

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 4 bulan terhitung sejak bulan Maret hingga bulan Juli 2023 di laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, UPI. Analisis yang dilakukan yaitu analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) yang dilakukan di Greenlabs. Analisis pengukuran hasil adsorpsi menggunakan Spektrofotometer UV-Vis yang dilakukan di laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, UPI.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

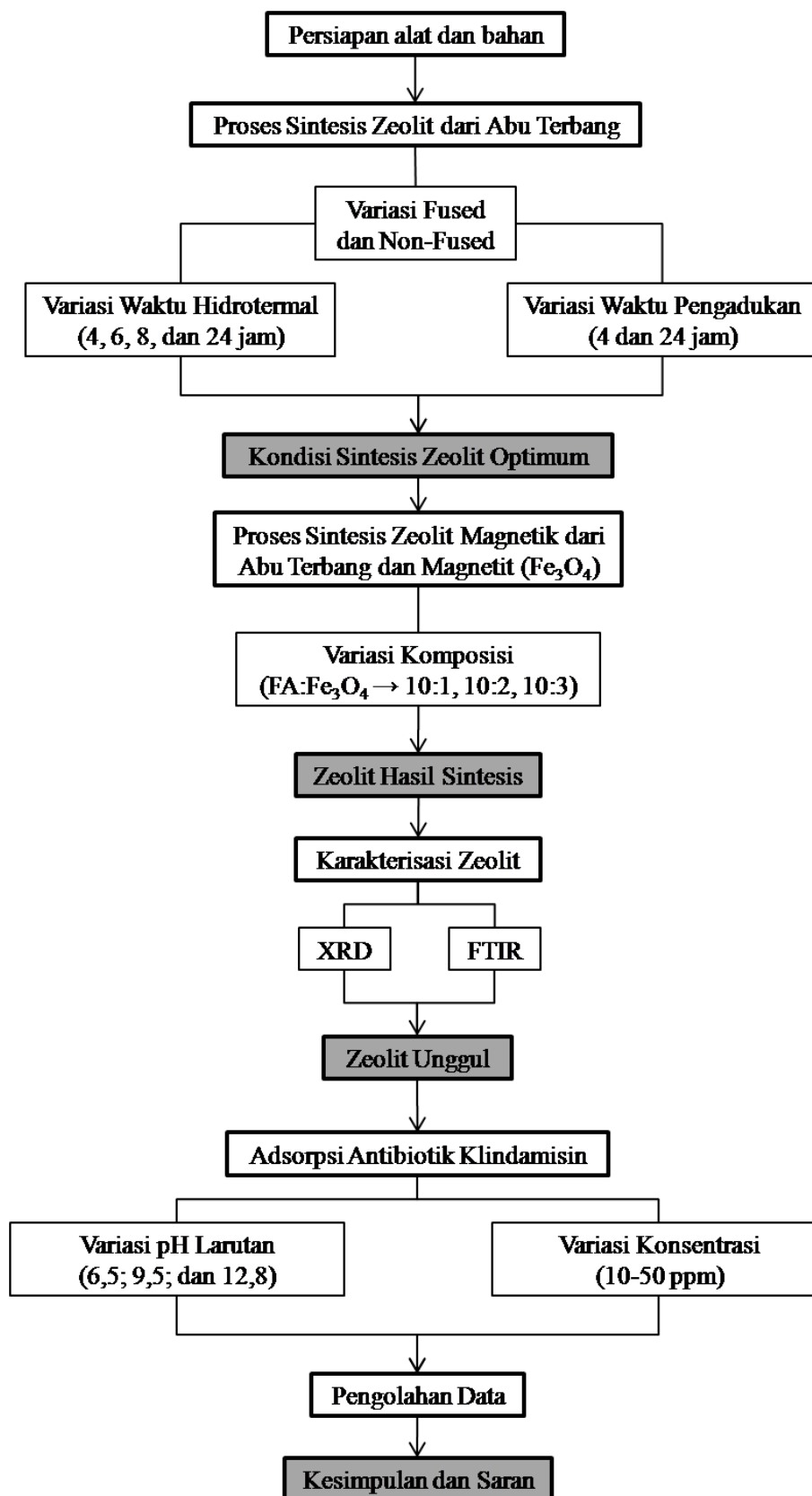
Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah gelas kimia (50 mL, 100 mL, 250 mL), batang pengaduk, spatula, pipet tetes, cawan krusibel, gelas ukur (10 mL, 100 mL), lumpang alu, labu Erlenmeyer vakum (250 mL), corong Buchner, tabung sentrifugasi, reaktor teflon *autoclave*, labu ukur (25 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL), corong gelas, pipet gondok (5 mL, 10 mL), mikropipet, labu erlenmeyer (100 mL), botol vial (10 mL), tabung plastik (20 mL, 200 mL), saringan 100 mesh, neraca analitik, *furnace*, magnetik *stirrer*, alat vakum, alat sentrifugasi, oven, alat *shaker*, pH meter, perangkat XRD, FTIR, dan Spektrofotometer UV-Vis.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah limbah abu terbang (FA) yang berasal dari industri tekstil di daerah Cimahi, pelet NaOH (Sigma Aldrich), nanopowder magnetit (Fe_3O_4) 50-100 nm (Sigma Aldrich), aquades, HCl (Merck), klindamisin HCl (Sigma Aldrich), kertas saring (Whatman no.42), kertas timbang, dan indikator pH universal (Merck).

3.3 Bagan Alir Penelitian

Alur penelitian pada studi ini dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Sintesis Zeolit

Sintesis zeolit dari limbah abu terbang dan modifikasinya menggunakan magnetit dilakukan dengan metode hidrotermal yang diadaptasi dari penelitian Wang *et al.*, (2019) dan Amodu *et al.*, (2015). Dalam percobaan sintesis zeolit dari limbah abu terbang dilakukan optimasi dengan memvariasikan beberapa parameter, diantaranya adalah perlakuan *fused* dan *non-fused* FA-NaOH, waktu pengadukan, dan waktu proses reaksi hidrotermal. Hal pertama yang dilakukan adalah menimbang 5 g FA dan 6 g NaOH. Pada perlakuan *fused*, FA dan NaOH dicampurkan dalam cawan krusibel kemudian diberikan perlakuan *fused* menggunakan *furnace* pada suhu 550 °C selama 1 jam. FA-NaOH yang telah diberi perlakuan *fused*, dihaluskan dan dilarutkan dengan 50 mL aquades. Sedangkan pada perlakuan *non-fused* FA dan NaOH langsung dilarutkan dengan 50 mL aquades. Proses pengadukan dilakukan dengan variasi waktu 4 dan 24 jam. Tahap selanjutnya adalah reaksi hidrotermal dalam reaktor teflon autoklaf pada suhu 95°C dengan variasi waktu 4, 5, 6, dan 24 jam. Padatan yang diperoleh kemudian dipisahkan dan dicuci dengan cara sentrifugasi sebanyak 5 kali. Diikuti dengan proses pengeringan pada suhu 80 °C selama 24 jam. Zeolit hasil sintesis selanjutnya akan dikarakterisasi dan akan dipilih zeolit dengan morfologi unggul yang kemudian digunakan untuk proses adsorpsi antibiotik klindamisin.

3.4.2 Sintesis Zeolit Magnetik

Sintesis zeolit magnetik dari limbah abu terbang dan magnetit dilakukan dengan menggunakan prosedur sintesis zeolit dengan hasil yang terbaik. Magnetit yang telah ditimbang akan dicampurkan dengan FA sebelum akhirnya digabung dengan NaOH dan aquades. Dilakukan variasi penambahan massa magnetit, yaitu sebesar 0,5 g, 1,0 g, dan 1,5 g. Zeolit magnetik hasil sintesis selanjutnya akan dikarakterisasi dan digunakan untuk proses adsorpsi antibiotik klindamisin.

3.4.3 Karakterisasi Zeolit

Zeolit hasil sintesis dan zeolit magnetik hasil modifikasi dikarakterisasi menggunakan *X-ray powder diffraction* (XRD) untuk analisis fasa kristal yang terbentuk, dan *spektrofotometer fourier-transform infrared* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi gugus/ikatan pada produk sintetis, serta menguji sifat

magnetiknya dengan cara menginteraksikan sampel dengan batang magnet neodmium.

3.4.3.1 XRD

Analisis XRD pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui komposisi fasa kristal yang terbentuk dalam sampel abu terbang dan zeolit hasil sintesis. Sampel yang akan diuji dihaluskan terlebih dahulu sampai ukuran 200-100 mesh. Setelah penghalusan, sampel dimasukkan pada holder secara merata kemudian siap dianalisis menggunakan alat XRD. Pada analisis XRD sampel dikenai sinar-X sehingga terjadi difraksi. Dalam analisisnya diukur nilai 2θ dari rentang 3-90. Puncak-puncak hasil analisis kemudian dicocokkan dengan data dari literatur Treacy & Higgins (2007) dan disesuaikan melalui website <http://www.iza-structure.org/databases/>. Analisis data XRD juga dilakukan menggunakan aplikasi Match3.

3.4.3.2 FTIR

Analisis FTIR pada penelitian ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi yang terkandung dalam sampel. Sampel abu terbang dan zeolit hasil sintesis dipreparasi dengan cara menambahkan KBr pada perbandingan yang sama dan dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu sampai akhirnya dicetak menjadi pelet. Setelah terbentuk pelet KBr, sampel dianalisis menggunakan instrumen FTIR.

3.4.4 Adsorpsi Antibiotik Klindamisin

Adsorpsi antibiotik klindamisin oleh zeolit hasil sintesis dilakukan dengan memasukan 20 mg zeolit ke dalam 10 mL larutan antibiotik klindamisin 20 ppm. Kemudian dikocok menggunakan *shaker* (150 rpm) selama 90 menit dan disentrifugasi untuk memisahkan adsorben dari larutan. Sisa konsentrasi antibiotik klindamisin dalam larutan diukur dan dibandingkan untuk mengetahui variasi zeolit magnetik terbaik. Variasi zeolit terbaik selanjutnya dilakukan percobaan optimasi pH dengan variasi pH 6,5, 9,5, dan 12,8. pH diatur dengan menambahkan larutan NaOH 0,1 M ke dalam larutan klindamisin.

Pengujian adsorpsi antibiotik klindamisin dilakukan dengan metode *batch* pada pH optimum. Sebanyak 20 mg zeolit dicampur dengan 10 mL larutan antibiotik klindamisin pada rentang konsentrasi 10–50 mg/L. Selanjutnya, tabung

Erlenmeyer dikocok menggunakan *shaker* dengan kecepatan 150 rpm pada suhu kamar selama 90 menit. Setelah kesetimbangan, adsorben dipisahkan dengan cara disentrifugasi dan ditentukan sisa konsentrasi antibiotik klindamisin dalam larutan.

3.4.5 Pengukuran Analisis Adsorpsi

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk melakukan analisis percobaan adsorpsi. Panjang gelombang yang dipilih untuk analisis adalah 205 nm sesuai dengan panjang gelombang maksimum antibiotik klindamisin. Kurva kalibrasi dibuat dengan mengukur lima larutan standar pada rentang konsentrasi larutan klindamisin antara 10-50 mg/L.