

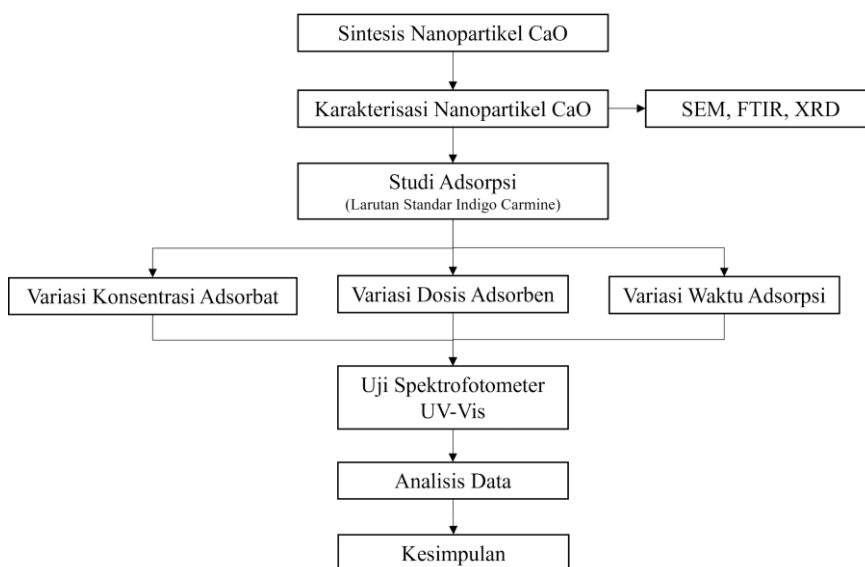
BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Metode penelitian ini terdiri dari sintesis nanopartikel CaO melalui metode kopresipitasi, karakterisasi nanopartikel CaO hasil sintesis metode kopresipitasi, dan pengujian kinerja nanopartikel CaO pada adsorpsi limbah indigo carmine. Sintesis, karakterisasi (FTIR) dan pengujian kinerja nanopartikel CaO dilakukan di Laboratorium Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan IPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Karakterisasi nanopartikel CaO (XRD, SEM) dilakukan Laboratorium Pusat Survei Geologi dan Laboratorium GreenLab Bandung.

3.2 Desain Penelitian

Tahapan penelitian yang meliputi sintesis dan karakterisasi nanopartikel kalsium oksida,serta uji kinerjanya dalam adsorpsi indigo carmine yang disajikan pada **Gambar 10**.



Gambar 11. Desain Penelitian

Sintesis nanopartikel kalsium oksida bertujuan untuk membuat nanopartikel kalsium oksida menggunakan kalsium klorida anhidrat dan natrium hidroksida. Studi adsorpsi digunakan untuk mengetahui efektivitas nanopartikel CaO dalam mengadsorp pewarna indigo carmine. Karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui struktur dan morfologi nanopartikel CaO. Karakterisasi FTIR

berfungsi untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada nanopartikel CaO. Karakterisasi XRD berfungsi untuk mengetahui kristalinitas serta ukuran kristal nanopartikel CaO. Sedangkan, uji spektrofotometer UV-Vis berguna untuk mengukur absorbansi indigo carmine, untuk menentukan jumlah IC yang teradsorpsi pada adsorben CaO.

3.3 Variabel Penelitian

Variabel bebas dari penelitian ini adalah kondisi optimum, karakterisasi dan kinerja nanopartikel CaO. Variabel terikat dari penelitian ini adalah sifat fisikokimia nanopartikel CaO dan efektifitas nanopartikel CaO sebagai adsorben indigo carmine.

3.4 Alat dan Bahan

3.4.1 Alat

Pada penelitian ini digunakan peralatan penelitian yang bermacam-macam sesuai dengan tahapan penelitian yang dilakukan. Pada tahapan sintesis digunakan gelas kimia 500 mL dan 250 mL, batang pengaduk, pipet tetes, buret, statif dan klem, labu erlenmeyer 250 mL, magnetic stirrer, hot plate, termometer, spatula, botol sentrifugasi 50mL, *centrifuge*, neraca analitik, gelas ukur, cawan krusibel, mortar dan alu, botol semprot, oven, *boat furnace*, *furnace*. Pada prosedur aplikasi adsorpsi digunakan botol vial 10 mL, pipet tetes, gelas kimia 500 mL, kuvet, spektrofotometer UV-Vis, alat sentrifugasi, botol sentrifugasi 50 mL, neraca analitik, botol timbang, spatula. Sedangkan pada tahapan karakterisasi akan digunakan instrumentasi *SEM JEOL JSM-6360*, *Shimadzu DTG 60H* dan *XRD PANalytical Type X'Pert PRO Pw 3040/xo*.

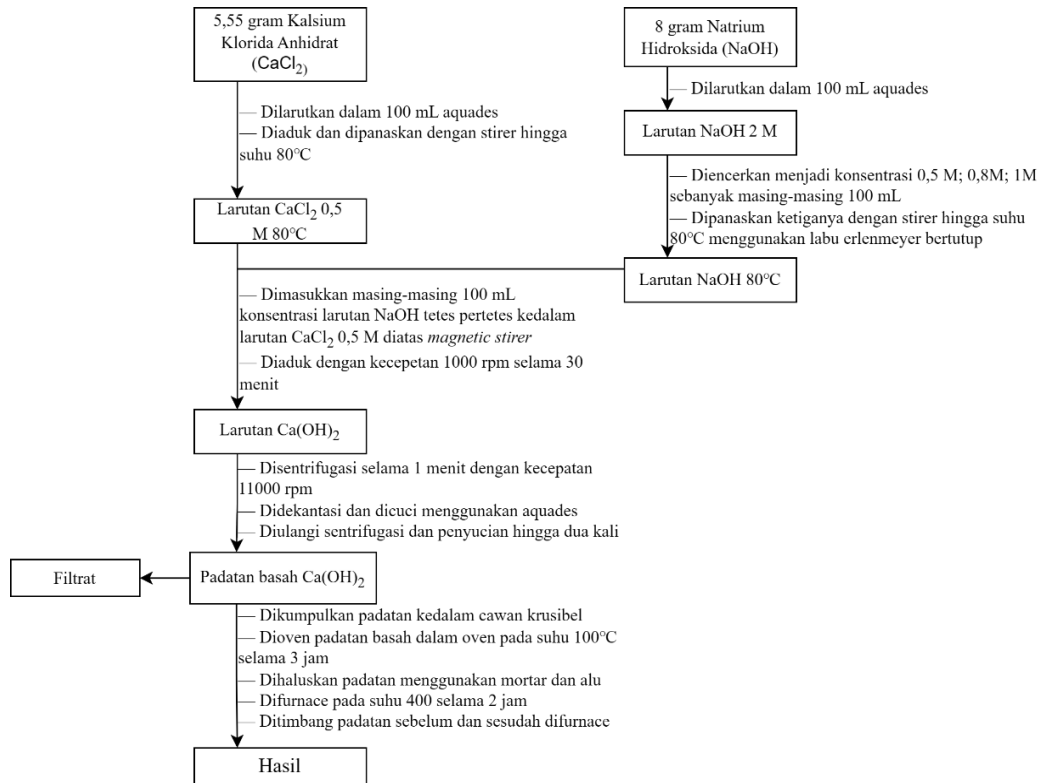
3.4.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini terdapat berbagai macam tergantung dengan tahapan prosedur yang dilakukan. Pada prosedur sintesis digunakan kalsium klorida anhidrat (95%), aquades dan natrium hidroksida. Sedangkan pada prosedur aplikasi adsorpsi digunakan pewarna indigo carmine serta aquades. Pada tahapan karakterisasi digunakan sampel hasil sintesis kalsium oksida dan KBr.

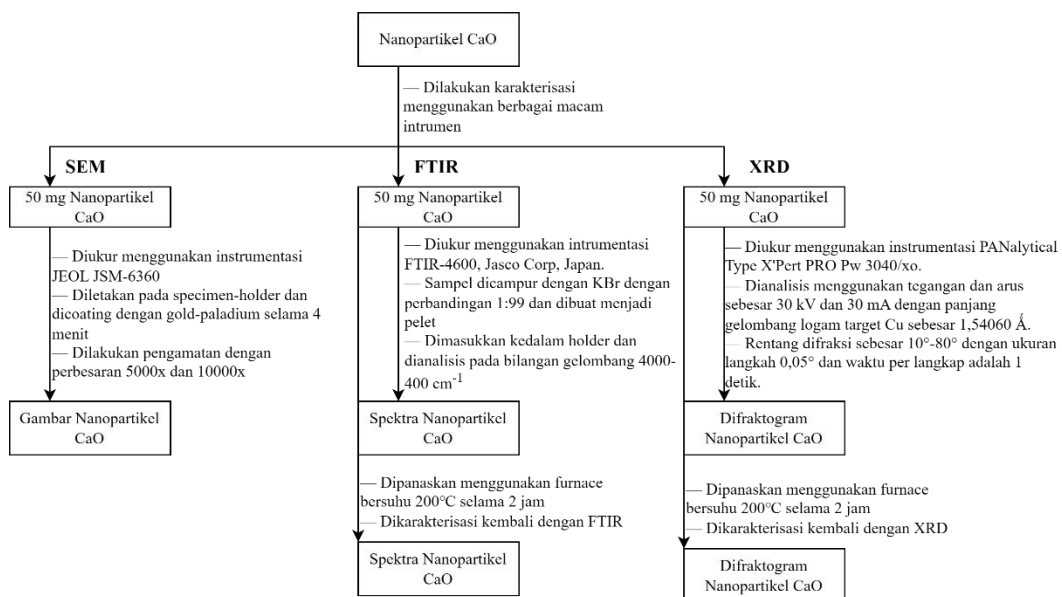
3.5 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian yang mencakup sintesis nanopartikel CaO, karakterisasi nanopartikel CaO dan studi adsorpsi CaO akan dijelaskan secara ringkas pada

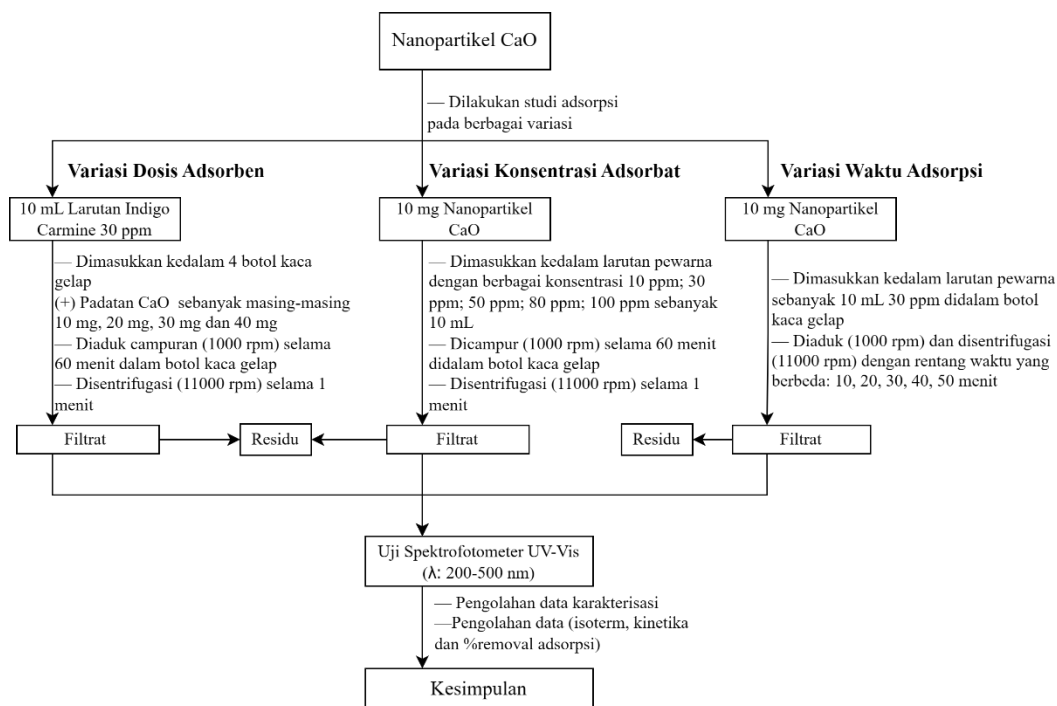
Gambar 11, 12 dan 13 secara berturut-turut. Adapun penjelasan prosedur tersebut dijelaskan sebagai berikut.



Gambar 12. Bagan Alir Sintesis Nanopartikel CaO



Gambar 13. Bagan Alir Karakterisasi Nanopartikel CaO



Gambar 14. Bagan Alir Studi Adsorpsi

3.5.1 Sintesis Nanopartikel CaO

Prosedur sintesis nanopartikel CaO dengan menggunakan larutan kalsium klorida serta larutan natrium hidroksida (Khine dkk., 2022). Sebanyak 100 mL CaCl_2 0,5 M dan 100 mL NaOH dengan konsentrasi yang berbeda-beda: 0,5 M; 0,8 M; 1 M akan digunakan sebagai reagen mula-mula untuk sintesis nanopartikel CaO. Pada awalnya, kedua larutan CaCl_2 dan NaOH masing-masing dipanaskan menggunakan labu erlenmeyer tertutup hingga suhu 80°C . Pada suhu itu, CaCl_2 ditambahkan tetes per tetes kedalam larutan NaOH dibawah pengadukan menggunakan magnetic stirrer (1000 rpm) selama 30 menit.

Suspensi yang telah didapatkan lalu disentrifugasi dengan kecepatan 11000 rpm selama 1 menit dan dicuci menggunakan akuades sebanyak dua kali. Dikumpulkan padatan basah ke dalam cawan krusibel bertutup. Lalu dioven pada suhu 100°C hingga padatan mengering (± 3 jam). Setelah padatan kering, dipindahkan kedalam cawan krusibel dan dilakukan pemanasan menggunakan oven pada suhu 100°C , setelahnya dihaluskan menggunakan mortar dan alu serta dipanaskan menggunakan furnace pada suhu 400°C selama 2 jam. Padatan

ditimbang sebelum dan sesudah di furnace. Partikel CaO hasil sintesis diberi kode CaO NPs 10; CaO NPs 8; CaO NPs 5 yang menunjukkan variasi konsentrasi NaOH berturut-turut 1 M; 0,8 M; dan 0,5 M.

Persentase (%) *yield* sintesis nanopartikel CaO pada berbagai konsentrasi larutan NaOH dihitung menggunakan **Persamaan (12)**, dengan W_o sebagai berat nanopartikel CaO dalam gram sebelum dilakukan pemanasan menggunakan furnace dan W_t sebagai berat nanopartikel CaO dalam gram setelah dilakukan pemanasan menggunakan furnace.

$$\text{Yield (\%)} = \frac{W_o - W_t}{W_o} \times 100$$

(12)

3.5.2 Karakterisasi Nanopartikel CaO

3.5.2.1 XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristalinitas dari nanopartikel CaO. Karakterisasi ini dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi, Bandung dengan menggunakan instrumentasi *PANalytical Type X'Pert PRO Pw 3040/xo*. Adapun digunakan tegangan dan arus sebesar 30 kV dan 30 mA dengan panjang gelombang (λ) logam target Cu sebesar 1,54060 Å. Rentang difraksi yang akan digunakan adalah 10°-80° dengan ukuran langkah 0,05° dan waktu per langkah adalah 1 detik. Data difraksi akan didapatkan secara langsung dari komputer.

3.5.2.2 FTIR (Frontier Transform Infra-Red)

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung didalam sebuah sampel. Instrumentasi Shimadzu DTG 60H digunakan pada proses ini. Prinsip dari pengukuran FTIR adalah penyerapan radiasi inframerah oleh molekul berikatan yang menyebabkan vibrasi molekul. Sampel diuji dengan mencampurkan membran sebesar ±1 cm x 1 cm dan serbuk KBr, kemudian sampel diletakkan pada cetakan pelet KBr. Spektrum yang dihasilkan dari setiap material memiliki pola khas yang mengindikasikan gugus fungsi dan interaksi kimia yang diukur pada rentang bilangan gelombang 500 - 4000 cm⁻¹, dengan scanning rate 2 cm⁻¹/s. Identifikasi gugus fungsi dan pola interaksi prekursor dengan filler dilakukan pada rentang bilangan gelombang 4000 – 500 cm⁻¹.

3.5.2.3 SEM (Scanning Electron Microscopy)

Tahapan ini digunakan untuk mengetahui struktur dan morfologi dan nanopartikel CaO. Karakterisasi SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi, Bandung dengan menggunakan instrumentasi *JEOL JSM-6360*. Pada karakterisasi ini, perlu disiapkan sampel yang dianalisa dan direkatkan dengan *specimen holder*. Lalu *holder* tersebut dibersihkan dengan *hand blower*. Sampel yang sudah bersih dimasukkan ke dalam mesin *coating* untuk diberi lapisan tipis berupa gold-palladium selama empat menit sehingga menghasilkan lapisan dengan ketebalan 200-400Å. Setelahnya, sampel dimasukkan kedalam *specimen chamber* dan dilakukan pengamatan dengan perbesaran 5000x dan 10000x.

3.5.3 Studi Adsorpsi

Pada studi adsorpsi indigo carmine (IC) menggunakan nanopartikel CaO mengikuti prosedur Sree, dkk. (2020) dengan memvariasikan dosis adsorben, konsentrasi larutan adsorbat dan waktu kontak.

3.5.3.1 Variasi Dosis Adsorben

Padatan nanopartikel CaO NPs 10 dengan jumlah yang berbeda (10 mg, 20 mg, 30 mg, 40 mg) ditambahkan kedalam 20 mL larutan IC dengan konsentrasi 30 ppm. Campuran diaduk (1000 rpm) selama 60 menit di dalam botol kaca gelap. Suspensi yang dihasilkan disentrifugasi (11000 rpm) selama 1 menit dan dianalisis menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang maximum 322 nm. Pada studi ini, akan didapatkan persentase removal (%) larutan pewarna pada berbagai dosis yang ditunjukkan pada **Persamaan (13)**.

$$\text{Removal (\%)} = \frac{C_o - C_e}{C_o} \times 100 \quad (13)$$

C_o merupakan konsentrasi awal larutan indigo carmine (mg/L) dan C_e merupakan konsentrasi *equilibrium* larutan indigo carmine (mg/L).

3.6.2.1 Variasi Konsentrasi Larutan Adsorbat

Sebanyak 10 mg pewarna indigo carmine (IC) dilarutkan kedalam 100 mL aquades menghasilkan larutan stok indigo carmine (100 ppm). Pada eksperimen ini, 30 mg nanopartikel CaO NPs 10 akan ditambahkan kedalam 20 mL IC dengan

konsentrasi yang berbeda-beda: 10 ppm; 30 ppm; 50 ppm; 80 ppm. Pencampuran keduanya dilakukan pada botol kaca gelap dibawah pengadukan (1000 rpm) selama 60 menit menggunakan magnetic stirrer. Suspensi di sentrifugasi (11000 rpm) selama 1 menit dan dilakukan analisis menggunakan UV-Vis. Pada studi ini, akan didapatkan nilai Q_e (kapasitas adsorpsi *equilibrium* (mg/g)) yang dihitung menggunakan **Persamaan (14)** (Kurnia dkk., 2022):

$$Q_e = \frac{(C_o - C_e)V}{m} \quad (14)$$

V merupakan volume larutan indigo carmine yang dipakai (L) dan m adalah massa nanopartikel CaO yang dipakai (g).

3.6.2.3 Variasi Waktu Adsorpsi

Larutan IC (30 ppm) dimasukkan kedalam botol kaca gelap sebanyak 20 mL dan ditambahkan padatan nanopartikel CaO NPs 10 kedalamnya sebanyak 30 mg. Diaduk dengan magnetic stirer pada rentang waktu yang berbeda-beda: 10, 20, 30, 40, 50 menit. Interval waktu yang digunakan ialah 10 menit. Lalu, disentrifugasi dan dilakukan analisis UV-Vis. Pada studi ini, akan didapatkan nilai Q_t (kapasitas adsorpsi CaO pada waktu tertentu (mg/g)) yang dihitung menggunakan **Persamaan (15)** (Gupta & Bhattacharyya, 2011). Dengan C_t adalah konsentrasi larutan indigo carmine pada waktu tertentu (mg/L).

$$Q_t = \frac{(C_o - C_t)V}{m} \quad (15)$$