

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian ini terhitung dari perencanaan penelitian, pelaksanaan penelitian, hingga waktu penyusunan penelitian. Penelitian dilakukan pada bulan Februari 2025 hingga bulan Juli 2025. Penelitian dilakukan di Laboratorium Kimia 5 Badan Riset Nasional (BRIN) KST. Samaun Samadikun yang berlokasi di Jalan Sangkuriang, Dago, Bandung. Karakterisasi dilakukan di BRIN KST. Samaun Samadikun, Laboratorium Kimia BRIN KST. Bj Habibie (Serpong), Laboratorium Mineral Terpadu Lampung – BRIN, Laboratorium Karakterisasi Lanjut Kimia Maju – BRIN Tangerang, Lab Instrumentasi Universitas Islam Indonesia (Yogyakarta), dan Laboratorium Kimia Fisik Institut Teknologi Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

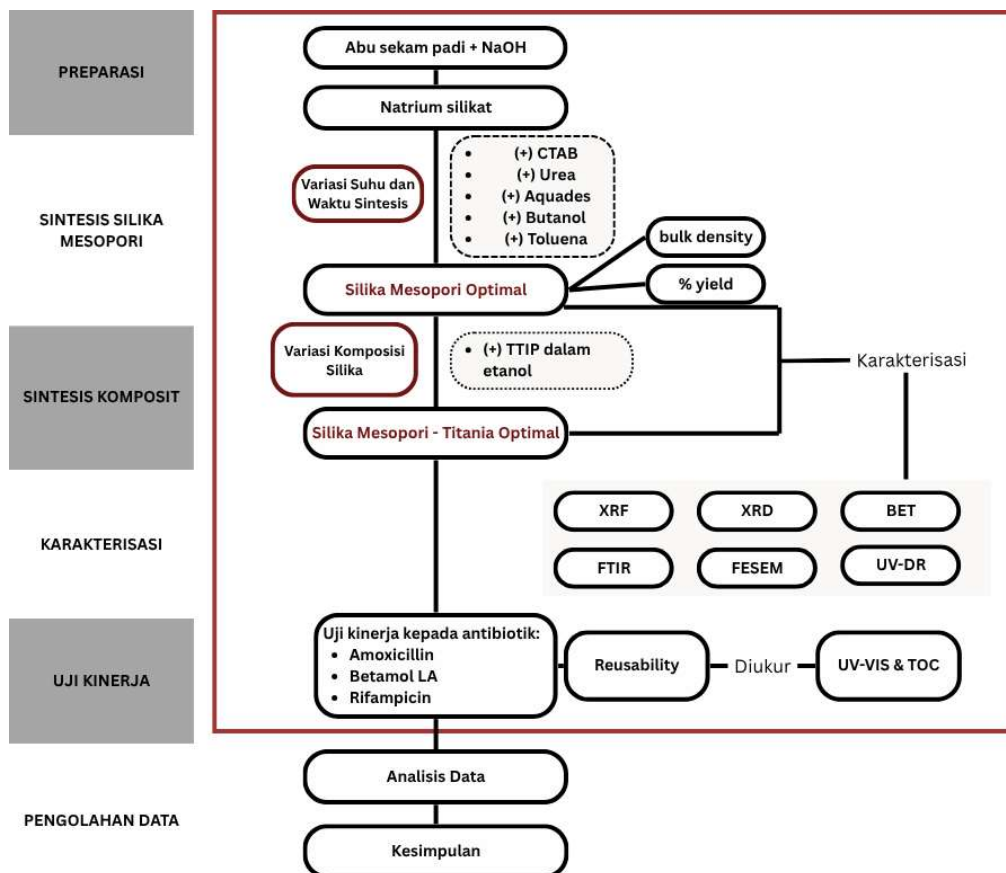
Alat-alat yang digunakan pada tahap preparasi abu sekam padi hingga uji kinerja adalah alat gelas yang mencakup gelas kimia (Pyrex); gelas ukur (Pyrex); labu ukur (Pyrex); kaca arloji. Kemudian timbangan analitik (Ohaus Adventurer Analytical), grinder, mesh 200, loyang, oven (Mettler), krus, tang krus, furnace (Nabertherm), botol semprot, pipet tetes, batang pengaduk, spatula, magnetic stirrer, termometer, hotplate dan stirrer (Thermo Scientific), corong kaca, penyangga corong, mikropipet (100–1000 μ l), tip, autoclave, corong buchner, pompa vakum beserta selang (Rocker 300), cawan porselen, lumpang dan alu, *cup* plastik, kertas pH universal (Merck), reaktor fotokatalisis, lampu UV-A (50W, 220V), botol kaca gelap ukuran 25 mL, botol gelap ukuran 50mL, 100mL, dan 250 mL, sonikator (Elmasonic S40H), kuvet kaca (Agilent), spektrofotometri UV-VIS (Agilent Cary 60). Alat yang digunakan untuk karakterisasi material adalah BET (Microtrac - SSA BELSORP MINI X), XRD (Bruker), FTIR (Bruker), XRF (Bruker S2 PUMA), FESEM (ThermoScientific Quatro S), UV-DR (Perkin Elmer), dan *TOC analyzer*.

3.2.2 Bahan

Sekam padi berasal dari Padalarang (Bandung-Indonesia), natrium hidroksida, urea, toluena, etanol, butanol, benzoquinone, tert-butanol, asam oksalat, asetonitril grade p.a dari Merck. Hexadecyltrimethylammonium bromide dan Titanium (IV) isopropoxide dari Sigmaaldrich, alkohol 96%, aseton teknis, TiO₂ (P25 Degussa), HCl 2M (Grade teknis, 32%), amoxicillin trihydrate (PT. Dankos Farma), rifampicin (rifantibi – PT. SANBE), Betamox LA (Norbrook Laboratories), kertas saring Whatman No. 42, dan aquabides (Water Purification System – Milipore / Miliq Advantage Alo) dipakai pada seluruh proses.

3.3 Diagram Alir

Gambar 3.1. menyajikan sistematika tahapan penelitian ini.



Gambar 3. 1. Bagan Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Abu Sekam Padi

Merujuk pada Yuliatun et al (2022) dengan modifikasi, sekam padi dicuci menggunakan air bersih kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 70°C selama 24 jam. Setelah itu, sekam padi dihaluskan menggunakan grinder dan diayak menggunakan mesh 200. Selanjutnya, dilakukan pembakaran dalam furnace pada suhu 700°C selama 5 jam. Sekam padi dan abu sekam padi dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui %SiO₂. Pengujian XRF dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Kimia Maju – BRIN Tangerang dengan merek instrumen adalah Bruker S2 PUMA, jenis pengujian semi kuantitatif, dan parameter yang diukur adalah elemen atau oksida.

3.4.2 Pembuatan Natrium Silikat

Merujuk pada Yuliatun et al (2022) dengan modifikasi, natrium silikat dibuat dengan cara mencampurkan abu sekam padi dengan larutan NaOH 2.5 M dalam gelas kimia berukuran 50mL. Perbandingan abu dengan larutan NaOH 2.5 M adalah 1:10. Abu dan Larutan NaOH yang sudah tercampur kemudian dipanaskan selama 1 jam pada suhu 80°C dengan kecepatan pengadukan 350 rpm. Kemudian disaring menggunakan kertas saring untuk mendapatkan natrium silikat.

3.4.3 Optimasi Sintesis Silika Mesopori

Merujuk pada penelitian Hasan et al. (2019) dengan beberapa modifikasi, sintesis silika mesopori dilakukan dengan metode solvothermal dengan pemanasan pada suhu dan tekanan tinggi menggunakan *autoclave*. Tahap pertama, formulasi sintesis silika mesopori dilakukan menggunakan 2 larutan utama yaitu larutan A (polar) dan larutan B (non-polar). larutan A (polar) berupa air sebagai pelarut (87-88% v/v), natrium silikat (12.5-13% v/v), CTAB sebagai surfaktan (2.5-2.6 % w/v), dan urea sebagai katalis (1.75-1.8 % w/v). Sedangkan, larutan B (non polar) berupa campuran antara toluena (95-96 % v/v) dan butanol (4.5-5 % v/v).

Selanjutnya, padatan putih tersebut dikeringkan pada suhu 80°C selama 3 jam. Akhirnya, template surfaktan dihilangkan dari bubuk putih dengan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam dalam *muffle furnace*. Dalam prosedur ini, optimasi waktu (4, 6, 12, dan 18 jam) dan suhu reaksi (80°C, 120°C, 160°C, dan 200°C) diselidiki merujuk pada penelitian (Xu et al., 2023) dengan beberapa modifikasi.

Setelah penghilangan template, dihitung *%yield* dari silika mesopori yang dihasilkan. Perhitungan *%yield* ditentukan dengan persamaan (3.1) dan sudah dinormalisasikan terhadap %natrium silikat.

$$\%yield = \frac{\text{massa silika mesopori hasil sintesis}}{\text{massa abu}} \times 100\% \quad (3.1)$$

3.4.4 Optimasi Sintesis Komposit Silika Mesopori-Titania

Merujuk pada penelitian Thongpool et al, (2021) dengan modifikasi, penyisipan TTIP ke dalam silika mesopori dilakukan dengan metode sol-gel. Pertama, sebanyak 2.9 mL TTIP dilarutkan dalam 16.5 mL etanol dalam gelas kimia 100 mL. Selanjutnya, silika mesopori (0.9 g, 0.6 g, 0.3 g, dan 0.15 g) ditambahkan ke dalam campuran dan diaduk dengan magnetik stirer pada suhu ruang. Selanjutnya, aquades ditambahkan ke dalam campuran dan diaduk kembali selama 45 menit. Setelah itu, HCl 2M secara sedikit demi sedikit ditambahkan ke dalam campuran menggunakan pipet tetes hingga pH campuran mencapai pH = 3 dan dibiarkan di suhu ruang selama 5 jam hingga mendapat gel. Gel kemudian dikeringkan pada suhu 80°C selama 24 jam dan dikalsinasi pada suhu 550°C selama 5 jam. Komposisi optimal komposit ditentukan berdasarkan kinerja yang paling tinggi dalam mendegradasi antibiotik amoxicillin 10 ppm, diukur menggunakan UV-VIS (prosedur uji kinerja dijelaskan pada bagian selanjutnya).

3.4.5 Optimasi Dosis Komposit Silika Mesopori-Titania

Dosis katalis (komposit optimal) ditentukan dengan cara menguji kinerjanya dalam mendegradasi antibiotik amoxicillin trihydrate (10 ppm). Variasi dosis digunakan untuk mendapatkan titik optimal konsentrasi katalis yang dimulai

dari 1 g/L . Dosis optimal tersebut yang selanjutnya digunakan dalam uji kinerja pada setiap antibiotik (prosedur uji kinerja dijelaskan selanjutnya)

3.4.6 Karakterisasi

3.4.6.1 XRF

Pengujian XRF bertujuan untuk mengetahui unsur atau komponen dalam material. Pengukuran dilakukan di Laboratorium Kimia – BRIN Serpong. Pengukuran dilakukan menggunakan instrumen XRF (Bruker S2 PUMA). Kondisi pengukuran jenis pengujian semi kuantitatif dan parameter elemen atau oksida.

3.4.6.2 XRD

Pengukuran XRD (X-ray Diffraction) bertujuan untuk mengetahui kristalinitas masing-masing material. Pengukuran dilakukan di Laboratorium Karakterisasi Lanjut Bandung – BRIN. Pengukuran silika mesopori dan komposit dilakukan menggunakan instrumen XRD (D8 Advance Bruker), *Bragg-Brentano Diffraction* dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$, *K α wavelength* 1.54060Å, *voltage current* 40 kV/25 mA, *detector* Lynxeye-t, *goniometer radius* 200.5 mm, *2 θ range* 4-90°, *step size* 0.02°, *time/step* 0.2, dan *optics divergence slit* 0.80 mm. Kondisi berbeda untuk komposit yaitu, *goniometer radius* 280 mm, *2 θ range* 10-90° dan *optics divergence slit* 1.00.

3.4.6.3 Fisisorpsi N₂ Silika Mesopori

Pengukuran fisisorpsi N₂ bertujuan untuk mengetahui sifat tekstural material yang meliputi luas permukaan spesifik, diameter pori, dan volume pori. Pengukuran dilakukan menggunakan instrumen BELSORP-miniX. *Manifold temperature* 19.843°C, *adsorption temperature* 77.35K, dan tekanan uap jenuh 93.962 kPa. Sebelum dianalisis, silika mesopori dan komposit dihilangkan gasnya pada suhu 300 °C, selama 3 jam. Adapun nilai luas permukaan spesifik diperoleh menggunakan metode BET. Sementara itu, distribusi ukuran pori diperoleh menggunakan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) berdasarkan data desorpsi.

3.4.6.4 FESEM

Karakterisasi dilakukan di Laboratorium Mineral Terpadu Lampung – BRIN. Sebelum pengukuran dilakukan, sampel silika dilapisi dengan emas untuk meningkatkan konduktivitas. Pengukuran Menggunakan Scanning Electron Microscope merek ThermoScientific Quatro S dengan tegangan (*accelerating voltage*) sebesar 30 kV dan jarak kerja 8,8 mm. Perbesaran yang digunakan adalah 50.000, 100.000, 250.000, 350.000, dan 500.000. Untuk komposit kondisi pengukurannya yaitu tegangan (*accelerating voltage*) sebesar 30 kV dan jarak kerja 9.1 mm. Perbesaran yang digunakan adalah 50.000, 100.000, 250.000, 350.000, dan 500.000 kali dengan sinyal elektron sekunder.

3.4.6.5 FTIR

Pengukuran FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi. Pengukuran dilakukan di Laboratorium Farmasi – LAPTIA BRIN, Serpong. Metode pengukuran menggunakan *Attenuated Total Reflectance (ATR)* dengan spektrum pada bilangan gelombang 4000 – 500 cm^{-1} . Sampel yang diukur adalah silika mesopori dan komposit.

3.4.6.6 UV-Vis DRS

Pengukuran UV-Vis DRS dilakukan untuk menganalisis sifat optik dan mengetahui besar energi celah pita pada material. Pengukuran dilakukan di Lab Instrumentasi, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta. Merek instrumen UV-DR adalah Perkin Elmer dengan kondisi pengukuran yaitu panjang gelombang sebesar 200–800 nm, *width* 1 nm, waktu integrasi 1 detik, dan data interval 1 nm.

3.4.7 Uji Kinerja Komposit Silika Mesopori-Titania terhadap Limbah Antibiotik

3.4.7.1 Membuat Larutan Standar setiap Antibiotik

1) Membuat Larutan Deret Standar Amoxicillin Trihydrate

Dalam satu kaplet mengandung 500 mg Amoxicillin Trihydrate (AMX). Larutan AMX 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 25 mg AMX yang sudah

halus ke dalam aquades 20 mL dalam gelas kimia (50mL), kemudian dihomogenkan menggunakan ultrasonikator selama 15 menit (de Moraes et al., 2022). Setelah itu larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL dan ditandabatkan menggunakan aquades. Selanjutnya, larutan deret standar AMX dibuat 5 seri yang terdiri dari larutan AMX 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm. Larutan deret ini diukur menggunakan spektrofotometer UV-VIS untuk mengetahui absorbansi tiap larutan deret, kemudian dibuat kurva standar untuk mendapatkan persamaan garis yang digunakan dalam penentuan konsentrasi larutan hasil degradasi nanti.

2) Membuat Larutan Deret Standar Betamox L.A

Larutan baku 100 ppm dibuat dengan cara mencampurkan Betamox L.A (mengandung AMX 150.000 ppm) sebanyak 0.167 mL ke dalam labu ukur 250mL lalu ditandabatkan dengan aquades. Selanjutnya, larutan deret standar Betamox L.A 5, 10, 15, 20, 25, 30, dan 35 ppm dibuat untuk mendapatkan kurva standar. Persamaan yang diperoleh dari kurva standar digunakan untuk penentuan konsentrasi larutan hasil degradasi nanti.

3) Membuat Larutan Deret Standar Rifampicin

Dalam satu kaplet mengandung 450 mg Rifampicin (RMP). Larutan RMP 100 ppm dibuat dengan cara melarutkan 25 mg RMP yang sudah halus ke dalam aquades 20 mL dalam gelas kimia (50 mL) kemudian dihomogenkan menggunakan ultrasonikator selama 15 menit (de Moraes et al., 2022). Setelah itu larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL dan ditandabatkan menggunakan aquades. Selanjutnya, larutan deret standar RMP dibuat 5 seri yang terdiri dari larutan RMP 5, 10, 15, 20, dan 25 ppm. Larutan deret ini diukur menggunakan spektrofotometer UV-VIS untuk mengetahui absorbansi tiap larutan deret, kemudian dibuat kurva standar untuk mendapatkan persamaan garis yang digunakan dalam penentuan konsentrasi larutan hasil degradasi nanti.

3.4.7.2 Studi Gelap Adsorpsi/Desorpsi

Aktivitas adsorpsi material diuji terhadap adsorpsi antibiotik. Konsentrasi katalis (komposisi optimal) yang digunakan adalah sebanyak 1 g/L. Katalis

didispersikan dalam larutan antibiotik (10 ppm). Campuran diaduk menggunakan stirer dengan kecepatan 200 rpm dalam gelap. Setiap 15 menit, campuran disentrifugasi dan dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.4.7.3 Proses Degradasi Antibiotik dengan Sinar UV

Aktivitas fotokatalisis material diuji terhadap fotodegradasi antibiotik. Dosis katalis optimal yang telah didapatkan melalui optimasi dosis katalis (g/L) didispersikan dalam larutan amoxicillin (10 ppm) (Fauzi et al. 2020). Campuran diaduk menggunakan stirer dengan kecepatan 200 rpm dalam gelap untuk mencapai kesetimbangan adsorpsi/desorpsi. Lalu, campuran diiradiasi menggunakan lampu UV-A (365 nm) 50 watt dengan pengadukan konstan. Setiap 30 menit, campuran disentrifugasi dan dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Kinerja dalam mendegradasi antibiotik amoxicillin menggunakan katalis SiO₂/TiO₂ dibandingkan dengan kinerja degradasi amoxicillin menggunakan silika mesopori setelah kalsinasi dan TiO₂ P25 Degussa. Setelah itu, aktivitas fotodegradasi dari antibiotik Betamox L.A dan rifampicin diselidiki dengan menggunakan keadaan yang sama seperti saat mendegradasi antibiotik amoxicillin. Penentuan % degradasi fotokatalisis ditentukan dengan **Persamaan 3.2**:

$$\% \text{ Degradasi} = \frac{C_t - C_0}{C_0} \times 100\% \quad (3.2)$$

Dengan C_t adalah konsentrasi pada waktu tertentu dan C_0 adalah konsentrasi awal sampel.

3.4.7.4 Uji Scavenger

Uji scavenger dilakukan dalam larutan antibiotik amoxicillin dan rifampicin 10 ppm dibawah sinar UV. Untuk mengetahui peran spesies reaktif oksigen (ROS) dalam mekanisme degradasi, ke dalam larutan ditambahkan masing-masing 1 mL senyawa penjebak (scavenger), yaitu tert-butanol 0.05 M untuk menangkap radikal hidroksil ($\bullet\text{OH}$), benzoquinone 0.05 M untuk menangkap radikal superoksida ($\text{O}_2\bullet^-$), asam oksalat 0.05 M untuk menangkap lubang (h^+), dan asetonitril 0.05 M untuk menangkap e^- . Uji degradasi dilakukan secara terpisah untuk masing-masing scavenger. Sampel diambil diakhir iradiasi, kemudian

dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Perbandingan efisiensi degradasi dengan dan tanpa penambahan scavenger digunakan untuk mengidentifikasi spesies ROS yang paling berperan dalam sistem fotokatalitik yang digunakan.

3.4.7.5 Kinetika Fotokatalis

Kinetika dari setiap variasi katalis dan antibiotik diselidiki dan ditentukan orde reaksinya. Kinetika fotodegradasi ditentukan dengan menggunakan model kinetika orde pertama, seperti yang dijelaskan pada **Persamaan 3.3** di bawah ini:

$$\ln \frac{C_t}{C_0} = -kt \quad (3.3)$$

dengan k adalah konstanta laju. Konstanta laju dapat ditentukan dengan melakukan plot $\ln (C_t/C_0)$ dengan t . Gradien plot linier sama dengan $-k$.

3.4.7.6 Penggunaan Kembali Katalis

Kinerja katalis berikutnya yaitu penggunaan kembali katalis. Dilakukan dengan cara memisahkan katalis dari sisa limbah, kemudian katalis dibilas menggunakan aquades sebanyak satu kali, lalu dikeringkan pada suhu 80°C. Katalis yang sudah digunakan dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk melihat perubahan yang terjadi pada permukaan katalis terkait gugus fungsi. Lalu, larutan antibiotik sebelum dan sesudah diiradiasi (menggunakan katalis yang sudah dipakai berulang) diuji mineralisasi dengan analisis TOC untuk mengetahui kandungan karbon total didalamnya.