

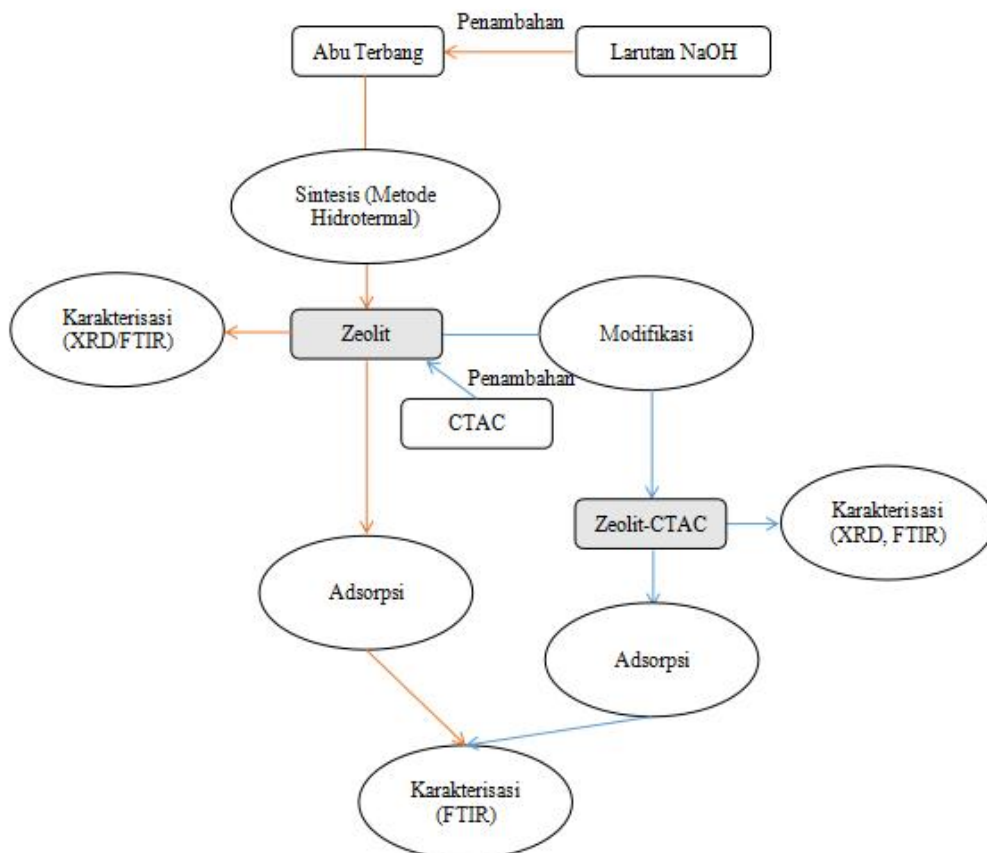
## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian modifikasi zeolit dari abu terbang batu bara dengan cetiltrimetilamonium klorida untuk adsorpsi antibiotik klindamisin dilaksanakan dari bulan Maret hingga Juli 2023. Lokasi penelitian ini yaitu di Laboratorium Riset Kimia Material, Program Studi Kimia, FPMIPA UPI. Analisis sampel yaitu X-ray Diffraction (XRD) dan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) dilakukan di Greenlabs Bandung.

### 3.2 Bagan Alir Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam empat tahapan besar yaitu sintesis zeolit, modifikasi dengan cetiltrimetilamonium klorida, karakterisasi zeolit sebelum dan setelah modifikasi, serta eksperimen adsorpsi antibiotik klindamisin. Alur penelitian disajikan dengan bagan alir pada **Gambar 3.1**.



**Gambar 3.1.** Bagan Alir Penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan

#### a. Alat

Alat-alat yang digunakan yaitu botol HDPE (200 mL), gelas kimia (50 dan 250 mL), labu Erlenmeyer (250 mL), labu ukur (25 mL, 50 mL, 100 mL, dan 250 mL), gelas ukur (10 dan 100 mL), spatula, pipet tetes, tabung sentrifugasi, cawan krus, botol vial, batang pengaduk, *micropipette*, neraca analitik, *hot plate*, *stirrer bar*, autoklaf PTFE, oven, sentrifugator, corong dan labu Buchner, alat vakum, *multimeter shaker*, pH meter, instrument XRD, FTIR, serta spektrometer UV-Vis.

#### b. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi abu terbang sebagai prekursor utama, NaOH sebagai aktivator, aquades sebagai pelarut, cetiltrimetilamonium klorida sebagai modifikator, kertas saring, kertas timbang, dan pH universal, antibiotik klindamisin sebagai adsorbat, serta HCl 0,1 M dan NaOH 0,1 M untuk mengatur pH.

### 3.4 Sintesis Zeolit

Metode sintesis diadaptasi dari penelitian oleh Bandura (2022). Abu terbang sebanyak 10 g dilarutkan dalam NaOH pada berbagai konsentrasi. Campuran kemudian dicampurkan dengan *magnetic stirrer* lalu dimasukkan ke autoklaf. Sintesis zeolit dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan kondisi seperti yang ditunjukkan oleh **Tabel 3.1**. Sampel kemudian difiltrasi dan dicuci dengan aquades. Padatan hasil pencucian dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 24 jam.

**Tabel 3.1.** Kondisi untuk Sintesis Zeolit

Variasi	Abu Terbang (g)	NaOH		Waktu (Jam)	Suhu Hidrotermal (°C)
		Konsentrasi (M)	Volume (mL)		
Z2	10	2	60	24	95
Z3	10	3	60	24	95
Z4	10	4	60	24	95

### 3.5 Modifikasi Zeolit

Zeolit ditambahkan pada larutan CTAC dengan beragam konsentrasi. Campuran kemudian dicampurkan dengan *shaker* dengan kecepatan 135 rpm selama 9 jam. Selanjutnya, dilakukan sentrifugasi dan pencucian dengan aquades sebanyak empat kali. Zeolit hasil modifikasi selanjutnya dikeringkan pada oven 80°C selama 24 jam (Garcia dan Garcia, 2021; Sun, dkk., 2016). Modifikasi zeolit dilakukan dengan beberapa variasi seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 3.2**.

**Tabel 3.2.** Kondisi untuk Modifikasi Zeolit

Variasi	Zeolit (g)	cetiltrimetilamonium klorida	
		Konsentrasi (M)	Volume (mL)
ZC3	1,5	3	4,5
ZC4	1,5	4	4,5
ZC5	10,5	5	4,5

### 3.6 Karakterisasi Zeolit

#### ✧ *X-Ray Diffractometry* (XRD)

Identifikasi fasa kristal pada sampel abu terbang, zeolit, dan zeolit modifikasi dilakukan dengan metode XRD. Sampel sebanyak 0,4 g disiapkan untuk analisis oleh difraktometer sinar-X pada rentang  $2\theta$  3–90° dengan kecepatan pemindai 10°/menit. Lampu tembaga Cu ( $\text{CuK}\alpha = 0,154178 \text{ nm}$ ) diaplikasikan sebagai sumber radiasi sinar-X.

#### ✧ *Fourier Transform Infrared* (FTIR) *Spectrophotometry*

Analisis gugus fungsi pada sampel abu terbang, zeolit, dan zeolit modifikasi dilakukan dengan metode spektrofotometri FTIR. Sampel sebanyak 0,1 g disiapkan untuk analisis dengan FTIR Bruker pada rentang bilangan gelombang 500-4000  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.7 Uji Adsorpsi Antibiotik klindamisin

#### A. Pengujian:

1. Pengaruh jenis zeolit (Z2, Z3, Z4, ZC3, ZC4, ZC5).
2. Pengaruh pH (3; 6; 9; 11; 12,5).

### 3. Pengaruh konsentrasi awal adsorbat (30, 50, 70, 90, 110 ppm).

#### B. Metode

Larutan induk 200 ppm dibuat dengan melarutkan sejumlah padatan klindamisin ke dalam aquades. Selanjutnya, deret standar disiapkan dengan pengenceran larutan induk klindamisin oleh aquades.

Pada proses adsorpsi, disiapkan labu Erlenmeyer 250 mL yang diisi larutan klindamisin 20 mL dan ditambahkan 50 mg adsorben. Campuran adsorben dan adsorbat diaduk dengan *shaker* pada kecepatan 135 rpm selama 90 menit. Dilakukan sentrifugasi pada 2500 rpm selama 10 menit setelah proses adsorpsi.

Eksperimen pertama dilakukan untuk mengetahui jenis sampel zeolit yang memiliki persentase adsorpsi paling baik. Selanjutnya, zeolit (sebelum dan sesudah modifikasi) dengan persentase adsorpsi paling baik digunakan untuk mengetahui pengaruh pH pada adsorpsi klindamisin. Pengaturan pH dilakukan dengan penambahan HCl 0,1 M dan NaOH 0,1 M. Lalu, dilakukan eksperimen pengaruh konsentrasi adsorbat untuk mengetahui tipe isoterm adsorpsinya.

Konsentrasi larutan klindamisin sebelum adsorpsi ( $C_0$ ) dan konsentrasi kesetimbangan ( $C_e$ ) diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 205 nm. Nilai kapasitas adsorpsi ( $q_e$ , satuan = mg/g) dan persentase penghilangan klindamisin dihitung dengan rumus berikut dan diplot.

$$R (\%) = \frac{100 (C_0 - C_e)}{C_0} \quad (12)$$

$$q_e = \frac{V (C_0 - C_e)}{m} \quad (13)$$

$C_0$  = konsentrasi awal klindamisin (mg/L)

$C_e$  = konsentrasi adsorbat saat kesetimbangan (mg/L)

$m$  = massa adsorben (g)

$V$  = volume adsorbat (L)

Zeolit yang telah digunakan untuk adsorpsi selanjutnya dikeringkan dan dianalisis dengan FTIR.