

BAB III

METODOLOGI PERCOBAAN

3.1. Metoda penelitian

Metoda yang digunakan dalam penelitian ini adalah metoda impregnasi basah yaitu perendaman zeolit dalam larutan ammonium sulfat.

Preparasi percobaan ini terdiri dari:

1. Aktivasi zeolit alam dengan proses dehidrasi.
2. Pembuatan larutan ammonium sulfat 13,2%; 19,8%; 26,4%; 33% dan 39,6%.
3. Impregnasi zeolit dengan larutan ammonium sulfat yang telah dibuat.
4. Karakterisasi zeolit hasil impregnasi dengan metoda difraksi sinar X dan spektrofotometri infra merah.
5. Penentuan kapasitas adsorpsi zeolit dan laju desorpsi menggunakan metoda gravimetri.

3.2. Peralatan dan bahan

3.2.1. Peralatan

- Difraktometer sinar X tipe PW 3710 BASED merk Philips.
- Spektrofometer FTIR Merk Shimandju.
- Neraca analitis
- Oven kontroler

- Beker glass 250 ml dan 600 ml
- Cawan porselin
- Pengaduk
- Pipet ukur
- Labu ukur 100 ml
- Saringan 106 μm
- Corong

3.2.2. Bahan

- Zeolit alam dalam bentuk serbuk (106 μm) berasal dari daerah cikidang Sukabumi.
- Garam ammonium sulfat p.a.
- Aquades
- Asam klorida p.a (37%)
- Barium hidroksida okta hidrat p.a.

3.3. Prosedur penelitian

3.3.1. Impregnasi basah

1. Zeolit alam dicuci dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 2 jam.
2. Ditimbang 10 g zeolit alam selanjutnya dibungkus dalam kain kasa dan direndam dengan 50 mL larutan garam ammonium sulfat masing-masing pada konsentrasi (b/v) 13,2% (A1), 19,8%(A2), 26,4%(A3), 33%(A4), dan

39,6%(A5) selama 2 jam. kemudian diangkat dan didiamkan selama 24 jam, dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam.

3. Hasil yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 250°C selama 4 jam didalam oven kontroler selanjutnya didinginkan pada suhu kamar. Persedian ini digunakan untuk analisa selanjutnya yaitu karakterisasi dengan difraktometer sinar X dan spektrometer IR.

3.3.2. Penentuan kapasitas adsorpsi zeolit

Penentuan kapasitas adsorpsi zeolit terhadap ammonium sulfat berdasarkan pada penentuan konsentrasi sulfat sisa perendaman zeolit dalam larutan ammonium sulfat dengan metoda gravimetri sebagai berikut..

1. Diambil 10 mL filtrat sisa dari filtrat sisa perendaman zeolit A1,A2,A3,A4,dan A5 kemudian diencerkan sampai 100mL didalam labu ukur dengan aquades.
2. Diambil sebanyak 3mL dan ditempatkan dalam tabung reaksi yang sebelumnya sudah ditimbang kemudian ditambahkan kedalamnya 0.5 mL HCl 3,7% dan 5mL $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 5%.
3. Endapan yang terbentuk disentrifuge kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu 110°C selama 1 jam didalam oven. Endapan kering yang dihasilkan ditimbang.

3.3.3. Penentuan laju desorpsi ammonium sulfat

Penentuan laju desorpsi ammonium sulfat ditentukan berdasarkan banyaknya sulfat yang terlepas dari zeolit setiap waktu dengan metoda gravimetri sebagai berikut:

1. Sampel zeolit hasil impregnasi (A1, A2, A3, A4, A5) masing-masing ditimbang sebanyak 1 g kemudian di rendam dalam 100mL aquades.
2. Setiap 0,5; 1; 2; 4; 8; 16 dan 32 jam diambil filtratnya sebanyak 3 mL ditempatkan didalam tabung reaksi yang sebelumnya sudah ditimbang dan ditambahkan kedalamnya 0.5 mL HCl 3,7% dan 4mL Ba(OH)₂.8H₂O 5%.
3. Endapan yang terbentuk disentrifuge kemudian dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu 110°C selama 1 jam didalam oven, selanjutnya ditimbang.

