BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Metode Penelitian

Sesuai tujuan, zeolit terdealuminasi digunakan untuk mengadsorpsi senyawa organik yang berbeda polaritas. Senyawa o-kresol dan natrium asetat dipilih sebagai model. Kemampuan adsorpsi diungkapkan dengan parameter penurunan konsentrasi.

a. Variabel yang dikonstankan meliputi berat zeolit, temperatur adsorpsi, kecepatan pengocokan, volume o-kresol dan natrium asetat.
b. Variabel bebas meliputi konsentrasi o-kresol dan natrium asetat.
c. Variabel yang dinilai adalah konsentrasi larutan o-kresol dan natrium asetat setelah adsorpsi, rasio Si/Al zeolit sebelum dan setelah dealuminasi.

3.2.Metode Analisis

Penurunan konsentrasi o-kresol dan natrium asetat ditentukan dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis, rasio Si/Al dilakukan dengan menganalisa kandungan Si dan Al menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS), serta untuk mengetahui jenis adsorpsi yang terjadi digunakan Spektroskopi Infra Merah-Transformasi Fourier (FTIR).

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.3.Alat dan Bahan

3.3.1. Alat :

1. Alat-alat gelas
2. Neraca analitik
3. Alat pengocok orbital shaker merk TS-330 A Tungstec Instrument. Co, LTD
4. Spektrofotometer UV-Vis merk Shimadzu-1201
5. Spektroskopi Serapan Atom (AAS) merk Pye Unicom Sp. 9, Phillips
6. Oven pengering
7. Spektroskopi Transformasi Fourier Infra Merah (FTIR) merk Shimadzu
8. Ayakan mesh

3.3.2. Bahan :

1. o-kresol (p.a)
2. Natrium asetat (p.a)
3. Larutan HCl 37 % (p.a)
4. $FeCl_3.6H_2O$ (p.a)
5. akuades
6. Zeolit perdagangan
7. $AgNO_3$ (p.a)

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Preparasi Bahan

- Zeolit

  Zeolit diayak dengan ukuran 60-100 mesh, dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120^0C selama 4 jam.

- Larutan HCl 6N

  Akuades dimasukkan labu ukur 500 mL kemudian 248,2 mL HCl 37% dimasukkan kedalam labu ukur dan ditambah akuades hingga tanda batas.

- Larutan o-kresol

  - Larutan standar o-kresol konsentrasi 20 mg/mL dibuat dengan menimbang 2 gram o-kresol dan dilarutkan dengan akuades sampai 100 mL, dari larutan tersebut dibuat larutan dengan konsentrasi 16, 12, 6, 1 mg/mL.
  - Dengan cara yang sama dibuat larutan dengan konsentrasi 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 mg/mL.

- Larutan natrium asetat

  - Larutan standar natrium asetat konsentrasi 100 mg/L dibuat dengan melarutkan 10 mg natrium asetat dan 4,6 mg $FeCl_3.6H_2O$ sampai volume 100 mL, dari larutan tersebut dibuat larutan dengan konsentrasi 80, 60, 30, 10 mg/L.
  - Dengan cara yang sama dibuat larutan dengan konsentrasi 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mg/L.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

3.4.2. Dealuminasi zeolit

Zeolit sebanyak 20 gram dididihkan dalam 150 ml HCl 6N selama 6 jam. Zeolit dicuci dengan akuades hingga ion kloridanya hilang. Ion klorida dalam filtrat diuji dengan larutan $AgNO_3$. Zeolit disaring dan dikeringkan pada suhu 120^0C.

3.4.3. Optimasi analisis

- Penentuan λ maksimum o-kresol dan Natrium asetat

  Ditentukan dengan Spektroskopi UV-Vis dengan konsentrasi o-kresol 20 mg/mL dan konsentrasi natrium asetat 100 mg/L.

- Pembuatan kurva kalibrasi

  Larutan o-kresol dengan konsentrasi 1, 6, 12, 16, 20 mg/mL dan larutan natrium asetat dengan konsentrasi 10, 30, 60, 80, 100 mg/L diukur serapannya pada λ maksimum kemudian dibuat kurva kalibrasi antara absorbansi dan konsentrasi.

- Penentuan waktu pengocokan

  - Larutan o-kresol 20 mg/mL dan natrium asetat 100 mg/L sebanyak 50 mL dimasukkan dalam botol kemudian masing-masing ditambah 1 gram zeolit hasil dealuminasi.
  - Botol dikocok pada shaker dengan kecepatan 150 rpm selama 40, 80, 120, 160, dan 200 menit. Larutan disaring dan diukur serapannya pada λ maksimum masing-masing.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)

- Penentuan kemampuan adsorpsi zeolit terdealuminasi

  Larutan o-kresol dengan konsentrasi 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 mg/mL dan larutan natrium asetat dengan konsentrasi 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 mg/L sebanyak 50 mL dimasukkan kedalam botol kemudian masing-masing ditambah 1 gram zeolit hasil dealuminasi. Botol dikocok pada shaker dengan kecepatan 150 rpm selama waktu pengocokan optimum. Larutan disaring dan diukur serapannya pada λ maksimum masing-masing.

3.4.4. Penentuan Rasio Si/Al

Penentuan rasio Si/Al dilakukan dengan menganalisa kandungan Al dan Si dalam zeolit kering sebelum dan setalah dealuminasi menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS) merek Pye Unicom Sp.9, Phillips di Laboratorium Geokimia, Balai Penyelidikan dan Pengembangan Teknologi Kegunungapian, Yogyakarta.

3.4.5. Spektroskopi Infra Merah

Spektrum Infra Merah Zeolit sebelum dan sesudah digunakan untuk adsorpsi diperoleh dengan menggunakan Spektroskopi Transformasi Fourier Infra Merah jenis FTIR Shimadzu, yang dilakukan di Laboratorium Instrumental Jurusan Kimia UGM, Yogyakarta. Frekuensi yang diamati dari 400 – 4000 cm^{-1}.

This document is Undip Institutional Repository Collection. The author(s) or copyright owner(s) agree that UNDIP-IR may, without changing the content, translate the submission to any medium or format for the purpose of preservation. The author(s) or copyright owner(s) also agree that UNDIP-IR may keep more than one copy of this submission for purposes of security, back-up and preservation. (http://eprints.undip.ac.id)