

BAB III

METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan kontak langsung dan penggojogan antara zeolit dengan sampel. Hal ini dilakukan dengan cara memasukkan zeolit ke dalam beaker glass yang telah diisi dengan larutan anion dan diaduk dengan magnetik stirer, lalu disaring. Perubahan pH larutan sebelum dan sesudah dikontakkan dengan zeolit juga diamati.

Analisa konsentrasi larutan anion dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer. Untuk anion nitrat, pengomplekan dilakukan dengan menggunakan metode Brucine, sedangkan untuk anion nitrit dilakukan dengan menggunakan pengompleks N-nafthilamin dan asam sulfanilat.

Sebagai variabel tetap dalam penelitian ini adalah :

- Ukuran zeolit : -60+80 mesh
- Berat zeolit : 2 gram
- Suhu operasi : Temperatur kamar
- Kecepatan pengadukan

sedangkan sebagai variabel berubah adalah :

a. Proses pengaktifan Zeolit

- Pencucian dengan air : Variabel waktu pencucian
- Pencucian dengan asam : Variabel konsentrasi asam dan waktu pencucian pada konsentrasi optimal

b. Proses adsorpsi (pertukaran)

- Variabel konsentrasi anion
- Variabel waktu kontak pada konsentrasi anion optimal

Dan sebagai perbandingan terhadap perubahan pH dan kapasitas adsorpsi / tukar dari zeolit digunakan resin penukar anion.

3.1. Alat dan Bahan

3.1.1. Alat yang dipergunakan.

- Timbangan analitik
- pH-meter
- Oven
- Magnetik Stirer
- Stopwatch (atau penunjuk waktu lainnya)
- Desikator
- Spektrometri UV, Bausch & Lomb
- Hitachi Polarizet Zeeman AAS
- Alat-alat lain yang umum dipakai untuk praktikum

3.1.2. Bahan yang digunakan.

- Zeolit alam dari Bayah, yang diperoleh dari Pusat Pengembangan Teknologi Mineral (PPTM.) Bandung, dalam bentuk serbuk
- Natrium nitrit
- Natrium nitrat
- Aquadest

- Asam klorida
- Asam sulfat
- Brucine
- Asam sulfanilat
- α -Nafthilamin
- Natrium asetat
- Kalium permanganat
- Natrium oksalat
- Resin penukar anion

3.2. Pembuatan Reagent

1. Stock larutan nitrat (1 ml = 0,1 mg nitrogen)
Larutkan 0,607 gr NaNO_3 kering dalam aquadest dan encerkan hingga 1 lt.
2. Standar nitrat
Encerkan 20 ml stock larutan nitrat hingga 1 lt dengan aquadest (1 ml = 0,002 mg nitrogen)
3. Larutan Brucine-sulfanilat
Larutkan 1 gr Brucine dan 0,1 gr asam sulfanilat dalam + 70 ml aquadest panas. Tambahkan 3 ml HCl (p), kemudian encerkan sampai 100 ml dengan aquadest.
4. Stock larutan nitrit (1 ml = 0,1 mg nitrogen)
Larutkan 0,4928 gr NaNO_2 murni dalam aquabides dan encerkan hingga 1 lt. Tambahkan 1 ml cloroform dan 0.05 - 0,1 gr NaOH untuk melindungi larutan dari

pengaruh bakteri dan CO_2 .

5. Standar nitrit

Encerkan 10 ml stock larutan nitrit dengan aquadest hingga 1 lt (1 ml = 0,001 mg nitrogen)

6. Larutan Asam sulfanilat

Larutkan 0,8 gr asam sulfanilat dalam 70 ml aquadest panas, dinginkan larutan dan tambahkan 20 ml HCl (p) kemudian encerkan larutan menjadi 100 ml dengan aquadest.

7. Larutan α -Nafthilamin

Larutkan 0,6 gr α -Nafthilamin dalam aquadest yang telah ditambah 1 ml HCl (p) dan encerkan larutan dengan aquadest hingga 100 ml.

8. Larutan Natrium asetat

Larutkan 16,4 gr Na asetat dengan aquadest dan encerkan menjadi 100 ml.

9. Larutan KMnO_4 0,05 N

Larutkan 1,6 gr KMnO_4 ke dalam beaker glass 2 lt dengan aquadest, dan tambahkan air hingga volume 1000 ml. Setelah itu tutup beaker glass dengan gelas arloji dan panaskan larutan tersebut hingga mendidih selama 15-30 menit, kemudian dinginkan sampai temperatur kamar, saring larutan yang telah dingin itu dengan menggunakan corong yang dilengkapi glass wool. Simpan filtratnya dalam botol berwarna coklat yang bersih.

10. Larutan Na-Oksalat 0,05 N

3,350 gr Na-oksalat anhidrat dilarutkan dengan aquadest dan diencerkan hingga volume 1 lt.

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Proses Pengaktifan Zeolit.

Terdapat beberapa cara untuk mengaktifkan zeolit untuk pertukaran anion. Dalam penelitian ini akan dilakukan pengujian terhadap dua metode pengaktifan, yaitu pencucian dengan asam dan pencucian dengan air.

a. Pengaruh pencucian dengan asam

1. Variasi konsentrasi HCl

prosedur :

1. 5 gr zeolit dimasukkan dalam beaker glass yang telah berisi 100 ml HCl 0,5 % (v) dan diaduk selama 20 menit.
2. Zeolit dicuci dengan aquadest sampai bebas asam lalu dikeringkan pada temperatur 105-110 °C selama 4 jam.
3. Pengerjaan yang sama dilakukan tetapi dengan variasi konsentrasi asam klorida yang berbeda, yakni : 1, 2, 3, dan 4 %.
4. Setiap zeolit yang telah diberi perlakuan tersebut ditimbang 2 gr dan diaduk dalam 25 ml larutan nitrat 2 ppm selama 30 menit.
5. Lalu disaring dan filtrat ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer.

2. Variasi waktu pencucian pada konsentrasi HCl 1 %

prosedur :

1. Ke dalam beaker glass yang telah diisi dengan 100 ml HCl 1% (yang diperoleh pada pengujian variasi konsentrasi HCl) dimasukkan 5 gr zeolit.
2. Kemudian diaduk selama 20 menit.
3. Setelah itu zeolit dicuci dengan aquadest hingga bebas asam lalu dikeringkan pada temperatur 105-110°C selama 4 jam.
4. Diambil 2 gr kemudian dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah berisi larutan nitrat 2 ppm sebanyak 25 ml.
5. Diaduk dengan magnetik stirer selama 30 menit.
6. Filtrat yang diperoleh dari penyaringan ditampung untuk dianalisa dengan spektrofotometer.
7. Pengerjaan yang sama diulang lagi dengan waktu pencucian yang berbeda sesuai variabel waktu yang ditentukan.
Variabel waktu : 20, 40, 60, 80, 100, 120, dan 150 menit.

b. Pengaruh pencucian dengan air

Proses pengujian dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1. 5 gr zeolit dimasukkan ke dalam beaker glass yang telah berisi 100 ml aquadest.
2. Kemudian diaduk selama 20 menit.
3. Larutan disaring dan zeolit dikeringkan pada suhu 105-110 °C selama 4 jam.
4. Diambil 2 gr zeolit lalu dimasukkan ke dalam beaker

glass yang telah berisi 25 ml larutan nitrat 2 ppm dan diaduk dengan magnetik stirer selama 30 menit.

5. Setelah disaring, filtrat ditampung dan dianalisa konsentrasinya dengan spektrofotometer.
6. Kemudian dicoba lagi pengaktifan dengan air pada variasi waktu pencucian 40, 60, 80, 100, 120, dan 150 menit.

Dari pengujian proses pengaktifan zeolit diperoleh bahwa hasil yang diberikan oleh zeolit yang diaktifkan dengan HCl 1 % lebih baik dibandingkan dengan air. Sehingga untuk percobaan-percobaan berikutnya, dipakai zeolit aktif hasil pencucian dengan HCl 1 % .

3.3.2. Proses Adsorbsi (pertukaran).

a. Pengaruh konsentrasi anion

Prosedur :

1. 2 gr zeolit aktif dimasukkan ke dalam beaker glass yang berisi 25 ml larutan nitrat 20 ppm.
2. Diaduk dengan magnetik stirer selama 30 menit
3. Filtrat disaring untuk ditentukan konsentrasinya dengan spektrofotometer pada λ maksimumnya.
4. Dicoba lagi cara seperti diatas dengan konsentrasi nitrat yang berbeda, yakni : 40, 60, 80, dan 100 ppm.
5. Kemudian diulangi lagi untuk anion nitrit dengan variasi konsentrasi yang sama.

b. Pengaruh waktu kontak pada konsentrasi anion optimum

Pada pengujian ini dimaksudkan untuk mendapatkan suatu kondisi yang optimal dimana telah terjadi kesetimbangan anion yang masuk dan keluar, sehingga proses adsorpsi (pertukaran) berlangsung sempurna atau proses penyerapan dianggap telah selesai.

Prosedur :

1. Ditimbang 2 gr zeolit dan dimasukkan ke dalam beaker glass yang berisi 25 ml larutan nitrat 60 ppm (konsentrasi nitrat optimal).
2. Diaduk dengan magnetik stirer selama 30 menit.
3. Larutan disaring dan filtrat yang diperoleh dianalisa konsentrasinya dengan spektrofotometer.
4. Langkah 1 sampai 3 dicoba lagi pada variasi waktu kontak berikutnya, yakni : 60, 90, 120, dan 150 menit.
5. Kemudian prosedur yang sama dilakukan untuk anion nitrit 80 ppm (Konsentrasi optimalnya) pada variabel waktu kontak yang sama.

3.3.3. Penentuan pengurangan Kadar Kation oleh Zeolit dalam Larutan NaNO_3

Penentuan pengurangan kadar kation dalam sampel tidak dilakukan pada semua percobaan dari pengujian tiap-tiap variabel berubah, namun hanya dilakukan terhadap larutan awal dan filtrat dari hasil 1 x percobaan. Dengan maksud, untuk pembanding saja terhadap pengurangan kadar

anion oleh zeolit.

Prosedur :

1. 2 gr zeolit dikontakkan dengan 25 ml larutan nitrat 100 ppm dengan menggunakan magnetik stirer dalam beaker glass, selama 30 menit.
2. Larutan lalu disaring dan terhadap filtrat selain ditentukan pengurangan kadar anionnya juga ditentukan pengurangan kadar kationnya.

Analisa kadar kation dalam larutan awal dan dalam filtrat dari hasil percobaan dilakukan dengan alat AAS di Laboratorium Instrumen, Balai Penelitian dan Pengembangan Industri (BPPI) Semarang.

3.3.4. Perbandingan dengan resin penukar anion.

Untuk pengujian ini dilakukan dengan cara kolom baik terhadap resin maupun zeolit.

Prinsip kerja percobaan ini adalah :

1. 1 gr zeolit kering dimasukkan ke dalam kolom berdiameter 1 cm yang telah diisi glass wool dan dialiri dengan aquadest.
2. Setelah itu dituangi larutan nitrat 60 ppm sebanyak 25 ml.
3. Larutan nitrat yang tidak terikat oleh zeolit ditampung, diamati pH-nya kemudian dianalisa konsentrasinya dengan spektrofotometer.

4. Untuk resin Dowex dilakukan dengan cara sebagai berikut:

1 gr resin kering dalam kolom berdiameter 1 cm yang telah disangga glass wool dialiri aquadest bebas ion. Tambahkan larutan NaOH 2 N, setelah itu dialiri dengan aquadest kembali untuk menghilangkan kelebihan NaOH (bebas basa).

5. Kemudian dituangi larutan nitrat 60 ppm sebanyak 50 ml.

6. Larutan anion yang keluar ditampung untuk diamati perubahan pH-nya dan dianalisa konsentrasinya.

7. Diulang prosedur yang sama untuk larutan nitrit 80 ppm.

3.3.5. Standarisasi Stock Larutan Nitrit dengan KMnO_4

a. Standarisasi larutan standar KMnO_4 0,05 N (1 lt)

1. 100 mg Na-oksalat ditambah 100 ml aquadest hingga larut dan tambahkan pula 10 ml Asam sulfat 1 : 1 sambil dicampur dengan hati-hati.

2. Panaskan hingga suhu $85-95^\circ\text{C}$.

3. Lalu titrasi larutan (suhu $85-95^\circ\text{C}$) dengan KMnO_4 0,05 N sampai terbentuk warna merah muda.

Lakukan hal yang sama untuk blanko (aquadest + H_2SO_4).

(100 mg Na-oksalat akan mengkonsumsi sekitar 30 ml KMnO_4 0,05 N).

4. Perhitungan :

$$\text{Normalitas } \text{KMnO}_4 = \frac{\text{gr Na}_2\text{C}_2\text{O}_4}{(\text{A}-\text{B}) \times 0,06701}$$

dimana, A = ml KMnO_4 standart untuk sampel
 B = ml KMnO_4 standart untuk blanko

b. Standarisasi Stock Larutan Nitrit 100 ppm

1. 20 ml KMnO_4 standart + 2 ml Asam sulfat (p) + 50 ml larutan stock nitrit dalam erlenmeyer tertutup.
2. Aduk, lalu dipanaskan hingga suhu $70-80^\circ\text{C}$.
3. Tambahkan Na-oksalat 0,05 N hingga warna KMnO_4 hilang (penambahan Na-oksalat dibuat sedikit berlebih dan dicatat volumenya).
4. Titrasi kelebihan Na-oksalat dengan KMnO_4 standart.
5. Titrasi pula untuk blanko (Aquadest bebas nitrit).
6. Perhitungan :

$$A = \frac{\{ (B \times C) - (D \times E) \} \times 7}{F}$$

keterangan :

- A = mg/ml nitrit nitrogen dalam stock larutan
 B = volume total KMnO_4 standart yang digunakan
 C = normalitas KMnO_4 standart
 D = volume total Na-oksalat standart
 E = normalitas Na-oksalat standart
 F = volume stock nitrit nitrogen yang digunakan dalam titrasi

3.3.6. Analisa konsentrasi nitrat dan nitrit dengan spektrofotometer.

a. Nitrat

(i) Penentuan panjang gelombang maksimum

1. Nitrat standar di pipet 4 ml dan dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml. Tambahkan 0,5 ml Brucine sulfanilat dan 5 ml Asam sulfat (p). Biarkan selama 10 menit lalu tambahkan aquadest hingga tanda batas. Larutan dibiarkan sampai dingin.
2. Kuvet yang sudah bersih dibilas dan diisi dengan larutan yang akan dianalisis.
3. Diukur serapan (absorbansi) pada panjang gelombang dari range 370-450 nm dengan selang 5 nm.

(ii) Penentuan konsentrasi larutan sampel (filtrat)

Prosedur :

1. Diambil 4 ml larutan awal (standar), 4 ml larutan blanko (aquadest) dan 4 ml larutan sampel (filtrat), masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 25 ml .
2. Ke dalam setiap labu takar di atas ditambahkan 0,5 ml Brucine sulfanilat dan 5 ml asam sulfat (p). Biarkan selama 10 menit, kemudian tambahkan aquadest sampai tanda dan biarkan sampai dingin.
3. Larutan sampel dan larutan standar ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 405 nm dengan larutan blanko sebagai pembanding.

b. Nitrit

(i) Penentuan panjang gelombang maksimum

1. Ke dalam labu takar 50 ml masukkan 5 ml larutan nitrit standar, lalu tambahkan aquadest hingga volume dalam labu menjadi sekitar 25 ml.
2. Tambahkan 0,5 ml Asam sulfanilat dan campuran dibiarkan selama 10 menit dengan didinginkan pada suhu tidak lebih dari 8 °C.
3. Lalu ditambahkan 0,5 ml larutan α -nafthilamin dan 0,5 ml larutan natrium asetat. Campurkan dengan baik dan encerkan sampai tanda. Larutan dibiarkan selama 20 menit.
4. Kuvet yang sudah bersih dibilas dan diisi dengan larutan yang akan dianalisa.
5. Diukur serapan (absorbansi) pada panjang gelombang dari range 460-560 nm dengan selang 5 nm.

(ii) Penentuan konsentrasi larutan sampel (filtrat)

Prosedur :

1. 5 ml larutan awal (standar), 5 ml larutan sampel (filtrat) dan 5 ml aquadest (blanko) dipipet dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 50 ml, lalu tambahkan aquadest hingga volume dalam labu menjadi sekitar 25 ml.
2. Tambahkan 0,5 ml larutan Asam sulfanilat ke dalam setiap labu takar dan campuran dibiarkan selama 10 menit dengan didinginkan pada suhu kurang dari 8 °C.

3. Lalu tambahkan ke dalam tiap labu takar 0,5 ml α -Nafthilamin dan 0,5 ml Natrium asetat. Campur dengan baik dan diencerkan sampai tanda batas. Larutan dibiarkan selama 20 menit.
4. Diukur serapan dari larutan standar dan larutan sampel dengan pembanding larutan blanko pada panjang gelombang maksimum 525 nm.

Perhitungan :

- Konsentrasi larutan sampel (filtrat) anion (C_x) ditentukan dengan rumus perbandingan sebagai berikut :

$$C_x = \frac{C_s}{A_s} \cdot A_x$$

dimana, C_s = Konsentrasi larutan standart (larutan anion awal)

C_x = Konsentrasi filtrat anion

A_s = Absorbansi larutan standart

A_x = Absorbansi filtrat anion

- Penentuan nitrat/nitrit teradsorbsi

$$\text{NO}_3^- \text{ teradsorbsi} = (C_s - C_x) \cdot 0,078125 \text{ mg/gr zeolit}$$

$$\text{NO}_2^- \text{ teradsorbsi} = (C_s - C_x) \cdot 0,125 \text{ mg/gr zeolit}$$