

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahap, yaitu:

1. Modifikasi zeolit alam yang dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Gadjah Mada Yogyakarta dan Laboratorium Kimia Fisik Universitas Diponegoro Semarang.
2. Karakterisasi material hasil modifikasi berupa ukuran pori yang dilakukan di BATAN Yogyakarta dan kristalinitas yang dilakukan di UNS Solo.

#### 3.1 Alat

Alat-alat yang dipakai dalam penelitian ini adalah: alat-alat gelas, cawan teflon, krus nikel, indikator pH universal, *magnetic stirrer*, *sentrifuge*, neraca analitis, *autoklaf*, *furnace*, tungku kalsinasi, tabung gas oksigen, *Atomic Absorption Spectrometri*, IR Shimadzu FTIR-8201PC, Difraktometer sinar-X Shimadzu X-6000, *gas sorption analyzer* Quantachrome NOVA-1000.

#### 3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah zeolit alam asal Wonosari, larutan Asam Fluorida (HF) 1%, Natrium Hidroksida (NaOH) (MERCK), n-Cetiltrimetil amonium Bromida (n-CTMABr) (MERCK), Tetrametilamonium Klorida (TMACl) (MERCK), larutan garam Natrium Silikat (MERCK), Larutan Asam Sulfat ( $H_2SO_4$ ) (MERCK), akuades, Oksigen murni.

### 3.3 Variabel Penelitian

#### 3.3.1 Variabel Tetap

Variabel yang dikonstantakan dalam penelitian ini adalah berat zeolit, berat NaOH, konsentrasi n-CTMABr, volume n-CTMABr, konsentrasi TMACl, volume TMACl, pH, temperatur dan waktu hidrotermal, temperatur dan waktu kalsinasi.

#### 3.3.2 Variabel yang Berubah

Variabel yang divariasi dalam penelitian ini adalah rasio Si/Al, dengan penambahan larutan garam Natrium Silikat sebagai fungsi penambahan Si.

#### 3.3.3 Variabel yang Dinilai

Variabel yang dinilai adalah kristalinitas dan ukuran pori.

### 3.3 Metode Modifikasi Zeolit Alam

#### 3.3.1 Destruksi Zeolit Alam

Destruksi zeolit alam dilakukan dengan mereaksikan 10 g zeolit alam yang telah diaktivasi sebelumnya dengan pencucian menggunakan larutan HF 1 % selama 10 menit kemudian pencucian dengan akuades hingga pH mendekati netral, dicampur dengan 20 g NaOH kemudian dipanaskan dalam *furnace* pada temperatur 500 °C selama 1 jam. Hasil destruksi ditambah 25 mL akuades terbentuk suspensi kemudian *disentrifuge* selama 10 menit sehingga endapan dapat dipisahkan dan diperoleh filtrat yang akan digunakan untuk membuat material berpori. Filtrat hasil destruksi zeolit alam dikumpulkan, dicampur

kemudian dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) untuk mengetahui kandungan Si dan Al di dalam filtrat tersebut sehingga rasio Si/Al dapat diketahui.

### 3.3.2 Hidrotermal

Sampel yang akan dilakukan proses hidrotermal adalah dalam bentuk gel yang dibuat dengan langkah-langkah sebagai berikut: pada pembuatan sampel dengan rasio Si/Al 13,91, sebanyak 15 mL filtrat hasil destruksi zeolit alam diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit selanjutnya ditambahkan 10 mL n-CTMABr 0,3 M kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit, ditambahkan 5 mL TMACl 0,2 M kemudian diaduk dengan pengaduk magnetik lagi selama 30 menit. Campuran ditambahkan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1:1) sampai terbentuk gel pada kondisi pH = 11.

Pembuatan sampel dengan rasio Si/Al 24,57 dan 35,22 dibuat dengan cara menambahkan larutan garam Natrium-Silikat (1:1) masing-masing 5 dan 10 mL. Komposisi dari tiap variasi sampel yang dibuat disajikan dalam tabel 4.1.

Tabel 3.1 Komposisi bahan tiap variasi rasio Si/Al

Filtrat	Na-Silikat (1:1)	Surfaktan n-CTMABr 0,3 M	Co-Surfaktan TMACl 0,2 M	Rasio Si/Al
15 mL	-	10 mL	5 mL	13,91
10 mL	5 mL	10 mL	5 mL	24,57
10 mL	10 mL	10 mL	5 mL	35,22

Ketiga sampel ditempatkan dalam cawan teflon kemudian dimasukkan ke dalam autoklaf untuk proses hidrotermal pada temperatur 120 °C selama 24 jam, tekanan (autoklaf) 1,5 kgf/cm<sup>2</sup>.

### 3.3.3 Kalsinasi

Material hasil hidrotermal dikeringkan kemudian dimasukkan dalam tungku kalsinasi menggunakan aliran gas oksigen pada suhu 400 °C selama 3 jam.

### 3.4 Karakterisasi hasil

Material hasil modifikasi dikarakterisasi dengan analisis inframerah untuk mengetahui dekomposisi molekul pengarah yang dilakukan di UGM Yogyakarta. Karakterisasi juga dilakukan dengan difraksi sinar-X untuk menentukan kristalinitas yang dilakukan di UNS Solo. Karakterisasi ukuran pori menggunakan metode adsorpsi gas N<sub>2</sub> (BET) dilakukan di BATAN Yogyakarta.

Tabel 3.2 Penetapan kode sampel

Sampel	Kode
Zeolit alam	ZA
Zeolit modifikasi dengan rasio Si/Al 13,91	ZSA-1
Zeolit modifikasi dengan rasio Si/Al 24,57	ZSA-2
Zeolit modifikasi dengan rasio Si/Al 35,22	ZSA-3