

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Proses sintesis zeolit, modifikasi, dan uji adsorpsi dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material, Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis sampel dengan XRD dilakukan menggunakan jasa karakterisasi Greenlabs Bandung, sedangkan analisis FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen, program studi Kimia, FPMIPA UPI. Penelitian dilaksanakan mulai bulan Maret hingga Agustus 2023.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah gelas kimia (50 mL, 250 mL, dan 500 mL), spatula, neraca analitik, pengaduk magnetik, batang pengaduk magnetik, gelas ukur (10 dan 100 mL), labu Erlenmeyer (250 mL) reaktor autoklaf hidrotermal, saringan 100 mesh, sarung tangan tahan panas, labu Büchner, corong Büchner, batang pengaduk, kaca arloji, botol sentrifugasi, pemusing, pH meter, cawan *crucible*, wadah sampel, oven, spektrofotometer Uv-Vis, dan desikator.

3.2.2 Bahan

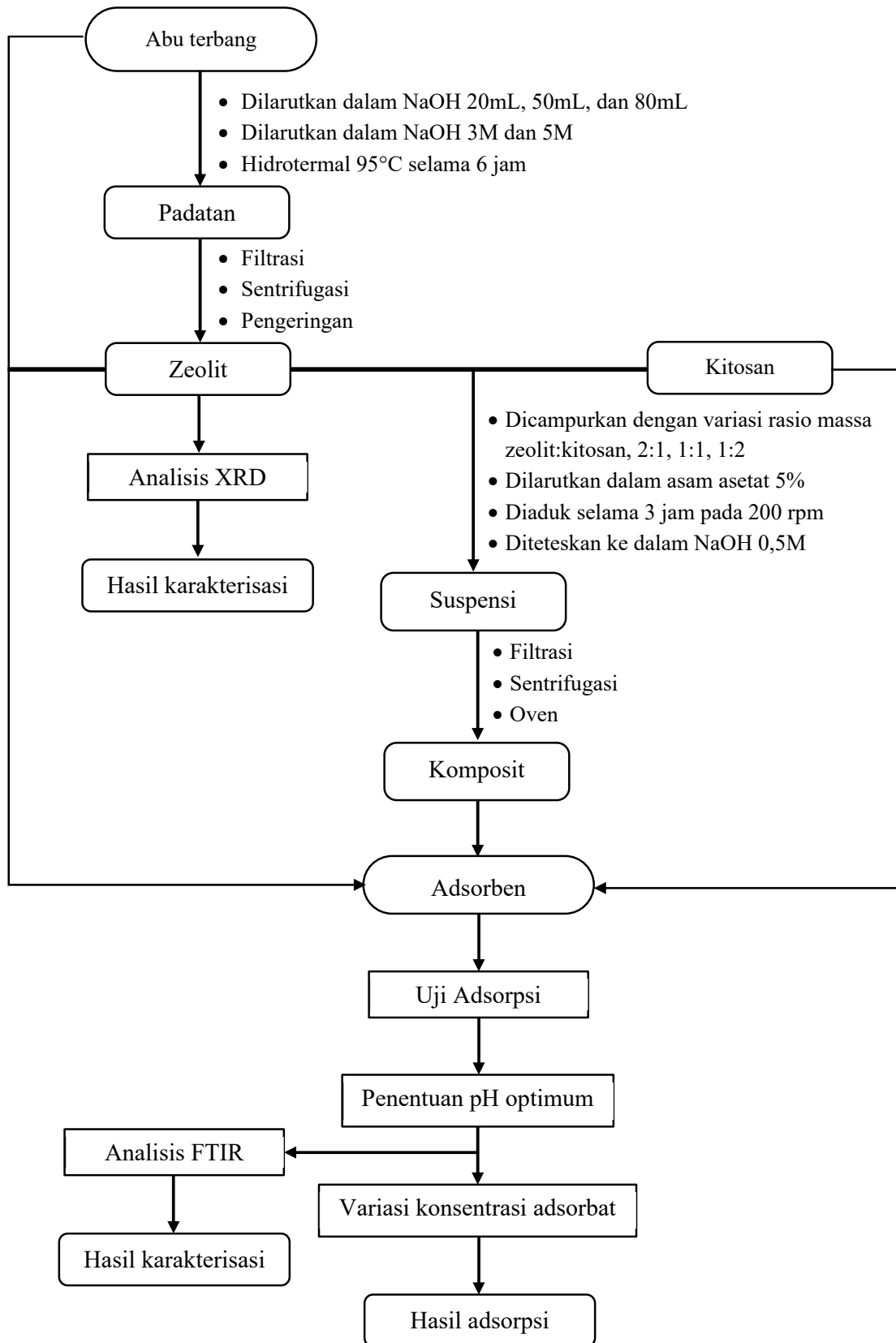
Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah abu terbang, natrium hidroksida (NaOH), akuades, kertas saring Whatman, kertas timbang, pH universal, asam asetat, kitosan, dan metil jingga, serta larutan HCl 0,1 M dan NaOH 0,1 M.

3.3 Tahapan Penelitian

Secara garis besar, penelitian terdiri dari 3 tahap, yaitu tahap sintesis zeolit dari abu terbang, modifikasi zeolit dengan kitosan, dan aplikasi adsorpsi. Tahapan penelitian dalam bentuk bagan alir ditunjukkan oleh **Gambar 3.1**.

3.3.1 Sintesis zeolit

Sintesis zeolit dilakukan menggunakan dua variasi, yaitu variasi volume NaOH dan variasi konsentrasi NaOH. Zeolit yang diperoleh dari variasi volume dikarakterisasi terlebih dahulu untuk mengetahui jenis zeolit yang terbentuk. Berdasarkan hasil karakterisasi yang diperoleh, prosedur sintesis zeolit dengan variasi rasio konsentrasi NaOH akan disesuaikan.



Gambar 3.1. Bagan alir penelitian.

SINTESIS ZEOLIT BERBASIS ABU TERBANG TERMODIFIKASI KITOSAN DAN APLIKASINYA PADA ADSORPSI PEWARNA METIL JINGGA

3.3.1.1 Variasi volume NaOH

Prosedur sintesis zeolit melibatkan dua tahap. Tahap pertama adalah pelarutan abu terbang dan tahap kedua merupakan sintesis zeolit secara hidrotermal. Sintesis zeolit dilakukan mengikuti prosedur Kobayashi *et al*, (2020) dengan sedikit modifikasi. Abu terbang sebanyak 1 g dicampurkan dengan NaOH 3M (MERCK) 20 mL, 50 mL, dan 80 mL sambil kemudian diaduk selama 4 jam pada suhu 50°C dengan kecepatan 300 rpm. Suspensi lalu dipanaskan secara hidrotermal menggunakan autoklaf pada suhu 95 °C selama 6 jam. Selanjutnya, suspensi disaring secara vakum dan residu dicuci beberapa kali dengan akuades lalu dikeringkan pada suhu 50 °C selama 24 jam dan disimpan dalam desikator sebelum dianalisis lebih lanjut. Setiap sampel diberi label ZFA 1:20, ZFA 1:50, ZFA 1:80 sesuai dengan volume NaOH yang digunakan selama sintesis.

3.3.1.2 Variasi rasio konsentrasi NaOH

Prosedur sintesis zeolit dengan variasi rasio konsentrasi NaOH dilakukan dengan cara yang sama seperti sebelumnya, tetapi dengan menggunakan variasi konsentrasi NaOH. Abu terbang sebanyak 4g dilarutkan dalam NaOH 3M dan 5M sambil diaduk selama 4 jam pada suhu 50°C dengan kecepatan 300 rpm. Suspensi yang diperoleh kemudian dipanaskan secara hidrotermal mengikuti prosedur sintesis zeolit yang telah dilakukan sebelumnya.

3.3.2 Modifikasi zeolit

Modifikasi zeolit dengan kitosan mengikuti penelitian yang telah dilakukan oleh de Araujo *et al*, (2023) dengan sedikit modifikasi. Komposit zeolit:kitosan dibuat dengan rasio 2:1, 1:1, dan 1:2. Kitosan dan zeolit dengan rasio yang telah ditentukan dilarutkan dalam 50 mL asam asetat (5% v/v) lalu diaduk selama 2 jam pada 200 rpm. Asam asetat 5% sebanyak 50 mL kemudian ditambahkan ke dalam suspensi sambil diaduk selama 1 jam. Suspensi kemudian diteteskan secara perlahan ke dalam wadah yang mengandung 125 mL NaOH 0,5 M sambil kemudian diaduk pada 400 rpm selama 3 jam. Endapan yang terbentuk kemudian disaring, dicuci dengan air untuk menghilangkan kelebihan NaOH, dan kemudian dikeringkan. Endapan yang diperoleh akan digunakan sebagai adsorben.

3.3.3 Uji Adsorpsi

Uji adsorpsi dilakukan untuk menentukan pH optimum dan konsentrasi adsorbat. Jumlah antibiotik yang diadsorpsi (Q_e , mg/g) dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$Q_e = \left(\frac{C_0 - C_e}{W} \right) V \quad (3.1)$$

dengan C_0 merupakan konsentrasi antibiotik awal (mg/L), C_e merupakan konsentrasi antibiotik akhir (mg/L), W merupakan massa adsorben yang digunakan (g), dan V merupakan volume larutan antibiotik (L).

Persentase penghilangan (R) antibiotik dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$R(\%) = \left(\frac{C_0 - C_e}{C_0} \right) 100 \quad (3.2)$$

3.3.3.1 Penentuan pH optimum

Percobaan penentuan pH optimum dilakukan pada suhu ruang dengan menambahkan 50 mg adsorben ke dalam 10 mL larutan antibiotik 25 mg/L pada pH 3, 6, dan 9. Pengaturan pH larutan dilakukan menggunakan larutan HCl 0,1 M dan NaOH 0,1 M. Setiap sampel diaduk pada 150 rpm selama 60 menit. Setelah adsorpsi, sampel disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm dan konsentrasi akhir larutan dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

3.3.3.2 Pengaruh konsentrasi awal adsorbat

Percobaan pengaruh konsentrasi awal adsorbat dilakukan pada suhu ruang dengan menambahkan 50 mg adsorben ke dalam 10 mL larutan antibiotik 10, 25, 50, 75, dan 100 mg/L. Sampel diaduk pada 150 rpm selama 60 menit menggunakan pH optimum. Setelah adsorpsi, sampel disentrifugasi dan konsentrasi akhir larutan antibiotik dianalisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.