

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap ekstraksi, sintesis, karakterisasi dan pengujian kinerja fotokatalis ZnO NPs. Tahapan ekstraksi, sintesis dan pengujian aktivitas fotokatalis ZnO NPs dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan (Gedung FPMIPA B-UPI). Tahap karakterisasi meliputi uji FTIR, XRD, dan *Particle Size Analyzer*. Uji FTIR dan XRD dilakukan di Laboratorium Green Lab Indonesia, Uji *Particle Size Analyzer* dilakukan di Laboratorium Sub Kimia BRIN KST Samaun Samadikun. Adapun tahap uji kinerja fotokatalisis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Lingkungan (Gedung FPMIPA B-UPI) menggunakan set alat fotokatalis dan spektrofotometer UV-VIS. Seluruh penelitian ini dilakukan pada rentang waktu Februari - Juli 2024.

3.2. Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan adalah daun teh hijau kering, Zink Asetat Dihidrat ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), aquades, aquabides, etanol, katekin hidrat ($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_6 \cdot x\text{H}_2\text{O}$), dan tablet *amoxicillin trihydrate* 500 mg (Hexpharm). Semua bahan kimia yang digunakan kecuali aquades, aquabides, daun teh hijau dan amoksisilin merupakan bahan dengan *grade* PA (Merck).

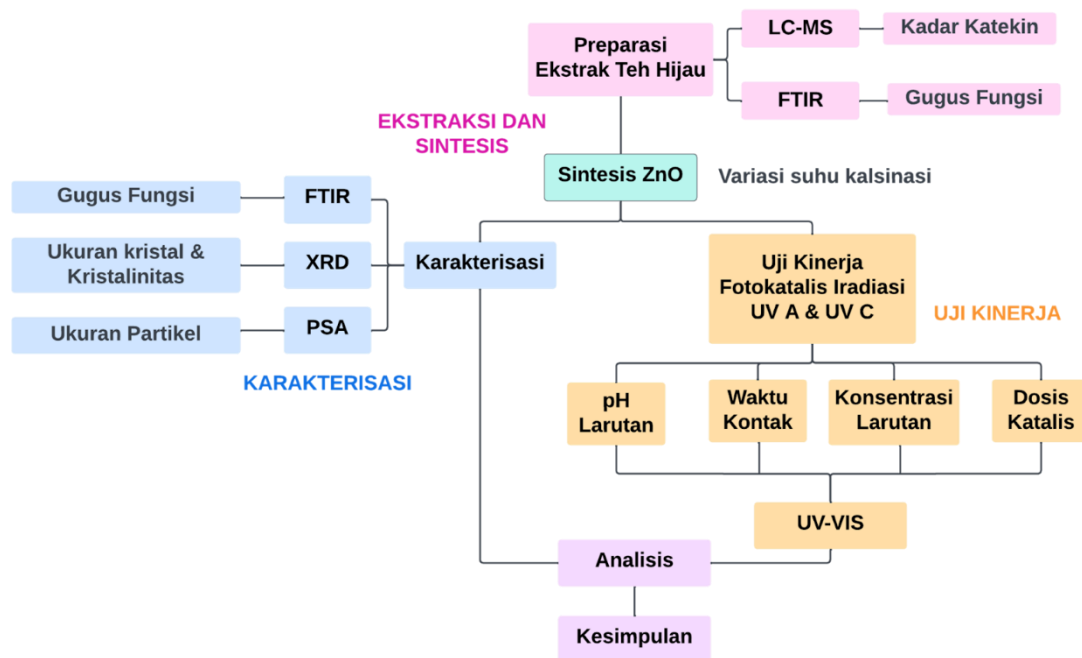
Alat-alat yang digunakan pada tahap sintesis dan uji kinerja meliputi, gelas kimia (50, 250, 400, dan 1000 mL), gelas ukur (50 dan 100 mL), botol vial kaca 25 mL, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, lumpang & alu, cawan krus, tang krus, botol semprot, *magnetic bar*, pipet tetes, mikropipet, neraca analitik, desikator, statif, klem, labu takar (10, 25, 50 dan 100 mL), *hotplate*, *rotary evaporator*, erlenmeyer vakum, corong buchner, kertas saring *whatmann*, tabung sentrifugasi, sentrifugasi, oven, *furnace*, dan set alat fotokatalis.

Instrumentasi yang digunakan untuk karakterisasi dan pengujian kinerja katalis meliputi *Fourier Transmission Infra-Red* (FT-IR) (Bruker ALPHA II), *X-Ray Diffraction* (XRD) (Bruker D8 Advance ECO), Spektrofotometer UV-VIS (Shimadzu

M1240), *Particle Size Analyzer* (Malvern Panalytical - Zetasizer Pro, dan LCMS (Merck-Hitachi L-6200A).

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap ekstraksi, sintesis, karakterisasi dan uji kinerja dengan metode fotokatalisis. Ekstraksi teh hijau dilakukan menggunakan metode maserasi. Pada tahap sintesis dilakukan preparasi bahan dan penentuan kondisi optimum sintesis ZnO NPs. Karakterisasi gugus fungsi, ukuran kristal, kristalinitas, dan ukuran partikel ZnO NPs dilakukan dengan menggunakan instrumen FTIR, XRD, dan *Particle Size Analyzer*. Pengujian kinerja katalis dilakukan dengan melakukan optimasi kondisi pH larutan, waktu penyinaran, konsentrasi limbah, dan dosis katalis serta jenis lampu UV (UV-A dan UV-C) pada degradasi zat amoksisilin yang digunakan. Alur penelitian secara keseluruhan tersaji pada Gambar 3.1



Gambar 3.1. Bagan Alir Penelitian

3.3.1. Ekstraksi Daun Teh Hijau

Daun teh hijau kering yang sudah dihaluskan ditimbang sebanyak 125 gram, lalu diekstraksi menggunakan etanol sebanyak 600 mL dengan metode maserasi selama 12 jam. Didiamkan di tempat yang terlindung dari cahaya selama 12 jam sambil

diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada kecepatan 300 rpm. Kemudian dipisahkan filtrat dan residu menggunakan corong buchner yang dilapisi kertas saring Whatman No. 1. Filtrat dikumpulkan dan pelarut diuapkan dengan rotavapor pada suhu 70 °C. Waktu pemekatan dilakukan selama 30 menit hingga volume ekstrak menyusut menjadi 100 ml (Ananthi et al., 2022)

3.3.2. Penentuan Kadar Senyawa Katekin dalam Ekstrak dengan Spektrofotometer LC-MS

Penentuan kadar katekin dalam ekstrak daun teh hijau mengacu pada penelitian (Abbas and Wink, 2014) dengan langkah sebagai berikut :

3.3.2.1. Pembuatan Seri Konsentrasi Standar

Ditimbang 1 mg katekin lalu dilarutkan dalam 10 mL etanol sehingga diperoleh larutan induk 100 ppm. Dibuat seri konsentrasi 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm, 8 ppm, dan 10 ppm dengan cara dipipet masing-masing sebanyak 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1 mL larutan induk lalu diencerkan dengan etanol dalam labu ukur 10 mL.

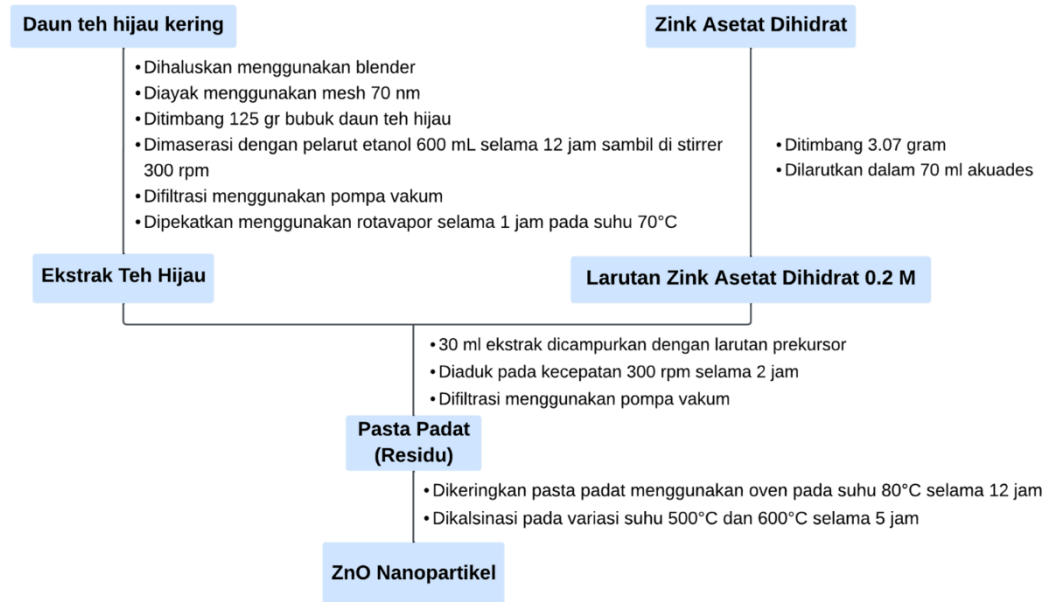
3.3.2.2. Penentuan Kadar Katekin

Ekstrak teh hijau diencerkan sebanyak 50x pengenceran menggunakan pelarut etanol. Sampel ekstrak teh hijau diukur dan persentase kadarnya dihitung berdasarkan metode kurva standar. Fase gerak yang digunakan adalah asam asetat encer 0,5 % dan asetonitril dengan laju alir 1 mL/menit pada suhu kamar. Sumber ionisasi digunakan ionisasi electrospray (ESI) dengan suhu interface 100°C dan suhu desolvasi 160°C dengan laju alir gas nebulizer 2,70L/menit, suhu blok pemanas: 400°C dan laju alir gas pengeringan 10,00 L/menit.

3.3.3. Sintesis ZnO dengan Metode *Green Synthesis*

Nanopartikel ZnO disintesis dari larutan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan menggunakan bioreduktor ekstrak daun teh hijau. Mula-mula dibuat larutan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan konsentrasi 0.2 M dengan cara ditimbang 3,073 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kemudian dilarutkan dalam 70 ml akuades, setelah larut sempurna kemudian ditambahkan 30 ml ekstrak daun teh hijau dan diaduk pada kecepatan 300 rpm selama 2 jam. Selanjutnya larutan difiltrasi menggunakan filtrasi

vakum dan diperoleh endapan berupa pasta padat. Pada tahap selanjutnya endapan yang diperoleh dikeringkan menggunakan oven pada suhu 80°C selama 12 jam. Setelah kering, diperoleh padatan kemudian digerus menggunakan lumpang dan alu, selanjutnya di kalsinasi menggunakan *furnace* pada variasi suhu 500°C, dan 600°C selama 5 jam dan diperoleh ZnO NPs.



Gambar 3.2. Tahap Sintesis ZnO NPs

3.3.4. Karakterisasi Nanopartikel ZnO

Pada tahap ini, dilakukan karakterisasi terhadap nanopartikel yang telah disintesis. Adapun karakterisasi dilakukan diantaranya:

3.3.4.1. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

Analisis FTIR dibutuhkan untuk memprediksi mekanisme pembentukan dari sampel yang diuji (Loutfy *et al.*, 2016). Pada penelitian ini, FTIR digunakan untuk mengetahui interaksi kimia yang berlangsung dan verifikasi keberhasilan sintesis nanopartikel ZnO. Sampel diukur dengan FTIR- Bruker ALPHA II pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹ dengan pelet KBr pada suhu kamar.

3.3.4.2. X-Ray Diffraction (XRD)

Pada penelitian ini, XRD digunakan untuk mengetahui kristalinitas dan ukuran kristal dari ZnO sintesis. Analisis XRD dilakukan setelah sampel telah dimasukkan ke dalam holder dengan bantuan kaca preparat untuk memastikan permukaan sampel rata dengan permukaan holder. Selanjutnya sampel dianalisis dengan instrumen XRD. Dalam analisisnya, digunakan XRD Bruker D- 8 Advanced Eco pada kisaran $2\theta = 20^\circ - 80^\circ$ dengan laju pemindaian $2^\circ/\text{menit}$ (radiasi $\text{Cu K}\alpha$, $\lambda = 0,15406 \text{ nm}$, 50 kV, 300 mA). Dari pola difraksi sinar-X yang diperoleh, dapat ditentukan *d-spacing* dan ukuran kristal menggunakan persamaan Bragg dan persamaan Scherrer.

3.3.4.3. Particle Size Analyzer

Particle Size Analyzer digunakan untuk mengetahui ukuran ZnO NPs hasil sintesis. ZnO NPs dipreparasi terlebih dahulu dengan cara mendispersikan 0.1 mg ZnO NPs ke 10 mL aquabides yang selanjutnya disonikasi selama 1 jam. Dispersi ZnO NPs kemudian dimasukkan ke dalam kuvet untuk dianalisis ukuran partikelnya. Ukuran partikel tersebut didapatkan berdasarkan *distribution by number*.

3.3.4.4. Spektrofotometer UV-VIS

Penentuan panjang gelombang absorpsi maksimum larutan amoksisilin dilakukan menggunakan spektrum absorbansi yang diperoleh dari spektrofotometer UV-Vis Shimadzu M1240 dengan rentang spektral 200 -800 nm. Larutan AMX ditentukan serapan maksimumnya yaitu pada panjang gelombang 272 nm. Pengujian sampel dilakukan dengan cara memasukkan akuades terlebih dahulu sebagai blanko ke dalam kuvet, dilanjutkan dengan sampel larutan limbah amoksisilin yang telah terdegradasi dan diukur pada panjang gelombang 272 nm.

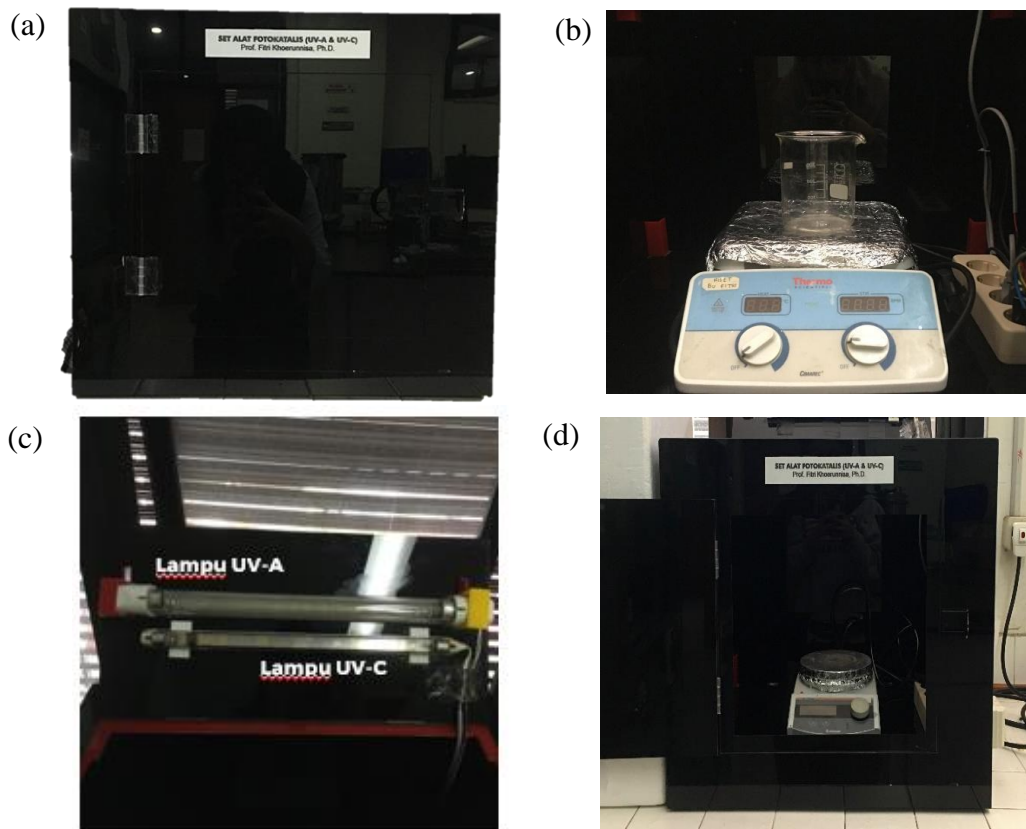
3.4. Uji Kinerja Fotokatalis

Pada uji kinerja fotokatalis amoksisilin (AMX) menggunakan nanopartikel ZnO mengikuti prosedur Sree, et al. (2020) dengan memvariasikan pH larutan, waktu penyinaran, konsentrasi larutan limbah, dan dosis katalis. Aktivitas fotokatalitik dari ZnO dievaluasi berdasarkan hasil degradasi amoksisilin (limbah model) menggunakan sinar UV A dan UV C pada suhu ruang (25°C). Mula-mula katalis ZnO hasil sintesis

ditimbang sesuai variasi dosis yang ditentukan. Kemudian katalis dicampurkan dengan larutan limbah amoksisilin dengan variasi konsentrasi yang sudah ditentukan dan diatur variasi pH nya. Kemudian larutan diradiasi pada sinar UV-A (315-400 nm) dan UV-C (100-280 nm) selama variasi waktu yang sudah ditentukan. Katalis yang ada dalam larutan lalu disentrifugasi dengan kecepatan 4000 rpm selama 10 menit. Larutan limbah yang telah terdegradasi lalu diukur menggunakan spektrofotometer UV-VIS dengan panjang gelombang 272 nm. Jumlah amoksisilin yang terdegradasi ditentukan dengan persamaan :

$$\%Degradas\ i = \frac{(C_o - C_t)}{C_o} \times 100 \quad (9)$$

Dalam persamaan di atas, C_o dan C_t masing-masing adalah konsentrasi awal dan akhir limbah amoksisilin. Set alat fotokatalitik tersaji pada **Gambar 3.3**



Gambar 3.3. Set alat fotokatalis tampak depan (a), tampak dalam (b), lampu UV-A dan UV-C (c), dan set alat utuh (d).

3.4.1. Variasi pH Larutan

Larutan AMX (100 ppm) dimasukkan kedalam gelas kimia sebanyak 100 mL dan diatur pH larutan pada variasi pH 3, 5, 7, 9, dan 11 menggunakan NaOH 1 N dan HCl 1 N. Kemudian ditambahkan padatan ZnO NPs kedalamnya sebanyak 6 mg. Diradiasi masing-masing sampel dengan sinar UV-A dan UV-C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 60 menit. Lalu, disentrifugasi (4000 rpm) selama 10 menit kemudian filtratnya dilakukan analisis UV-Vis pada panjang gelombang 272 nm.

3.4.2. Variasi Waktu Kontak Fotokatalis

Larutan AMX (100 ppm) dimasukkan kedalam gelas kimia sebanyak 100 mL dan ditambahkan padatan ZnO NPs kedalamnya sebanyak 6 mg dan diatur pH larutan pada pH 3 untuk iradiasi UV A, dan pH 9 untuk iradiasi UV C. Difotokatalisis masing-masing sampel dengan sinar UV A dan UV C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer* pada rentang waktu yang berbeda-beda: 30, 60, 90, 120, 150, 180 menit. Interval waktu yang digunakan adalah 30 menit. Lalu, disentrifugasi (4000 rpm) selama 10 menit dan filtratnya dilakukan analisis UV-Vis pada panjang gelombang 272 nm.

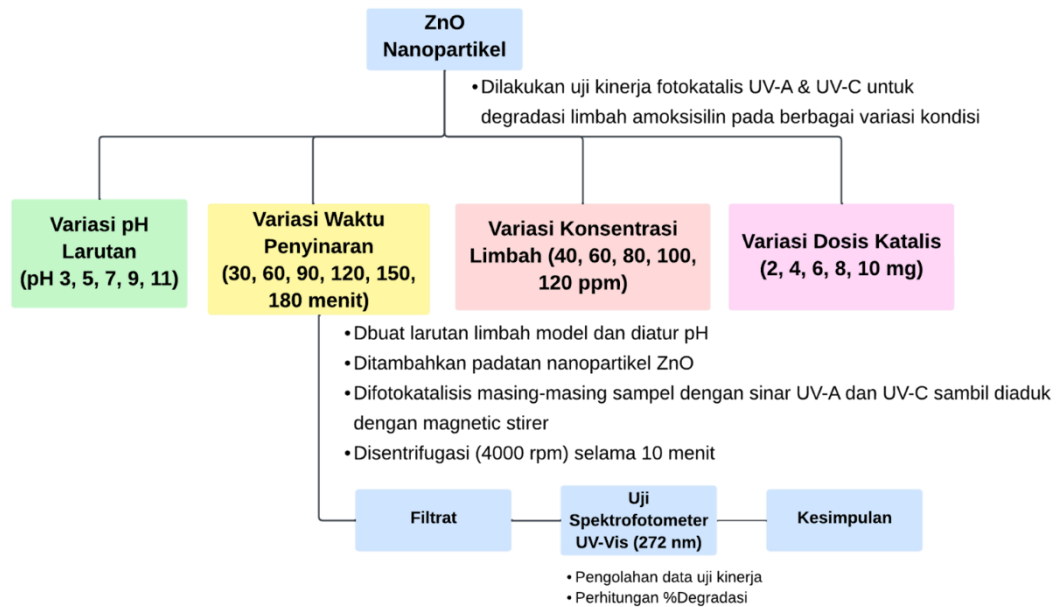
3.4.3. Variasi Konsentrasi Larutan Limbah

Sebanyak 6 mg ZnO NPs dilarutkan kedalam larutan limbah AMX 100 mL yang sudah diatur pada pH 3 dan pH 9 untuk UV A dan UV C pada konsentrasi yang berbeda-beda: 40 ppm; 60 ppm; 80 ppm; 100 ppm; 120 ppm. Kemudian masing-masing sampel diradiasi pada UV A selama 120 menit dan UV C selama 30 menit. Sampel di sentrifugasi (4000 rpm) selama 10 menit dan filtratnya dilakukan analisis menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang 272 nm

3.4.4. Variasi Dosis Katalis

Padatan ZnO NPs dengan jumlah yang berbeda (0 mg, 2 mg, 4 mg, 6 mg, 8 mg, dan 10 mg) ditambahkan kedalam 100 mL larutan AMX dengan konsentrasi 40 ppm untuk radiasi UV A dan konsentrasi 80 ppm untuk radiasi UV C. Campuran di fotokatalisis selama 120 menit untuk UV A dan 30 menit untuk UV C di dalam set alat fotokatalis. Suspensi yang dihasilkan disentrifugasi (4000 rpm) selama 10 menit dan

filtratnya dianalisis menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang maximum 272 nm.



Gambar 3.4. Tahap Uji Kinerja Fotokatalis