

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 5 bulan, terhitung sejak bulan Februari hingga bulan Juli 2025 di Laboratorium Riset Kimia Material Program Studi Kimia, FPMIPA UPI. Pengukuran hasil adsorpsi dilakukan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis di Laboratorium Riset Kimia Material Program Studi Kimia, FPMIPA UPI. Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan FTIR dilakukan di Greenlabs. Karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM-EDS) dan Zeta Potensial dilakukan di Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi Institut Teknologi Bandung (PPNN ITB).

3.2 Alat dan Bahan

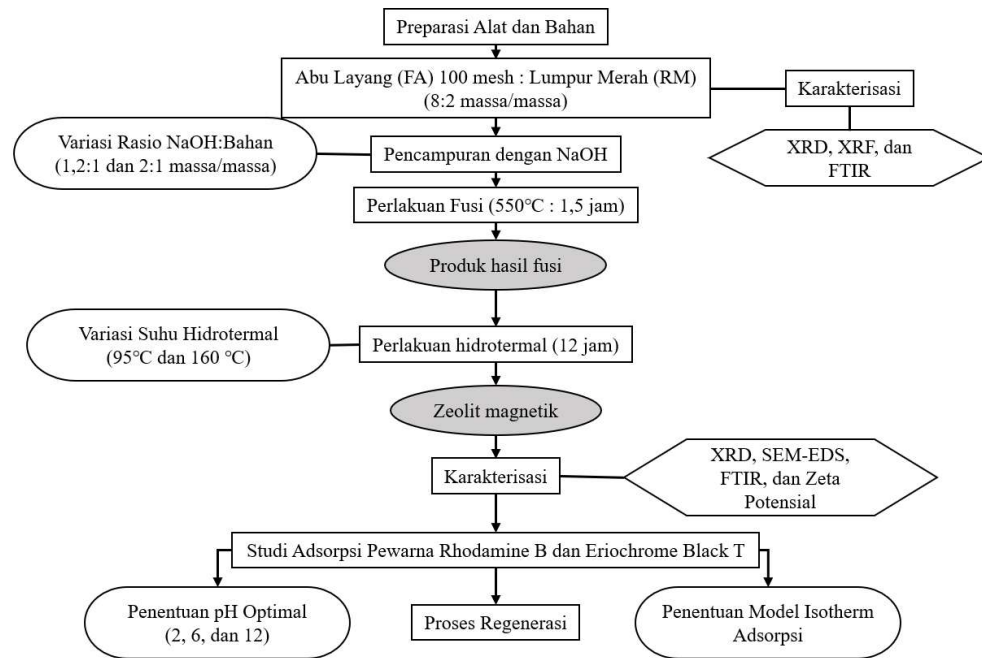
3.2.1. Alat

Pada penelitian ini digunakan beberapa alat diantaranya gelas kimia (50, 250, dan 500 mL), spatula, pipet tetes, neraca analitik, pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), batang pengaduk, gelas ukur (10 dan 100 mL), labu erlenmeyer (250 mL), reactor autoklaf hidrotermal, saringan (100 mesh), sarung tangan tahan panas, labu erlenmeyer vakum, corong Büchner, kaca arloji, botol sentrifugasi, magnet neodimium, pH meter, cawan *crucible*, wadah sampel, oven, tanur (*furnace*), sentrifugator, *shaker*, desikator, spektrofotometer Uv-Vis, perangkat XRD, XRF, SEM-EDS, *Zeta Potential Analyzer*, dan FTIR.

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya abu layang batubara yang berasal dari industri tekstil di daerah Cimahi, Jawa Barat, lumpur merah yang berasal dari PT. Borneo Alumina Indonesia di Kalimantan Barat, natrium hidroksida (NaOH), pewarna *Eriochrome Black T*, pewarna *Rhodamine B*, aquades, NaCl, HCl 0,1 M, dan NaOH 0,1 M.

3.3 Bagan Alir Penelitian



Gambar 3. 1. Bagan Alir Penelitian

3.4 Metode penelitian

3.4.1. Preparasi Bahan

Abu layang dan lumpur merah sebagai bahan baku utama dipersiapkan. Proses pengeringan dilakukan pada abu layang dan lumpur merah menggunakan oven pada suhu 100-105°C selama 3x4 jam untuk menghilangkan kadar air.

3.4.2. Sintesis Zeolit Magnetik

Zeolit berbasis abu layang batu bara disintesis dengan metode fusi alkali hidrotermal yang diadopsi dari penelitian sebelumnya oleh (Suleimenova *et al.*, 2023). Pada perlakuan fusi alkali, sebanyak 10 g abu abu layang (FA):lumpur merah (8:2 massa/massa) dan pellet NaOH dengan rasio NaOH:bahan 1.2:1 dan 2:1 (massa/massa) dicampurkan dan dipanaskan dalam *furnace* pada suhu 550°C selamam 1,5 jam.

Campuran CFA-RM-NaOH hasil fusi dihaluskan dan dilarutkan dengan 50 mL aquades. Selanjutnya, diaduk selama 24 jam pada suhu ruang (*aging*).

Berikutnya, dilakukan proses hidrotermal menggunakan reaktor autoklaf pada suhu 95°C dan 160°C 12 jam. Hasil perlakuan hidrotermal dicuci dan dipisahkan dengan cara disentrifugasi sebanyak 5 kali dan dikeringkan pada suhu 50°C selama 72 jam.

3.4.3. Karakterisasi Zeolit Magnetik

Karakterisasi pada sampel abu layang, lumpur merah, dan zeolit magnetik hasil sintesis dilakukan menggunakan instrumen *X-ray fluorescence* (XRF) untuk mengetahui konsentrasi unsur yang terkandung di dalam sampel. *X-ray powder diffraction* (XRD) digunakan untuk mengetahui fasa kristal dan *spektrofotometer fourier-transform infrared* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada zeolit magnetik hasil sintesis. Kemudian, dilakukan juga analisis permukaan zeolit magnetik menggunakan SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*), dan *Zeta Potential Analyzer*.

3.4.3.1. XRF

Pengujian XRF dilakukan pada sampel abu layang dan lumpur merah, untuk mengetahui komposisi awal dari bahan baku yang digunakan. Setiap sampel dibentuk menjadi pellet seberat 0,2 gram dan dianalisis menggunakan instrumen XRF.

3.4.3.2. XRD

Analisis XRD dilakukan pada abu layang batubara, lumpur merah, dan zeolit magnetik hasil sintesis. Pengujian dilakukan dengan menggiling sampel hingga berukuran 100-150 mesh. Sampel halus dimasukkan ke dalam sampel *holder* yang kemudian dianalisis menggunakan instrument XRD pada nilai 2θ 0-90°.

3.4.3.3. FTIR

Analisis FTIR dilakukan pada abu layang batubara, lumpur merah, dan zeolit magnetik hasil sintesis untuk mengetahui gugus fungsi. Sebelum pengujian, sampel dipreparasi dengan cara mencampurkan KBr dengan zeolit magnetik (sebelum dan sesudah adsorpsi) pada rasio yang sama menggunakan lumpang dan alu hingga membentuk pellet. Sampel yang sudah berbentuk pellet kemudian dianalisis menggunakan instrumen FTIR.

3.4.3.4. SEM-EDS

Pengamatan morfologi permukaan pada berbagai perbesaran dan komposisi dari abu layang batubara, lumpur merah, dan hasil zeolit magnetik hasil sintesis dilakukan menggunakan SEM-EDS. Sampel yang disiapkan menjadi lapisan tipis dan dilakukan pengujian menggunakan instrumen SEM. Hasil yang terdeteksi memberikan informasi terkait morfologi permukaan dan komposisi yang terkandung dalam material.

3.4.3.5. SAA-BET

Analisis luas permukaan spesifik dilakukan untuk mengetahui porositas dari abu layang batubara, lumpur merah, dan zeolit magnetik hasil sintesis. Dari pengujian luas permukaan spesifik dapat diketahui luas permukaan, ukuran rata-rata pori, dan volume total pori. Sampel dipreparasi dengan cara dihaluskan agar ukuran partikel lebih seragam dan dilakukan *degassing* untuk menghilangkan gas yang terperangkap dalam sampel. Tahap selanjutnya dilakukan pengukuran adsorpsi menggunakan gas N₂ sebagai adsorbat pada suhu kriogenik, yaitu suhu nitrogen cair (77K).

3.4.3.6. Zeta Potensial

Pengukuran potensial zeta dilakukan pada sampel zeolit magnetik hasil sintesis untuk mengetahui seberapa stabil partikel dalam bentuk larutan dan untuk mengetahui muatan permukaan dari

partikel tersebut. Sampel zeolit magnetik dipersiapkan dalam media dengan kekuatan ion rendah (10mM) NaCl. Sebelum digunakan untuk sampel, medium suspensi disaring menggunakan membran dengan pori berukuran $\leq 0,1$ mm. Sampel yang sudah dipreparasi selanjutnya diukur menggunakan instrumen *Zeta Potential Analyzer*.

3.4.4. Studi Adsorpsi Rhodamin B dan Eriochrome Black T oleh Zeolit Magnetik

Studi adsorpsi dilakukan menggunakan metode *batch* dengan kecepatan pengadukan 150 rpm. Setelah proses adsorpsi, sampel disentrifugasi dan konsentrasi akhir larutan pewarna metil jingga dan rhodamine b dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

3.4.4.1. Penentuan pH Optimal

Penentuan pH optimum dilakukan dengan memvariasikan pH pada pH 2, 6, dan 12 yang diatur dengan HCl 0,01 M, HCl 2,5M dan NaOH 5M. Pengujian dilakukan dengan menambahkan 20 mg zeolit magnetik hasil sintesis ke dalam 10 mL larutan pewarna *Eriochrome Black T* dan *Rhodamine B*.

3.4.4.2. Penentuan Mekanisme Adsorpsi

Untuk menentukan kapasitas adsorpsi, dilakukan pengukuran dengan persamaan berikut:

$$\text{Efisiensi adsorpsi } (\eta) = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100\%$$

$$\text{Kapasitas adsorpsi } (q_e) = \frac{(C_i - C_f) \times V}{m}$$

Dimana, C_i merupakan konsentrasi awal larutan *Eriochrome Black T* dan *Rhodamine B* (mg/L), C_f merupakan konsentrasi akhir larutan pewarna *Eriochrome Black T* dan *Rhodamine B* (mg/L), V

merupakan volume eluat, dan m merupakan dosis adsorben yang digunakan (g).

Penentuan isotherm adsorpsi dilakukan menggunakan persamaan Langmuir, Freundlich, Temkin, dan Redlich-Peterson.

3.4.5. Regenerasi Zeolit Magnetik

Setelah zeolit magnetik digunakan dalam proses adsorpsi, magnetik dipisahkan dari larutan pewarna *Eriochrome Black T* dan *Rhodamine B*. Proses regenerasi atau penggunaan kembali dilakukan dengan mengelusi zeolit magnetik oleh larutan NaCl selama 30 menit. Dilanjutkan dengan proses pencucian dengan air deionisasi, filtrasi, dan pengeringan. Siklus percobaan adsorpsi dilakukan sebanyak 3 siklus.