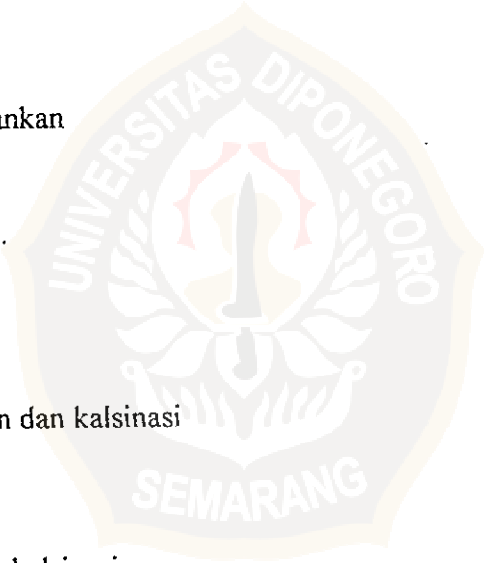


## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, meliputi perlakuan awal terhadap 3 sampel zeolit, perendaman zeolit dalam  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  selama 2 jam, kalsinasi pada suhu  $300\text{ }^\circ\text{C}$  dan terakhir dilakukan analisa hasil dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS), Transformasi Infra Red (FTIR), Difraksi Sinar X (XRD) serta penentuan luas permukaan dengan metode BET.

#### 3.1. Penetapan Variabel

- 
- a. Variabel yang dikonstantkan
    - Berat zeolit
    - Volume  $\text{NH}_4\text{NO}_3$
    - Konsentrasi  $\text{NH}_4\text{NO}_3$
    - Temperatur pemanasan dan kalsinasi
    - Waktu perendaman
    - Waktu pemanasan dan kalsinasi
  - b. Variabel bebas
    - Jenis sampel zeolit

#### 3.2. Parameter yang dinilai

- a. Rasio Si/Al

Pengukuran kadar atom Si dan Al menggunakan AAS

b. Identifikasi Al yang lepas

Pengukuran dengan FTIR, diharapkan terjadi pergeseran ke arah frekuensi yang lebih besar pada daerah ikatan T-O dengan meningkatnya kandungan Si.

c. Penentuan kristal penyusun zeolit

Penentuan kristal penyusun dilakukan dengan analisa XRD, dengan difraktogram XRD akan diketahui jenis kristal penyusun zeolit.

d. Luas permukaan

Metode BET dapat digunakan untuk menentukan luas permukaan zeolit.

### 3.3. Alat dan Bahan

#### 3.3.1. Alat-alat

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

a. Alat-alat dalam laboratorium kimia

Meliputi beker glas, erlenmeyer, kaca arloji, pipet volume, labu ukur, corong gelas, botol-botol kecil, lumpang porselen, gelas ukur, pH- meter, oven, furnace, penjepit panas, penyedot vacum

b. Instrumen analisis awal dan hasil dealuminasi

Dalam hal ini analisis dilakukan diluar laboratorium kimia fisik, yaitu:

- AAS dilakukan di Balai Teknik Kesehatan Lingkungan, Yogyakarta
- XRD dilakukan di PPTM Bandung

- FTIR dilakukan di Lab. Fakultas MIPA UGM, Yogyakarta
- Pengukuran luas permukaan dilakukan di BATAN, Yogyakarta

### 3.3.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah 3 sampel zeolit dari 3 daerah yang berbeda (Bayah, Cipatujah, dan Perdagangan),  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  P.a., aquades, kertas saring dan aluminium foil.

## 3.2. Cara Kerja

### 3.2.1. Preparasi Sampel

- Tiga sampel zeolit masing-masing dari Bayah, Cipatujah dan perdagangan, selanjutnya disebut dengan A,B dan C, dihaluskan, disaring dengan ayakan mesh ukuran 50-100 mesh
- Zeolit ukuran 50-100 mesh dicuci dengan aquades, disaring dan dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 2 jam (sampai diperkirakan kandungan air hilang dan diperoleh zeolit anhidrat).
- Larutan ammonium nitrat dibuat dengan melarutkan kristal  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  dalam aquades, sehingga diperoleh larutan  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  dengan konsentrasi 1 M.

### 3.2.2. Dealuminasi

Proses dealuminasi ini bertujuan untuk mengurangi kandungan aluminium pada zeolit alam sehingga diperoleh zeolit dengan rasio Si/Al lebih besar dari 10,

karena zeolit ini akan digunakan sebagai adsorben molekul organik nonpolar.

Metode yang digunakan adalah perendaman zeolit dalam  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ .

- Zeolit dicuci dan dikeringkan untuk menghilangkan kandungan air pada suhu  $120\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam (diperkirakan kandungan airnya habis dan diperoleh zeolit anhidrat)
- Lima puluh gram zeolit anhidrat direndam dalam 150 mL  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  1 M selama 4 jam, setelah itu zeolit rendaman dicuci sampai netral (pH mendekati 7)
- Zeolit yang telah netral dikalsinasi pada suhu  $300\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Zeolit hasil kalsinasi yang telah aktif disimpan dalam lemari vacum atau disimpan dalam botol yang tertutup rapat.
- Perlakuan yang sama untuk 2 sampel zeolit yang lain.

### 3.3. Karakterisasi Zeolit Hasil

Karakterisasi yang dilakukan untuk ke-3 jenis zeolit adalah penentuan rasio Si/Al. Analisa kandungan atom Si dan Al dilakukan dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS). Ketiga sampel zeolit (awal dan aktif) dianalisa kandungan atom Si dan Al-nya sehingga dapat dihitung rasio Si/Al-nya. Zeolit dengan rasio Si/Al terbesar dilakukan analisa lanjut dengan FTIR. Spektra khusus zeolit terdapat pada daerah infra merah sedang yaitu  $400\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ . Spektra ini memberikan penjelasan tentang jenis vibrasi yang berhubungan dengan ikatan Si-O dan Al-O.

Jenis mineral penyusun zeolit dapat ditentukan dengan menggunakan teknik difraksi sinar X, sedangkan tingkat kekristalan (kristalinitas) dapat diketahui dengan membandingkan puncak-puncak dalam difraktogram sebelum dan sesudah dealuminasi.

Dealuminasi akan meningkatkan luas permukaan. Untuk mengetahui luas permukaannya, zeolit dianalisa dengan menggunakan metode BET, luas permukaan awal dibandingkan dengan luas permukaan zeolit terdealuminasi sehingga dapat diketahui kenaikan luas permukaan zeolit tersebut.

