

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian sintesis zeolit berbasis FA yang dimodifikasi ZnO dan Fe₃O₄ dan aplikasinya untuk adsorpsi antibiotik klindamisin dilakukan selama 6 bulan (Desember 2023 – Mei 2024). Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Greenlabs Office & Beyond Bld. A3 Cimanuk 6, Citarum, Bandung. Analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), Brunauer-Emmett-Teller (BET) dilakukan di laboratorium departemen kimia, FPMIPA, Universitas Kasetsart, Bangkok, Thailand. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) – *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS) dilakukan di Laboratorium Mikroskop Elektron, Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi, Institut Teknologi Bandung dan laboratorium fakultas teknik, Universitas Kasetsart, Bangkok, Thailand. Analisis zeta potensial *analyzer* dilakukan di Laboratorium Mikroskop Elektron, Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi, Institut Teknologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, spatula, batang pengaduk, batang magnet neodimium, botol timbang, botol plastik HDPE 250 mL, gelas kimia (100 dan 250 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, labu erlenmeyer 100 mL, labu ukur (100 dan 250 mL), *shaker*, perangkat XRD, XRF, FTIR, SEM, zeta potensial *analyzer*, BET, dan UV-Vis.

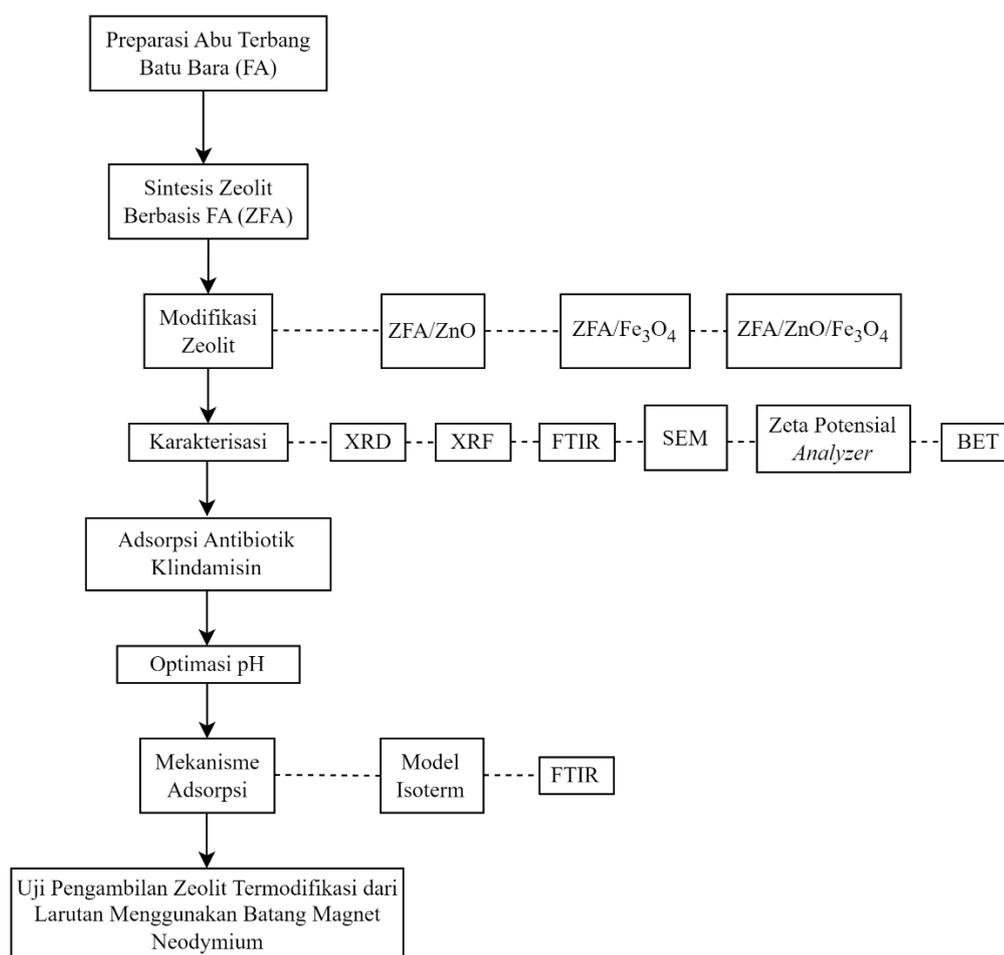
3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel FA limbah batu bara industri tekstil, air deionisasi (DI) (OneMed, Indonesia), aquades, nanopartikel magnetit (Fe₃O₄ dengan ukuran 50-100 nm; Sigma Aldrich), seng

oksida (ZnO; Merck, Jerman), Natrium Hidroksida (NaOH dengan kemurnian 98%; Merck, Jerman), asam klorida 37% (HCl; Merck, Jerman), asam nitrat (HNO₃; 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 Veronica (2023) dan Suryana (2023) yang melakukan sintesis zeolit berbasis FA yang masing-masing dimodifikasi dengan ZnO dan Fe₃O₄. Kedua penelitian tersebut menggunakan zeolit sebagai adsorben untuk mengadsorpsi antibiotik klindamisin. Alur penelitiannya dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Alur penelitian sintesis ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄ untuk adsorpsi antibiotik klindamisin

3.4 Preparasi FA

FA sebanyak 20 gram dicampurkan dengan 200 mL asam klorida (HCl) 5 M dan diaduk selama 2 jam (700 rpm). Setelah itu, dilakukan penyaringan menggunakan corong Buchner sehingga didapatkan endapan fraksi FA yang kemudian dicuci sebanyak tiga kali menggunakan DI dan dikeringkan di dalam oven selama 24 jam pada suhu 50°C sehingga didapatkan FA dengan oksida logam tidak berlebih.

3.5 Sintesis ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄

Sebanyak 3 gram bubuk FA dilarutkan 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 160°C selama 9 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 tanpa penambahan senyawa apapun.

Dilakukan prosedur yang sama untuk sintesis ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄. Penambahan ZnO untuk material ZFA/ZnO sebanyak 3 gram, untuk material ZFA/Fe₃O₄ digunakan Fe₃O₄ sebanyak 1,5 gram, dan untuk material ZFA/ZnO/Fe₃O₄ digunakan perbandingan rasio FA:ZnO:Fe₃O₄, yaitu 3:3:1,5.

3.6 Karakterisasi

FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄ ditentukan komposisi mineral dan struktur fasanya menggunakan XRD. Morfologi permukaan FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄ dengan hasil rasio terbaik, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄ dianalisis menggunakan instrumen SEM dan komposisi unsur FA dianalisis menggunakan EDS. Luas permukaan setiap sampel juga dianalisis menggunakan instrumen BET. Setelah itu, gugus fungsi FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄ dengan hasil rasio terbaik, ZFA/ZnO/Fe₃O₄ sebelum dan sesudah pengujian adsorpsi terhadap antibiotik klindamisin dianalisis menggunakan instrumen FTIR.

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

FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄ dengan hasil rasio terbaik, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄ kering.

3.7 Adsorpsi Antibiotik Klindamisin dan Pengujian Pengambilan Kembali Zeolit

Metode adsorpsi yang digunakan pada penelitian, yaitu *batch* terhadap antibiotik klindamisin. Analisis adsorpsi yang dilakukan terhadap sampel FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄, 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 ke dalam masing-masing larutan dengan pengadukan *shaker* (150 rpm) selama 90 menit. Digunakan larutan NaOH dan HNO₃ 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 sampel ke dalam masing-masing larutan dengan pengadukan 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. Pengujian pengambilan kembali zeolit dari larutan dilakukan dengan penarikan menggunakan batang magnet neodimium.

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, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄. 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 3-90°. 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 Komposisi Unsur Menggunakan XRF

Analisis XRF dilakukan untuk mengidentifikasi dan mengukur komposisi unsur yang terdapat di dalam sampel ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄. Preparasi sampel dilakukan dengan mengeringkan dan menghaluskan sampel (200 mesh) sampai menjadi partikel halus. Setelah itu, sampel yang telah halus dicampur dengan unsur pengikat untuk membentuk pelet padat dan dihaluskan permukaannya dengan alat pres hidrolik. Sampel selanjutnya dianalisis menggunakan instrumen XRF.

3.8.3 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk menyelidiki gugus fungsi yang terkandung di dalam sampel. Preparasi sampel dilakukan dengan menambahkan bubuk KBr dengan FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄ menggunakan perbandingan yang sama dan dihomogenkan dengan lumpang dan alu sebelum dicetak menjadi pelet. Sampel yang telah menjadi pelet kemudian dianalisis menggunakan instrumen FTIR pada bilangan gelombang 4000 – 400 cm⁻¹.

3.8.4 Analisis Morfologi Permukaan Menggunakan SEM-EDS

Analisis SEM dilakukan untuk menganalisis morfologi permukaan dari sampel FA, ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄ dengan resolusi yang sangat tinggi. Sampel dipreparasi terlebih dahulu dengan melapisinya menggunakan emas (Au) sebelum dimasukkan ke dalam instrumen SEM dan dilakukan pengamatan sampai dengan perbesaran 20.000x. Analisis menggunakan EDS dilakukan untuk menentukan komposisi unsur penyusun yang terkandung di dalam sampel FA sehingga didapatkan data kuantitatif yang memperlihatkan persentase masing-masing unsurnya.

3.8.5 Analisis Muatan Menggunakan Zeta Potensial Analyzer

Analisis zeta potensial dilakukan untuk menganalisis sifat muatan permukaan partikel dalam bentuk suspensi untuk sampel ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄. Preparasi dilakukan dengan mendispersikan sampel dalam jumlah sedikit dengan air deionisasi sebagai pelarutnya. Suspensi selanjutnya

disonikasi untuk memecah aglomerat dan dispersi partikel yang seragam. Setelah itu, sampel dimasukkan ke dalam zeta potensial *analyzer* dan dilakukan pengukuran medan listrik serta kecepatan partikel untuk menghitung potensi zetanya.

3.8.6 Analisis Luas Permukaan dan Volume Pori dengan Metode BET

Analisis BET dilakukan untuk menganalisis luas permukaan spesifik dan volume pori-pori dari sampel ZFA, ZFA/ZnO, ZFA/Fe₃O₄, dan ZFA/ZnO/Fe₃O₄. Preparasi sampel dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam tabung dan ditutup menggunakan mantel pemanas yang dihubungkan dengan bagian *degassing*. Proses *degassing* berlangsung selama 6 jam dengan suhu 150°C dan tekanan 145×10^{-5} torr menggunakan gas cair nitrogen (N₂). Tujuan dilakukan *degassing*, yaitu untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui pemanasan di dalam kondisi vakum. Analisis dilakukan dengan mengisi *container* pendingin menggunakan gas cair berupa N₂ dan karbon dioksida (CO₂) sebagai adsorbennya. Setelah itu, hasil yang diperoleh dihitung menggunakan persamaan Barret-Joyner-Halenda dan Saito Foley.