

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian sintesis zeolit berbasis FA yang dimodifikasi ZnO dan aplikasinya untuk adsorpsi antibiotik klindamisin berlangsung selama 5 bulan terhitung sejak tanggal 16 Maret – 18 Juli 2023 di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis yang dilakukan, yaitu *X-Ray Diffraction* (XRD) yang dilakukan di Greenlabs Office & Beyond Bld. A3 Cimanuk 6, Citarum, Bandung, analisis *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) yang dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

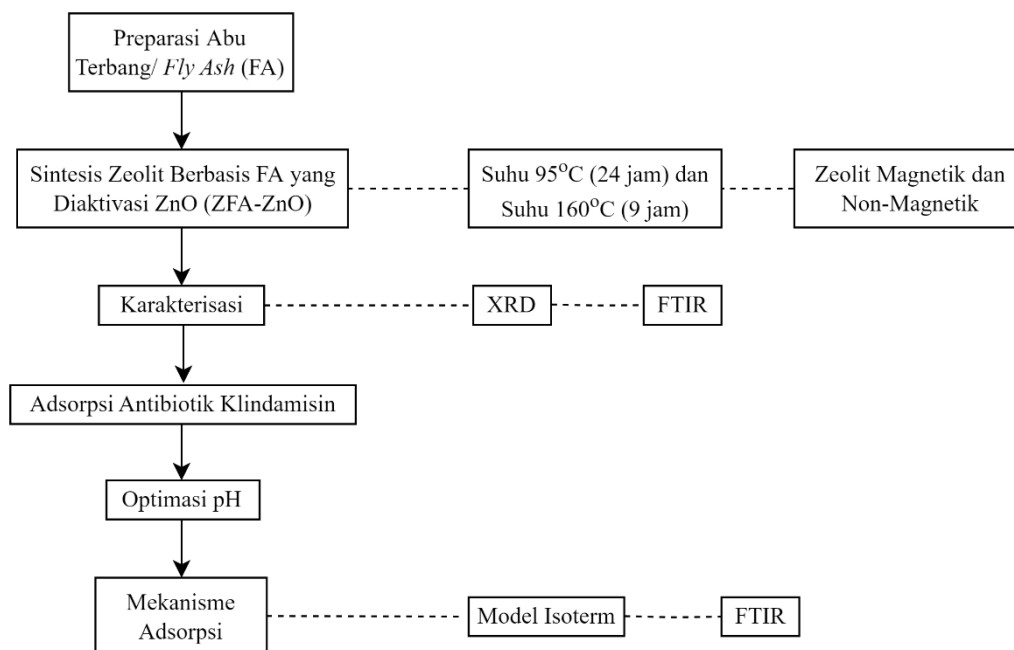
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, spatula, batang pengaduk, magnet neodimium, botol timbang, botol plastik HDPE 250 mL, gelas kimia (50, 100, 250, dan 500 mL), gelas ukur (10, 100, dan 500 mL), *magnetic stirrer* dengan *hot plate*, *magnetic stirrer retriever*, sentrifugator, tabung sentrifugasi, oven, cawan porselein, pH meter, pipet tetes, *autoclave* berlapis teflon, corong Buchner, labu erlenmeyer 100 mL, labu erlenmeyer untuk vakum 500 mL, labu ukur (100 dan 250 mL), alat *shaker*, perangkat XRD (Rigaku MiniFlex, USA), FTIR (Shimadzu 8400), dan UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel FA limbah batu bara industri tekstil, air deionisasi (DI) (OneMed, Indonesia), aquades, parafilm, asam klorida 37% (Merck, Jerman), seng asetat dihidrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan kemurnian 98%; Merck, Jerman), Natrium Hidroksida (NaOH dengan kemurnian 98%; Merck, Jerman), antibiotik klindamisin (Sigma-Aldrich), kertas saring Whatmann nomor 42 (GE Healthcare, USA), kertas timbang, dan kertas pH (Merck, Jerman).

3.3 Alur Penelitian

Metode penelitian diadopsi berdasarkan penelitian Rodwihok, Suwannakeaw, dkk. (2021) yang melakukan sintesis zeolit berbasis FA yang dimodifikasi ZnO dan aplikasinya terhadap adsorpsi zat warna metilen biru serta aktivitas mikroba. Alur penelitiannya dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Alur penelitian sintesis zeolit berbasis abu terbang yang dimodifikasi seng oksida untuk adsorpsi antibiotik klindamisin

3.4 Preparasi FA

FA sebanyak 50 gram dilarutkan di dalam 500 mL DI dan diaduk secara terus menerus (500 rpm) pada suhu 25°C selama 30 menit sehingga didapatkan larutan FA. Setelah itu, larutan FA dibersihkan dari komponen magnet dengan mencelupkan batang magnet neodimium yang dibungkus parafilm ke dalamnya. Batang magnet dibilas berulang kali dengan DI dan direndam kembali di dalam larutan FA sampai tidak ada lagi komponen magnet yang menempel pada batang. Larutan FA non-magnetik yang didapatkan disaring menggunakan corong Buchner sehingga didapatkan endapan fraksi FA non-magnetik yang kemudian dicuci tiga kali dengan DI dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 50°C selama 24 jam. Kemudian sebanyak 20 gram bubuk FA dicampurkan dengan 200 mL asam klorida (HCl) 5 M dan diaduk selama 2 jam (700 rpm). Selanjutnya dilakukan kembali penyaringan, pencucian menggunakan DI sebanyak tiga kali dengan corong

Jessica Veronica, 2023

SINTESIS ZEOLIT BERBASIS ABU TERBANG YANG DIMODIFIKASI SENG OKSIDA UNTUK ADSORPSI ANTIBIOTIK KLINDAMISIN

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Buchner dan pengeringan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 50°C sehingga didapatkan bubuk FA murni non-magnetik. Dilakukan prosedur yang sama tanpa proses penghilangan magnet untuk mendapatkan larutan FA magnetik.

3.5 Sintesis ZFA-ZnO

Sebanyak 3 gram bubuk FA murni non-magnetik dicampurkan dengan 3 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ di dalam 60 mL NaOH 3,5 M dibawah pengadukan (500 rpm) selama 20 menit. Setelah itu, dipindahkan ke *autoclave* berlapis teflon dan dilakukan proses *aging* selama 43 jam di suhu ruang. Larutan dipanaskan di dalam oven pada variasi suhu dan waktu, 160°C selama 9 jam dan 95°C selama 24 jam. Produk yang terbentuk dicuci sebanyak lima kali dengan DI menggunakan sentrifugator (4000 rpm, 10 menit) dan dikeringkan pada suhu 80°C selama 24 jam sehingga didapatkan ZFA-ZnO non-magnetik. Dilakukan prosedur yang sama menggunakan FA murni non-magnetik tanpa penambahan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ untuk mendapatkan ZFA non-magnetik dan menggunakan FA murni magnetik untuk mendapatkan ZFA magnetik serta ZFA-ZnO magnetik.

3.6 Karakterisasi

FA, ZFA, dan ZFA-ZnO ditentukan komposisi mineral dan struktur fasanya menggunakan XRD (Rigaku MiniFlex, USA). Setelah itu, gugus fungsi ZFA serta ZFA-ZnO sebelum dan sesudah pengujian adsorpsi terhadap antibiotik klindamisin dianalisis menggunakan instrumen FTIR (Shimadzu 8400).

Sebelum dilakukan karakterisasi terhadap sampel ZFA dan ZFA-ZnO sesudah pengujian adsorpsi, dilakukan preparasi terlebih dahulu. Kedua jenis zeolit dicuci terlebih dahulu menggunakan aquades dan disaring menggunakan corong Buchner. Setelah itu, dilakukan pengeringan di suhu 50°C selama satu jam sehingga didapatkan bubuk ZFA dan ZFA-ZnO kering.

3.7 Adsorpsi Antibiotik Klindamisin

Pengujian jenis ZFA dan ZFA-ZnO paling optimum dilakukan dengan metode adsorpsi *batch* terhadap antibiotik klindamisin. Dilakukan pengujian adsorpsi dengan menambahkan 20 mg masing-masing jenis ZFA dan ZFA-ZnO ke dalam 10 mL larutan antibiotik klindamisin 20 ppm. Diaduk larutan menggunakan *shaker* (150 rpm) selama 90 menit, dilakukan pemisahan menggunakan

sentrifugator (4000 rpm, 10 menit), dan dilakukan pengukuran konsentrasi awal serta akhir larutan menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 210 nm.

Dilakukan pengujian lebih lanjut untuk ZFA dan ZFA-ZnO paling optimum, yaitu optimasi pH dan isoterm adsorpsi. Adsorpsi untuk optimasi pH dilakukan dengan variasi pH 6, 9, dan 12,8 pada 10 mL larutan antibiotik klindamisin 20 ppm. Setelah itu, ditambahkan dengan 20 mg sampel ZFA dan ZFA-ZNO ke dalam masing-masing larutan dengan pengadukan *shaker* (150 rpm) selama 90 menit. Digunakan larutan NaOH dan HCl 0,1 M untuk pengaturan pH asam-basa larutan. Pengujian untuk menentukan isoterm adsorpsi dilakukan dengan membuat 10 mL larutan antibiotik klindamisin dengan variasi konsentrasi (20, 40, 60, 80, dan 100 ppm) dicampurkan dengan 20 mg ZFA dan ZFA-ZnO ke dalam masing-masing larutan seraya diaduk menggunakan *shaker* (150 rpm) selama 90 menit. Setelah itu setiap sampel optimasi pH maupun isoterm adsorpsi dipisahkan menggunakan sentrifugator (4000 rpm, 10 menit) dan dilakukan pengukuran konsentrasi awal serta akhir larutan menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 210 nm. Dilakukan juga pengukuran untuk kurva kalibrasi isoterm adsorpsi.

3.8 Prosedur Analisis Instrumen

3.8.1 Analisis Komposisi Fasa Kristal menggunakan XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi mineral dan struktur fasa yang dihasilkan dalam sampel FA, ZFA, dan ZFA-ZnO. Preparasi sampel dilakukan dengan menghaluskan sampai mencapai ukuran 200-100 mesh dan dimasukkan ke dalam holder secara merata untuk dilakukan analisis menggunakan instrumen XRD. Sampel di dalam instrumen dikenai dengan sinar-X sehingga akan terjadi difraksi dan analisis diukur dengan 2θ pada rentang 0-90°. Puncak-puncak yang didapatkan dari hasil analisis kemudian dicocokkan dengan *database* puncak zeolit Treacy & Higgins (2007) serta basis data dari web khusus zeolit, yaitu Baerlocher & McCusker (2013).

3.8.2 Analisis Gugus Fungsi menggunakan FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk menyelidiki gugus fungsi yang terkandung di dalam sampel. Preparasi sampel dilakukan dengan menambahkan KBr dengan

ZFA maupun ZFA-ZnO menggunakan perbandingan yang sama dan dihomogenkan dengan lumpang dan alu sebelum dicetak menjadi pelet. Sampel yang telah menjadi pelet kemudian dianalisis menggunakan instrumen FTIR.