

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Variabel-Variabel

3.1.1 Variabel Tetap

- Jenis dan ukuran zeolit
- Konsentrasi larutan HF
- Temperatur pemanasan setelah proses pencucian asam
- Konsentrasi larutan NH_4NO_3
- Waktu perendaman zeolit dalam asam maupun NH_4NO_3

3.1.2 Variabel Berubah

- Temperatur kalsinasi zeolit
- Komposisi adsorbat (ppm) $[\text{Cl}^-] : [\text{SO}_4^{2-}]$
- Waktu kontak adsorben dengan adsorbat

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

- Neraca
- Furnace
- Oven
- Shaker
- Buret

- Turbidimeter
- Cawan porselin
- Perangkat gelas lain yang biasa digunakan

3.2.2 Bahan

- Zeolit
- HF 50 %
- NH_4NO_3 (E. Merck)
- NaCl (E. Merck)
- Na_2SO_4 (E. Merck)
- K_2CrO_4 (E. Merck)
- AgNO_3 (E. Merck)
- Kristal BaCl_2
- HCl 37 % (E. Merck)

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Preparasi Larutan

Larutan HF 1%

Sebanyak 6,57 mL HF 50 % ($\rho = 1,55$) dilarutkan dengan aquadest sebanyak 500 mL.

Larutan NH_4NO_3 1M

Sebanyak 40,020 g NH_4NO_3 dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 500 mL sampai tanda batas.

Larutan [Cl] : [SO₄⁻] = 100 : 0 (ppm)

Sebanyak 164,85 mg NaCl dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

Larutan [Cl] : [SO₄⁻] = 0 : 100 (ppm)

Sebanyak 147,86 mg Na₂SO₄ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

Larutan [Cl] : [SO₄⁻] = 75 : 25 (ppm)

Sebanyak 123,63 mg NaCl dan 36,96 mg Na₂SO₄ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

Larutan [Cl] : [SO₄⁻] = 50 : 50 (ppm)

Sebanyak 82,42 mg NaCl dan 73,93 mg Na₂SO₄ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

Larutan [Cl] : [SO₄⁻] = 25 : 75 (ppm)

Sebanyak 41,21 mg NaCl dan 110,90 mg Na₂SO₄ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

Larutan K₂CrO₄ 3.10⁻¹ M

Sebanyak 0,6 g K₂CrO₄ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 10 mL sampai tanda batas.

Larutan AgNO₃ 3.10⁻³ M

Sebanyak 0,51 g AgNO₃ dilarutkan dengan aquadest dalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

Larutan elektrolit (NaCl dan HCl)

Sebanyak 24 g NaCl dilarutkan dengan aquadest yang berisi 2 mL HCl dan dilarutkan sampai 100 mL.

3.3.2 Modifikasi Zeolit

200 g zeolit ukuran 60 – 100 mesh dipanaskan sampai pada temperatur 110 – 120 °C dalam oven. Kemudian dimasukkan dalam beaker plastik dan ditambah larutan asam HF 1 % sehingga semua zeolit terendam selama 20 menit. Zeolit hasil rendaman disaring dan dicuci dengan aquadest. Zeolit dipanaskan dalam furnace pada temperatur 350 °C selama 4 jam. Zeolit hasil pemanasan direndam dalam larutan NH_4NO_3 1 M selama 4 jam. Zeolit disaring dan dicuci dengan aquadest. Zeolit selanjutnya di kalsinasi dalam furnace pada temperatur (450, 500, 550 dan 600 °C) selama 4 jam.

3.3.3 Proses Adsorpsi (pada tekanan dan temperatur kamar)

- a. Pengaruh temperatur kalsinasi pada proses modifikasi zeolit terhadap kapasitas adsorpsi anion.

Disiapkan 4 beaker gelas yang masing-masing berisi 50 mL adsorbat Cl^- dengan konsentrasi 100 ppm. Masing-masing beaker gelas ditambahkan 1 g zeolit hasil modifikasi dengan temperatur kalsinasi 450, 500, 550 dan 600 °C dan beaker digoyang menggunakan shaker 200 rpm selama 60 menit. Kemudian zeolit disaring dan filtratnya dianalisa.

Langkah diatas diulangi dengan adsorbat SO_4^{2-} dengan konsentrasi 100 ppm.

- b. Pengaruh waktu kontak dan komposisi adsorbat terhadap kapasitas adsorpsi ion Cl^- dan SO_4^{2-}

Sebanyak 1 g zeolit aktif (zeolit hasil modifikasi pada temperatur kalsinasi optimum) dimasukkan dalam erlenmeyer yang berisi 50 mL sampel adsorbat I dan digoyang menggunakan shaker 200 rpm selama 30 menit. Kemudian zeolit disaring dan filtratnya dianalisa.

Langkah diatas diulangi dengan waktu kontak berbeda sesuai dengan variasi waktu kontak yang telah ditentukan yaitu 30, 60, 90, 120 dan 150 menit.

Dan langkah diatas diulangi juga untuk sampel adsorbat II, III, IV dan V.

| Sampel adsorbat | Konsentrasi Cl^- (ppm) | Konsentrasi SO_4^{2-} (ppm) |
|-----------------|------------------------------------|---|
| I | 0 | 100 |
| II | 25 | 75 |
| III | 50 | 50 |
| IV | 75 | 25 |
| V | 100 | 0 |

3.3.4 Analisa

- a. Analisa Cl^- dengan metode argentometri

Sebanyak 10 mL sampel yang akan dititrasi ditambah dengan 2 tetes indikator K_2CrO_4 kemudian dititrasi dengan larutan standart AgNO_3 hingga terjadi perubahan warna menjadi kuning kemerah-merahan pada titik akhir titrasi.

Kemudian dilakukan juga titrasi terhadap blangko.

Perhitungan :

$$[Cl^-] = \frac{(A - B) \cdot N_{AgNO_3} \cdot 35,45}{C} \cdot 1000 \text{ mg/L}$$

Dimana : A = volume titran pada titrasi sampel (mL)

B = volume titran pada titrasi blangko (mL)

C = volume sampel yang dititrasi (mL)

b. Analisa SO_4^{2-} dengan metode turbidimetri

Sebanyak 10 mL sampel yang akan dianalisa ditambah dengan 2 mL larutan elektrolit (NaCl dan HCl) dan selanjutnya diencerkan dengan aquadest sampai 100 mL. Setelah itu ditambahkan 0,3 g $BaCl_2$ lalu digojok selama 5 menit. Larutan selanjutnya dimasukkan dalam *tube* sampai tanda batas dan ditutup dengan *plunger*. Kemudian larutan dianalisa dengan turbidimeter dengan cara memutar tombol (*scale readings*) yang ada disebelah kanan, diatur sedemikian sehingga sinar yang ada didalam dan diluar lingkaran sama terangnya. Selanjutnya adalah membaca skala pada tombol (*scale readings*).

Dengan cara yang sama dilakukan analisa terhadap blangko.

Dengan cara mengkonversikankan skala yang diperoleh dengan grafik (*grafic for hellige turbidimeter*) maka diperoleh konsentrasi SO_4^{2-} (ppm).