

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan dalam beberapa tahap, antara lain :

- Tahap persiapan sampel
- Tahap pencucian asam dan variasi temperatur pencucian
- Uji penukar anion dengan khromatografi penukar anion
- Analisis anion tertukar hingga diketahui temperatur pemanasan yang optimum
- Menvariasi temperatur kalsinasi
- Uji penukar dengan khromatografi penukar ion
- Analisis anion tertukar hingga diperoleh temperatur optimum kalsinasi

Selain percobaan-percobaan diatas juga dilakukan percobaan pendukung yang mampu memberikan informasi yang mendukung data-data primer hasil penelitian.

3.1. Variabel-Variabel

3.1.1. Variabel Tetap

- Jenis dan ukuran zeolit
- Berat zeolit untuk padatan pada khromatografi
- Konsentrasi asam pencuci HF 1%
- Waktu
- Konsentrasi larutan NH_4NO_3 1M
- Konsentrasi anion yang dipertukarkan

3.1.2. Variabel Berubah

- Temperatur pemansan pada proses pencucian asam
- Temperatur Kalsinasi

3.2. Alat Dan Bahan

3.2.1. Alat

- Klem, statif dan biuret
- Neraca analitis
- Furnace
- Oven
- Ayakan Mesh ukuran 60-100 mesh
- Alat-alat laboratorium pendukung lain yang biasa digunakan

3.2.2. Bahan

- Zeolit kering
- Larutan HF 1%
- Larutan NH_4NO_3 1M
- NaCl padat
- NaNO_3 padat
- NaNO_2 padat
- KCN padat
- Aquades
- Aquabides

3.3. Cara Kerja

3.3.1. Persiapan Sampel

- Zeolit kering ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan mesh dengan ukuran 60-100 mesh

3.3.2. Pencucian Sampel

A. Pencucian asam

1. Zeolit sebanyak 500 gram dipanaskan pada suhu $(110-120)^{\circ}\text{C}$.
2. Zeolit yang telah kering dimasukkan kedalam wadah plastik dan ditambahkan larutan HF 1% hingga semua sampel terendam, didiamkan selama 20 menit
3. Sampel hasil pencucian disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades hingga pHnya mendekati netral dengan kertas lakmus.

B. Pengaruh temperatur pada proses pencucian asam

1. Zeolit hasil perlakuan (A) sebanyak 4 gram dipanaskan dalam furnace dengan temperatur 150°C selama 4 jam
2. Sampel hasil pemanasan kemudian direndam dalam larutan NH_4NO_3 1M selama 4 jam
3. Sampel disaring dan dicuci dengan aquades dilanjutkan dengan pemanasan hingga kering
4. Zeolit hasil pencucian asam ini dipergunakan untuk uji penukar anion dengan teknik khromatografi penukar ion
5. Perlakuan B1-B4 diulang dengan variasi temperatur pemanasan dalam furnace ($250; 350; 450; 550$) $^{\circ}\text{C}$

6. Data hasil percobaan yang dicatat meliputi perubahan konsentrasi anion dan perubahan pH serta ditentukan temperatur yang optimum untuk percobaan selanjutnya.

3.3.3. Pengaruh Temperatur Kalsinasi

Dengan mempergunakan data hasil percobaan sebelumnya langkah selanjutnya yaitu :

1. Zeolit kering hasil percobaan (A) sebanyak 4 gram dipanaskan dalam furnace dengan temperatur optimum (data hasil percobaan B) selama 4 jam
2. Zeolit hasil pemanasan direndam dalam larutan NH_4NO_3 1M selama 4 jam
3. Sampel hasil rendaman disaring dan dicuci dengan aquades dan dilanjutkan dengan pemanasan dalam furnace hingga kering.
4. Zeolit kering hasil perlakuan diatas kemudian dikalsinasi dalam furnace dengan temperatur 150°C selama 4 jam
5. Uji terhadap zeolit penukar anion hasil pencucian asam dan kalsinasi dilakukan dengan mempergunakan teknik khromatografi penukar anion
6. Perlakuan 1-5 diulang dengan bervariasi temperatur kalsinasi masing-masing (250; 400; 550; 700°C)
7. Hasil uji pertukaran yang meliputi perubahan konsentrasi anion yang dipertukarkan dan perubahan pH yang terjadi pada larutan sebelum dan sesudah dipertukarkan dicatat dan ditentukan temperatur optimumnya.

3.3.4. Uji Penukar Anion

Uji penukar anion dalam hal ini mempergunakan teknik khromatografi penukar ion dan zeolit hasil percobaan sebagai padatan pendukung pengganti resin.

Prinsip percobaan ini adalah :

1. Zeolit hasil aktivasi sebanyak 1,5 gram dimasukkan ke dalam kolom berdiameter 1cm (dengan menggunakan buret) yang terlebih dahulu diisi dengan glasswool
2. Di atas zeolit ditambahkan glasswool untuk memperlambat aliran influen
3. Influen (anion yang dipertukarkan) dimasukkan kedalam kolom secara perlahan-lahan dan dibuat agar kecepatan alir 2,5 ml/menit
4. Efluen yang keluar ditampung dalam erlenmeyer dan dianalisis perubahan konsentrasi dan pHnya

3.3.5. Analisis Anion Tertukar

A. Analisis Cl^- dengan metode Argentometri

- Sampel yang akan dititrasi ditambah dengan indikator K_2CrO_4 kemudian dititrasi dengan larutan standar AgNO_3 hingga terjadi perubahan warna larutan menjadi kuning kemerah-merahan pada titik akhir titrasi. Kemudian dilakukan juga titrasi terhadap blanko.

Perhitungan :

$$[\text{Cl}^-] = \frac{V_s - V_b \times N_{\text{Ag}_3\text{NO}} \times 35,45}{V_c} \times 1000 \text{ mg/L}$$

dimana :

V_s : jumlah titran pada titrasi sampel (ml)

V_b : jumlah titran pada titrasi blanko (ml)

V_c : jumlah sampel yang dititrasi (ml)

B. Analisis NO_3^- dengan metode spektrofotometer UV-VIS

Prinsip :

- Sampel (nitrit) ditambah dengan sulfanilik membentuk intermediet garam diazonium, dengan penambahan suatu asam akan terbentuk kompleks berwarna oranye-kemerahan. Kemudian diamati dengan spektrofotometer UV-VIS HACH DR-4000 pada λ : 507 nm.

Analisis :

- Sampel sebanyak 10 ml ditambah 2 ml larutan Nitri Ver 3 Nitrit reagen dan dikocok selama 20 menit atau hingga terjadi kompleks berwarna oranye-kemerahan. Kemudian diamati pada spektrofotometri UV-VIS HACH DR-4000 pada λ : 507 nm.

C. Analisis CN^- dengan metode spektrofotometri UV-VIS

Prinsip :

- Sampel (sianida) ditambah larutan klorin dan piridin serta Glutaconaldehid dan piralozon berlebih akan terbentuk kompleks berwarna biru muda. Kemudian diamati dengan spektrofotometri UV-VIS HACH DR-4000 pada λ : 612 nm

Analisis :

- Sampel sebanyak 10 ml ditambah 2 tetes Cyani Ver 4 Cyanid reagen dikocok selama 20 menit lalu ditambah dengan 5 tetes reagen Cyani Ver 5 Cyanid dan dikocok selama 15 menit dibiarkan beberapa saat hingga terbentuk kompleks berwarna biru muda kemudian diamati dengan spektrofotometri UV-VIS HACH DR-4000 pada λ : 612 nm.

D. Analisis NO_3^- dengan metode spektrofotometer UV-VIS

- Sampel diamati dengan spektrofotometer UV-VIS HACH DR-4000 pada λ : 225 nm dan dikoreksi di λ : 275 nm.

E. Analisis Na^+ tertukar dengan Flamefotometer

- Sejumlah sampel dimasukkan dalam bekerglas kemudian dianalisis dengan Flamefotometer HACH FP-300 dan dicatat data tentang konsentrasinya.