

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

Penelitian ini dilakukan melalui 2 tahap, tahap pertama adalah modifikasi zeolit alam menggunakan treatment basa, dimana zeolit didestruksi oleh basa dalam fasa yang sama (zeolit dalam fasa padat, basa dalam fasa padat) untuk memperoleh sumber silika dan alumina. Resintesis zeolit dilakukan secara hidrotermal menggunakan surfaktan sebagai molekul pengarah. Proses sintesis dilakukan dengan penambahan surfaktan dan dilakukan variasi waktu hidrotermal satu, dua dan tiga hari. Penghilangan molekul pengarah dilakukan dengan kalsinasi sambil dialiri gas O<sub>2</sub>. Tahap yang kedua adalah karakterisasi zeolit hasil modifikasi dengan FTIR, BET, dan XRD.

Penelitian ini dilakukan pada dua tempat, yaitu:

1. Destruksi dan hidrotermal zeolit dilakukan di laboratorium Kimia Analitik Universitas Gadjah Mada Yogyakarta.
2. Kalsinasi zeolit hasil modifikasi dilakukan di laboratorium Kimia Fisik Universitas Diponegoro Semarang.

### **3.1 Variabel**

#### **3.1.1 Parameter yang diamati**

Parameter yang diamati dalam penelitian ini meliputi kristalinitas, ukuran pori, distribusi ukuran pori dan luas permukaan zeolit hasil modifikasi.

### 3.1.2 Variabel bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah waktu hidrotermal.

### 3.1.3 Variable yang dikonstankan

Variabel yang dikonstankan dalam penelitian ini adalah berat zeolit, berat NaOH, konsentrasi CTMABr, volume CTMABr, konsentrasi TMACl, volume TMACl, konsentrasi natrium silikat, volume natrium silikat, pH, temperatur hidrotermal, temperatur kalsinasi dan waktu kalsinasi.

### 3.2 Alat

Alat-alat yang dipakai dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, neraca analitik, cawan teflon, krus nikel, pengaduk magnetik, oven, *furnace*, tungku kalsinasi, autoklaf hidrotermal, *Atomic Absorption Spectrometry*, kertas pH, tabung gas, *gas sorption analyzer Quantachrome Corporation NOVA-1000* dan IR Shimadzu FTIR-8201PC.

### 3.3 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah zeolit alam Wonosari, Surfaktan Cetiltrimetilamonium bromida (CTMABr) (MERCK), tetrametilamonium klorida (TMACl) (MERCK), natrium hidroksida (NaOH) (MERCK), asam florida (HF 1%), akuades, kertas saring, dan larutan natrium silikat (MERCK).

### 3.4 Cara Kerja

#### 3.4.1 Destruksi zeolit alam

Zeolit kering asal Wonosari, ditumbuk halus dan diayak dengan ukuran 200 mesh. Zeolit alam dicuci dengan akuades, dikeringkan. Serbuk kering direndam dalam larutan HF 1% kemudian disaring dengan kertas saring dicuci dengan akuades kemudian dikeringkan. Zeolit kering direaksikan dengan NaOH fasa padat (1 : 1), dikalsinasi selama 1 jam pada temperatur 500°C. Zeolit didinginkan pada suhu kamar. Zeolit hasil kalsinasi ditambah 25 mL akuades kemudian disentrifus dan diambil supernatan sebagai sumber silika dan alumina.

#### 3.4.2 Tahap Hidrotermal

Proses hidrotermal dilakukan dengan mencampur 17 mL supernatan, 10 mL larutan CTMABr 0,3 M, 5 mL larutan TMACl 0,2 M dan 10 mL natrium silikat (1 : 1). Larutan diaduk selama 1,5 jam dan ditambah H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (1 : 1) sampai pH 11 kemudian dimasukkan ke dalam teflon dan dihidrotermal pada suhu 120°C selama satu, dua, dan tiga hari.

#### 3.4.3 Tahap Kalsinasi

Zeolit hasil perlakuan hidrotermal dimasukkan ke dalam tungku kalsinasi dan dikalsinasi pada suhu 400°C selama 5 jam sambil dialiri gas O<sub>2</sub>.

### 3.4.4 Karakterisasi Hasil

Zeolit hasil modifikasi dikarakterisasi dengan Spektroskopi IR untuk mengetahui keberadaan molekul pengarah, dilakukan di UGM Yogyakarta dan difraksi sinar-X untuk mengetahui kristalinitas, dilakukan di UNS Surakarta. Metode penentuan ukuran pori menggunakan adsorpsi gas, yaitu BET yang dilakukan di BATAN Yogyakarta.

### 3.4.5 Penetapan Kode Sampel

Tabel 3.1 Penetapan Kode Sampel

Sampel	Kode
Zeolit alam	ZA
Zeolit modifikasi dengan waktu hidrotermal 1 hari	ZH-1
Zeolit modifikasi dengan waktu hidrotermal 2 hari	ZH-2
Zeolit modifikasi dengan waktu hidrotermal 3 hari	ZH-3