

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian sintesis dan karakterisasi $\text{Cu}(\text{mim})_2$ yang dimodifikasi *tetrakis-(4-carboxyphenyl)porphyrin* dilakukan kurang lebih 5 bulan, dari bulan Maret hingga Juli 2022 bertempat di laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Tahapan pengeringan sampel hasil sintesis dilakukan di I-Lab, Bogor. Adapun analisis sampel menggunakan instrumen XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan di Glabs, analisis *Surface Area Analyzer* BET (*Brunauer-Emmett-Teller*) dilakukan di BATAN Bandung, sedangkan analisis FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) dan TG/DTA (*Thermal Gravimetric Analysis*) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang dibutuhkan untuk sintesis ZIF yaitu, *Teflon autoclave* 100 mL, gelas kimia 100 mL, gelas ukur 50 mL, batang pengaduk, spatula, hot plate, *magnetic bar*, kaca arloji, botol sentrifugasi dan alat sentrifugasi. Sedangkan karakterisasi ZIF hasil sintesis dan modifikasi dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD, FTIR, TG-DTA, dan *surface area* BET.

3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan untuk sintesis dan modifikasi ZIF yaitu Tembaga nitrat trihidrat (Merck), 2-metilimidazol (Sigma-Aldrich), 4,4',4''-4'''-(Porphine-5,10,15,20-tetra-yl)tetrakis(benzoic acid) (Sigma-Aldrich), dan Aquabides.

3.3. Tahapan Penelitian

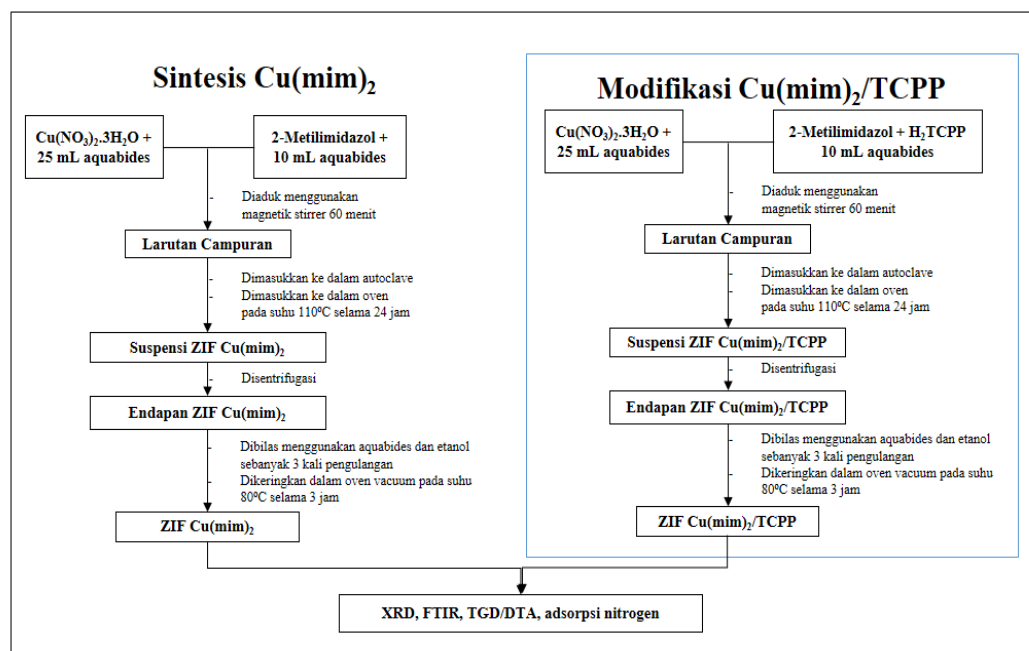
ZIF berbasis $\text{Cu}(\text{mim})_2$ disintesis dengan metode hidrotermal yang diadaptasi dari Butova et al., (2017) dengan mengganti $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ menjadi $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dan perbandingan mol yang disesuaikan dengan penelitian sebelumnya (Chiang et al., 2016; Ma & Liu, 2021). Sedangkan modifikasi $\text{Cu}(\text{mim})_2$ menggunakan TCPP dilakukan menggunakan metode *direct synthesis*. Penelitian ini melalui beberapa tahap, yaitu sintesis ZIF, modifikasi ZIF, dan analisis instrumen hasil penelitian.

Rai Octy Mega Mulyawati, 2022

PENGARUH PENAMBAHAN TETRAKIS-(4-CARBOXYPHENYL)-PORPHYRIN TERHADAP SIFAT FISIKOKIMIA ZIF BERBASIS $\text{Cu}(2\text{-METILIMIDAZOL})_2$

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

Diagram alir sintesis ZIF berbasis $\text{Cu}(\text{mim})_2$ dan modifikasi ZIF $\text{Cu}(\text{mim})_2$ dengan porfirin dijelaskan pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir sintesis $\text{Cu}(\text{mim})_2$ dan modifikasi ZIF $\text{Cu}(\text{mim})_2$

3.3.1 Sintesis ZIF $\text{Cu}(\text{mim})_2$

ZIF berbasis Cu-2-metilimidazol disintesis dengan memisahkan dua larutan. Larutan A yaitu $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (1,208 gram, 5 mmol) yang dilarutkan dalam 25 mL aquabides, kemudian larutan B yaitu 2-metilimidazol (0,821 gram; 10 mmol) yang dilarutkan dalam 10 mL aquabides. Selanjutnya larutan A dan B dicampurkan dan diaduk dengan magnetik *stirrer* selama 60 menit pada temperatur ruang, kemudian dimasukkan kedalam autoklaf dan dipanaskan pada temperatur 110°C selama 24 jam. Campuran yang terbentuk didinginkan pada suhu ruang. Suspensi yang terbentuk disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 10 menit, kemudian endapan yang diperoleh dicuci dengan aquabides dan metanol sebanyak 3 kali pengulangan. Selanjutnya endapan dikeringkan dengan oven *vacuum* pada temperatur 80°C selama 3 jam.

3.3.2 Modifikasi ZIF $\text{Cu}(\text{mim})_2/\text{TCPP}$

Modifikasi ZIF berbasis Cu-2-metilimidazol disintesis dengan memisahkan dua larutan. Larutan A yaitu $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (1,208 gram, 5 mmol) yang dilarutkan

dalam 25 aquabides, kemudian larutan B yaitu 2-metilimidazol (0,8128 gram, 9,9 mmol) dan porfirin (0,0791 gram, 0,1 mmol) dilarutkan dalam 25 mL aquabides. Selanjutnya larutan A dan B dicampurkan dan diaduk dengan magnetik stirer selama 60 menit pada temperatur ruang, kemudian dimasukkan kedalam autoklaf dan dipanaskan pada temperatur 110°C selama 24 jam. Campuran yang terbentuk didinginkan pada suhu ruang. Suspensi yang terbentuk disentrifugasi pada kecepatan 3000 rpm selama 10 menit, kemudian endapan yang diperoleh dicuci dengan aquabides dan metanol sebanyak 3 kali pengulangan. Selanjutnya endapan dikeringkan dengan oven *vacuum* pada temperatur 80°C selama 3 jam.

3.3.3 Karakterisasi ZIF

3.3.3.1 Karakterisasi P-XRD

Pengukuran XRD dilakukan sesuai standar prosedur analisis *power diffraction*. Sampel hasil sintesis ditempatkan pada sample holder, kemudian sampel tersebut disinari dengan sumber sinar Cu K α pada 40 kV dan 30 mA dengan skala 2 θ sebesar 3-90° dan kecepatan scan sebesar 0,0170°/detik. Data yang diperoleh berupa harga d spacing, 2 θ , dan intensitas puncak difraksi dari sampel. Setelah data hasil karakterisasi diperoleh, kemudian data tersebut dicocokkan dengan data referensi.

3.3.3.2 Karakterisasi FTIR

Preparasi sampel dilakukan dengan mendispersikan sampel dalam KBr dengan perbandingan sampel : KBr = 1 : 99. Sampel dan KBr dihomogenkan dengan mortar dan alu kemudian dicetak menjadi pelet dengan cara dimampatkan menggunakan tekanan hidrolik. Pelet yang terbentuk ditempatkan dalam sample holder dan spektranya direkam pada daerah bilangan gelombang 4000–400 cm⁻¹ dengan pemisahan spektrum 4 cm⁻¹. Uji FTIR ini dilakukan untuk mengetahui perubahan struktur yang terjadi pada ZIF setelah dimodifikasi menggunakan porfirin dengan membandingkan struktur pada ZIF sebelum dimodifikasi.

3.3.3.3 TG/DTA

Sampel sebanyak \pm 10 mg ditempatkan dalam sample holder. Kemudian sampel dimasukkan pada TGA-DTA dan dipanaskan dengan laju pemanasan 10°C/menit pada suhu 25-850°C dalam atmosfer N₂. Beberapa parameter yang dapat diamati

yaitu penurunan massa akibat pelarut, pengotor dan degradasi *framework* dapat teramati seiring kenaikan temperatur.

3.3.3.4 Karakterisasi Luas Permukaan

Sebelum karakterisasi, sampel dilakukan *degassing* dalam keadaan vakum pada temperatur 100°C. Selanjutnya sampel dimasukkan ke Surface Area Analyzer (SAA) kemudian terjadi isoterm adsorpsi padatan terhadap N₂ pada suhu 77K. Hasil yang diperoleh berupa karakteristik tekstur seperti luas permukaan BET, radius pori, dan total volume pori.