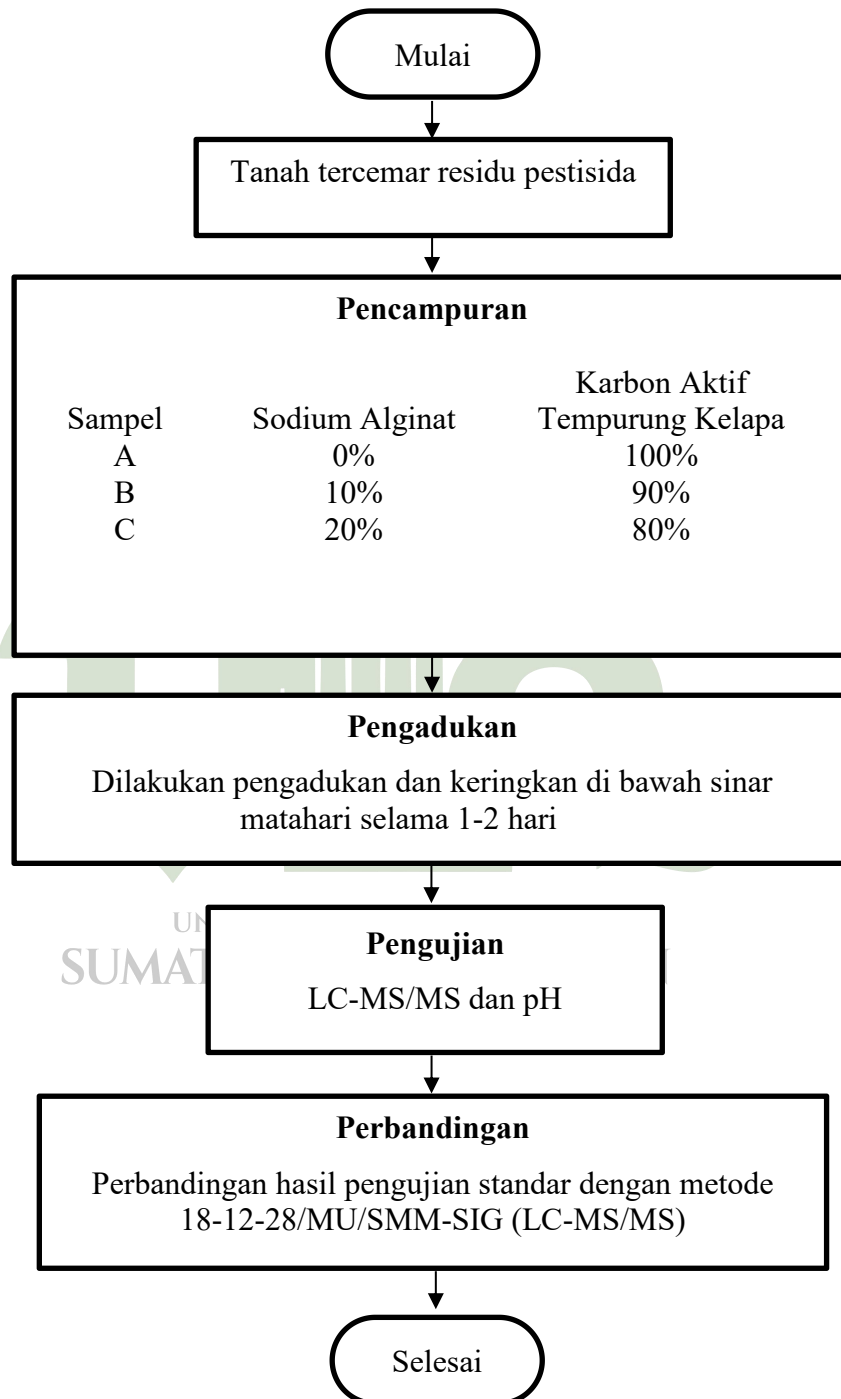
Dalam diagram alir tahap II ini dijelaskan tentang tahap preparasi dan karakterisasi karbon aktif tempurung kelapa.



Gambar 3.2 Diagram Alir Preparasi dan Karakterisasi Karbon Aktif Tempurung Kelapa

3.3.3 Diagram Alir Remediasi Tanah Tercemar Residu Pestisida Menggunakan Sodium Alginat dan Karbon Aktif Tempurung Kelapa

Dalam diagram alir tahap III ini dijelaskan tentang remediasi tanah tercemar residu pestisida menggunakan sodium alginat dan karbon aktif.



Gambar 3.3 Diagram Alir remediasi tanah tercemar residu pestisida menggunakan sodium alginat dan karbon aktif tempurung kelapa

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1. Tahap Preparasi Tanah Tercemar Residu Pestisida Dengan Metode *Ex Situ*

Langkah-langkah yang akan dilakukan dalam pada penelitian ini sebagai berikut:

1. Pertama-tama persiapan bahan yaitu pengambilan tanah dari tanah pertanian yang akan dicemari secara *Ex situ*.
2. Tanah yang sudah dibersihkan lalu didehidrasi atau dikeringkan dibawah sinar matahari selama 1-2 hari.
3. Preparasi secara *ex situ* mencampurkan sampel tanah dan pestisida dengan 9 kg tanah dan 1 kg pestisida dicampur dan diaduk secara manual selama 50 menit sampai butiran tanah merata.
4. Tanah tercemar residu pestisida didiamkan dibawah matahari selama 1-7 jam.

3.4.2. Tahap Preparasi dan Karakterisasi Karbon Aktif Tempurung Kelapa

Langkah-langkah yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pertama-tama persiapan bahan yaitu karbon aktif tempurung kelapa secara komersial.
2. Kemudian tempurung kelapa dihaluskan dan diayak 100 mesh.
3. Untuk mengetahui kualitas karbon aktif tanpa diaktivasi dapat diuji parameter kadar air, kadar abu, kadar zat mudah menguap dan uji morfologi permukaan.

3.4.3. Tahap Remediasi Tanah Tercemar Residu Pestisida Menggunakan Sodium Alginat dan Karbon Aktif Tempurung Kelapa

Langkah-langkah yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Proses remediasi dengan mencampurkan sampel tanah tercemar pestisida dengan adsorben (sodium alginat dan karbon aktif tempurung kelapa). Variasi komposisi pencampuran sodium alginat dan karbon aktif ditunjukkan sebagai berikut:

Sampel	Sodium Alginat	Karbon Aktif Tempurung Kelapa
A	0%	100%
B	10%	90%
C	20%	80%

2. Kemudian dilakukan pengadukan dan dikeringkan di bawah sinar matahari selama 1-2 hari.
3. Hasil remediasi sebelum dan sesudah diuji kandungan glifosat dalam pestisida menggunakan LC-MS/MS dan kadar pH tanah.
4. Hasil yang diperoleh dapat dibandingkan dengan metode 18-12-28/MU/SMM-SIG (LC-MS/MS).

3.5 Prosedur Pengujian Karbon Aktif

3.5.1 Uji Kadar Air

Adapun prosedur penelitian dalam proses persiapan sampel untuk pengujian kadar air adalah sebagai berikut:

1. Ambil sampel karbon aktif yang akan diuji sebanyak 5 gram karbon aktif tempurung kelapa.
2. Timbang sampel karbon aktif menggunakan timbangan analitik dan catat beratnya (W1).
3. Tempatkan sampel dalam oven yang telah dipanaskan pada suhu 115 °C selama 3 jam.
4. Setelah proses pengeringan selesai, keluarkan sampel dari oven dan biarkan dingin. Timbang kembali sampel dan catat beratnya (W2).
5. Kemudian kadar air dihitung menggunakan rumus pada persamaan 2.1.
6. Hasil yang diperoleh dapat dibandingkan dengan SNI-06-3730-1995.

3.5.2 Uji Kadar Abu

Adapun prosedur penelitian dalam proses persiapan sampel untuk pengujian kadar abu adalah sebagai berikut:

1. Ambil sampel karbon aktif yang akan diuji dan siapkan 5 gram karbon aktif tempurung kelapa.
2. Timbang sampel karbon aktif menggunakan timbangan analitik dan catat beratnya (W1).

3. Tempatkan sampel dalam crucible (wadah tahan panas) dan panaskan crucible di dalam furnace pada suhu 600 °C selama 6 jam sampai semua karbon terbakar habis dan tersisa abu
4. Kemudian kadar abu dihitung menggunakan rumus pada persamaan 2.2.
5. Hasil yang diperoleh dapat dibandingkan dengan SNI-06-3730-1995.

3.5.3 Kadar Zat Mudah Menguap

Adapun prosedur penelitian dalam proses persiapan sampel untuk pengujian kadar zat mudah menguap adalah sebagai berikut:

1. Siapkan sebanyak 5 gram karbon aktif tempurung kelapa masukkan ke dalam cawan porselin.
2. Cawan yang berisi karbon dipanaskan dalam oven pada suhu 950 °C selama 6 menit, setelah itu didinginkan di dalam desikator dan ditimbang.
3. Kemudian kadar zat mudah menguap dihitung menggunakan rumus pada persamaan 2.3.
4. Hasil yang diperoleh dapat dibandingkan dengan SNI-06-3730-1995.

3.5.4 Kadar Karbon

Karbon aktif murni dihasilkan dari selisih antara jumlah abu dan *volatile* dan 100%. Penentuannya dihitung menggunakan rumus pada persamaan 2.4. Hasil yang diperoleh dapat dibandingkan dengan SNI-06-3730-1995.

3.5.5 Karakterisasi SEM

Adapun prosedur penelitian dalam proses persiapan sampel untuk pengujian kadar Analisis *Scanning Electron Microscope* (SEM) adalah sebagai berikut :

1. Persiapan Sampel dan pengayakan karbon aktif hingga 100 mesh dan pastikan sampel kering, karena kelembapan dapat memengaruhi kualitas gambar SEM.
2. Lakukan pelapisan sampel dengan logam konduktif (seperti emas atau platinum) menggunakan *Sputter Coater*.
3. Letakkan sampel karbon aktif yang sudah dilapisi logam pada stub menggunakan *Carbon Tape* (perekat karbon) untuk memastikan sampel menempel kuat di tempatnya.

4. Masukkan stub ke dalam ruang SEM dan pastikan pintu ruang tertutup rapat. Dan pastikan ruang SEM berada dalam kondisi vakum dan atur tegangan elektron (biasanya 5-20 kV).
5. SEM dapat dioperasikan dalam mode seperti *Secondary Electron (SE)*.
6. Mulai dengan perbesaran rendah untuk menemukan area yang ingin diamati, kemudian tingkatkan perbesaran hingga 1.500x untuk melihat detail porositas dan morfologi permukaan karbon aktif.
7. Ambil gambar pada perbesaran 1.500x untuk analisis lebih mendalam pada skala mikroskopis.
8. Analisis visual morfologi permukaan, porositas, dan bentuk partikel.
9. Gunakan perangkat lunak seperti *Software Digimizer* untuk analisis kuantitatif ukuran pori dan distribusi partikel.

3.6 Prosedur Pengujian Kualitas Tanah Tercemar Residu Pestisida (Uji Glifosat)

Adapun prosedur penelitian dalam proses persiapan sampel untuk pengujian remediasi tanah tercemar residu pestisida adalah sebagai berikut:

1. Siapkan sebanyak 3 kg tanah tercemar residu pestisida.
2. Tanah tercemar dicampurkan sampel tanah tercemar residu pestisida dengan adsorben (sodium alginat dan karbon aktif tempurung kelapa) dengan rasio 1:1.

Variasi setiap sampel yaitu:

Sampel	Sodium Alginat	Karbon Aktif Tempurung Kelapa
A	0%	100%
B	10%	90%
C	20%	80%

3. Timbang tanah setiap masing-masing variasi yang diuji 5 gram-1 kg tanah.
4. Tambahkan larutan ekstraksi yang mengandung campuran air suling dan pelarut organik (biasanya menggunakan buffer fosfat atau larutan basa, seperti NaOH atau HCl untuk pH yang sesuai).
5. Agitasi atau kocok sampel selama beberapa jam (misalnya 2-4 jam) untuk memfasilitasi pelepasan glifosat dari tanah.

6. Setelah agitasi, lakukan sentrifugasi pada kecepatan tinggi (misalnya 4000-6000 rpm) untuk memisahkan supernatan dari padatan dan Kumpulkan supernatan yang mengandung glifosat.
7. Pastikan alat LC-MS/MS sudah siap digunakan, dan pengaturan metode sesuai dengan senyawa target (glifosat).
8. Siapkan kolom LC yang sesuai untuk analisis (misalnya kolom reverse-phase dengan fase gerak air dan pelarut organik seperti metanol atau asetonitril).
9. Siapkan kolom LC yang sesuai untuk analisis (misalnya kolom reverse-phase dengan fase gerak air dan pelarut organik seperti metanol atau asetonitril).
10. Injeksi sampel yang sudah diolah ke dalam alat LC-MS/MS dan Pemisahan dilakukan pada kolom LC berdasarkan polaritas dan interaksi senyawa dengan kolom.
11. Setelah pemisahan, senyawa terdeteksi oleh MS/MS yang akan memberikan informasi kuantitatif dan kualitatif mengenai glifosat.
12. Lakukan kuantifikasi glifosat berdasarkan spektrum massa dan fragmentasi spesifik yang dideteksi oleh MS/MS
13. Hasil yang diperoleh pengujian dapat dibandingkan dengan metode 18-12-28/MU/SMM-SIG (LC-MS/MS).
14. Selanjutnya persiapkan tanah dan ambil 10 gram sampel tanah tambahkan 25-50 mL air suling atau larutan KCl 0,01 M untuk melakukan uji pH.
15. Kocok campuran tanah dan air selama 30 menit dan diamkan hingga tanah mengendap.
16. Ukur pH supernatan menggunakan pH meter yang terkalibrasi.