

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, perlakuan awal terhadap sampel zeolit, dealuminasi dengan variasi konsentrasi HCl dan lama pendidihan, dan terakhir dilakukan analisa hasil dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (AAS), Transformasi Fourier Infra Merah (FTIR), dan Difraksi Sinar-X (XRD).

3.1. Penetapan Variabel

- a. Variabel tetap : - berat zeolit
- volume HCl
- temperatur pendidihan ($< 100^{\circ}\text{C}$)
- b. Variabel bebas :
- konsentrasi HCl : 1N, 2N, 3N, 4N, 5N dan 6N
 - waktu pendidihan : 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam dan 6 jam

3.2. Parameter yang Dinilai

a. Rasio Si/Al

Pengukuran banyaknya SiO_2 dan Al_2O_3 menggunakan AAS dengan rasio Si/Al lebih besar dari 10.

b. Penentuan Al yang lepas

Pengukuran dengan spektroskopi FTIR akan terjadi pergeseran ke arah frekuensi yang lebih besar pada

daerah ikatan T-O dengan meningkatnya kandungan Si.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat-alat

Dalam pekerjaan modifikasi zeolit diperlukan sejumlah peralatan dan instrumen analisis, yang terdiri dari :

- a. Alat-alat gelas
- b. Alat analisis sampel awal dan hasil dealuminasi seperti XRD dan AAS di PPTM Bandung dan FTIR di Laboratorium Kimia Organik Universitas Gajah Mada Yogyakarta.
- c. Peralatan pendukung seperti : oven pengering, hotplate stirer, neraca analitik, dan pH meter.

3.3.2. Bahan-bahan

Dalam melakukan kegiatan penelitian ini diperlukan bahan-bahan zeolit alam dengan ukuran 100-150 mesh berasal dari Bayah, larutan HCl dengan konsentrasi 1N, 2N, 3N, 4N, 5N, dan 6N.

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Persiapan Sampel

Sampel mula-mula dihaluskan, kemudian disaring sehingga diperoleh besar butiran sesuai dengan yang diinginkan yaitu 100 - 150 mesh.

Pembuatan larutan HCl dilakukan dengan mengencerkan larutan HCl 37% dengan konsentrasi 1N, 2N, 3N, 4N, 5N, dan 6N.

3.4.2. Dealuminasi

Proses dealuminasi ini bertujuan untuk mengurangi kandungan aluminium pada zeolit alam sehingga dapat memperoleh rasio Si/Al lebih besar dari sepuluh. Metode yang digunakan adalah pendidihan dalam asam klorida. Zeolit dengan berat tertentu dikeringkan untuk menghilangkan kandungan air pada suhu 110-120°C. selanjutnya dilarutkan dalam asam klorida dengan volume dan konsentrasi tertentu yaitu salah satu dari 1N, 2N, 3N, 4N, 5N, dan 6N. Untuk masing-masing konsentrasi dibuat perlakuan yang sama dengan mendidihkannya dalam HCl dengan waktu yang sama sehingga didapatkan konsentrasi HCl optimum terjadinya dealuminasi, selanjutnya dilakukan pendidihan di dalam HCl konsentrasi optimum dengan berbagai waktu pendidihan sehingga didapat waktu optimum dealuminasi.

3.5. Analisa Rasio Si/Al

Analisa rasio Si/Al dilakukan dengan menganalisa kandungan Al_2O_3 dalam zeolit kering menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (AAS) dan kandungan SiO_2 menggunakan analisa gravimetri, kemudian dicari rasio Si/Al dengan membandingkan SiO_2/Al_2O_3 .

3.6. Karakterisasi Zeolit

Spektra khusus zeolit terdapat pada daerah infra merah sedang yaitu $400 - 1800 \text{ cm}^{-1}$. Spektra ini memberikan penjelasan tentang jenis vibrasi yang berhubungan dengan ikatan Si-O dan Al-O.

Data spektra akan menunjukkan pergeseran ke arah bilangan gelombang atau frekuensi yang lebih besar dengan bertambahnya kandungan atom Si.

Jenis mineral yang terkandung dalam sampel dapat ditentukan dengan menggunakan teknik Difraksi Sinar X, sedangkan tingkat kekristalan (kristalinitas) dilakukan dengan membandingkan puncak-puncak dalam difraktogram sebelum dan sesudah perlakuan.

