

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan dalam dua tahap yaitu preparasi zeolit terdealuminasi dan adsorpsi surfaktan anionik oleh zeolit terdealuminasi. Analisa hasil dilakukan dengan metode MBAS, turbidimetri dan tegangan permukaan untuk larutan surfaktan anionik. Untuk mengetahui perbandingan Si/Al zeolit hasil dealuminasi dilakukan analisa menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS). Sedangkan zeolit aktif sebelum dan sesudah digunakan sebagai adsorben dianalisa menggunakan Fourier Transformasi Infra Red (FTIR) serta ditentukan luas permukaan spesifiknya.

3.1. Penetapan Variabel

a. Variabel yang dikendalikan

Tahap 1

- Berat zeolit
- Temperatur kalsinasi
- Temperatur perendaman/pendinginan
- Konsentrasi NH_4NO_3
- Waktu perendaman

Tahap 2

- Jenis adsorben

- Berat adsorben
 - Volume adsorbat
 - Temperatur adsorpsi
 - Kecepatan pengadukan
- b. Variabel bebas

Tahap 2

- Waktu kontak Adsorpsi
- Konsentrasi adsorbat

3.2. Parameter Yang Dinilai

- a. Rasio Si/Al zeolit

Penentuan perbandingan Si/Al menggunakan AAS.

- b. Konsentrasi surfaktan anionik sebelum dan sesudah adsorpsi.

Konsentrasi ABS ditentukan dengan metode analisa MBAS dan konsentrasi Na-stearat ditentukan dengan metode turbidimetri.

- c. Tegangan permukaan larutan surfaktan.

Kenaikan tegangan permukaan surfaktan anionik sisa adsorpsi ditentukan dengan metode kenaikan pipa kapiler.

- d. Luas permukaan zeolit.

Penentuan luas permukaan zeolit terdealuminasi sebelum dan sesudah adsorpsi ditentukan dengan metode BET.

e. Jenis adsorpsi

Analisa FTIR untuk mengetahui jenis adsorpsi antara adsorbat dan adsorben.

3.3. Alat dan Bahan

3.3.1. Alat

Dalam proses modifikasi, adsorpsi dan karakterisasi awal atau hasil diperlukan sejumlah peralatan dan instrumen analisis yang terdiri dari :

a. Peralatan

Meliputi alat-alat gelas, ayakan zeolit, pH-meter, oven, pembakar, kompor listrik, neraca analitis, dan centrifugasi.

b. Instrumen analisis

- AAS merk Pye Unicom Sp.9, Philips di Balai Vulkanologi Yogyakarta.
- Nova 2.00 di BATAN Yogyakarta.
- FTIR-8201 pc merek Shimatzhu.
- Turbidimeter
- Spektronik 20
- Pengocok Orbital Shaker merk TC-330 A Tungtsee

3.3.2. Bahan

Bahan yang digunakan meliputi zeolit Ciptujuh, NH_4NO_3 p.a, ABS teknis, Natrium stearat teknis, H_2SO_4 p.a, CHCl_3 p.a, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ p.a, Metilen biru p.a, aquades, kertas saring whatman 41 dan aluminium foil.

3.4. Cara Kerja

3.4.1. Preparasi

- a. Pembuatan larutan NH_4NO_3 dengan konsentrasi 1 M.

Melarutkan sebanyak 80,04 gram NH_4NO_3 dengan aquades dalam labu takar 1000 ml.

- b. Pembuatan larutan ABS dengan konsentrasi 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 ppm.

Sebanyak 10 mg ABS dilarutkan dalam labu takar 1000 ml dengan aquades. Dari larutan tersebut diambil 25, 50, 75, 100, 125 dan 150 ml, masing-masing diencerkan dalam labu takar 500 ml.

- c. Pembuatan larutan Natrium stearat dengan konsentrasi 25, 50, 75, 100, dan 125 ppm.

Sebanyak 500 mg Natrium stearat dilarutkan dalam labu takar 1000 ml dengan aquades. Selanjutnya dari larutan tersebut diambil 25, 50, 75, 100 dan 125 ml diencerkan dengan aquades dalam labu takar 500 ml.

- d. Pembuatan larutan metilen biru 30 ppm.

Sebanyak 50 mg metilen biru dilarutkan dalam 50 ml aquades. 15 ml larutan tersebut dipindahkan kedalam labu takar 500 ml kemudian ditambah 250 ml aquades, 20 ml asam sulfat 6 N, dan 25 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, terakhir diencerkan dengan aquades hingga tanda batas.

e. Larutan pencuci fosfat.

Labu takar 500 ml diisi dengan 250 ml aquades, kemudian ditambah dengan 20 ml asam sulfat 6 N, dan 25 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, encerkan dengan aquades hingga tanda batas.

f. Persiapan sampel zeolit alam

Zeolit kering asal cipatujah, Jawa Barat, di tumbuk halus dan di ayak dengan ukuran 100-200 mesh, dicuci dengan aquades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 2 jam (sampai diperkirakan kandungan air hilang dan diperoleh zeolit anhidrat).

3.4.2. Dealuminasi zeolit

Dilakukan untuk memperoleh zeolit aktif dengan ratio Si/Al lebih besar dari 10 sehingga dapat digunakan sebagai adsorben senyawa organik non polar dalam hal ini surfaktan anionik. Metode yang digunakan adalah perendaman zeolit dalam amonium nitrat, meliputi beberapa tahap :

- 250 g zeolit anhidrat direndam 625 ml NH_4NO_3 1 M selama 4 jam.
- Sampel disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades hingga mendekati pH normal.
- zeolit di kalsinasi pada suhu 300 °C selama 2 jam, kemudian didinginkan pada suhu kamar.

3.4.3. Adsorpsi

a. Penentuan waktu kontak optimum.

- ABS

Zeolit aktif dimasukkan kedalam larutan surfaktan ABS, dikocok pada kecepatan 100 rpm selama 20, 40, 60, 80 dan 100 menit, kemudian dicentrifuge dan disaring. Filtrat dikomplekkan dengan metilen biru, lalu diekstrak dengan kloroform. Konsentrasi ABS diukur sebagai konsentrasi MBAS.

- Natrium stearat

Menggunakan prosedur yang sama dengan ABS namun filtrat diukur kekeruhannya lalu ditentukan konsentrasinya.

b. Penentuan pengaruh konsentrasi surfaktan anionik pada daya adsorpsi zeolit.

- ABS

Zeolit aktif dimasukkan kedalam larutan ABS pada konsentrasi 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5 dan 3 ppm, dikocok, dicentrifuge lalu disaring, filtrat ditentukan konsentrasinya sebagai konsentrasi MBAS.

- Natrium stearat

Zeolit aktif dimasukkan kedalam larutan Natrium stearat pada konsentrasi 25, 50, 75, 100, 125 dan 150 ppm, di kocok, dicentrifuge lalu disaring, filtrat diukur kekeruhannya kemudian ditentukan konsentrasinya.

3.4.4. Karakterisasi larutan surfaktan dan zeolit.

a. Larutan surfaktan

- Penentuan konsentrasi surfaktan anionik.

Metode turbidimetri digunakan untuk menentukan konsentrasi Natrium stearat, berdasarkan kekeruhan larutan yang diamati dengan turbidimetri. Sedangkan konsentrasi ABS ditentukan dengan metode Bahan Aktif Metilen Biru (MBAS).

- Penentuan Tegangan Permukaan.

Tegangan permukaan larutan surfaktan anionik ditentukan dengan menggunakan metode kenaikan pipa kapiler. Analisa dilakukan dengan cara mengukur tinggi larutan dalam pipa kapiler untuk larutan surfaktan awal dan larutan sisa adsorpsi optimum.

b. Zeolit Hasil

- Penentuan ratio Si/Al.

Kandungan Si dan Al dalam zeolit sebelum dan sesudah dealuminasi dianalisa menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (AAS).

- Penentuan luas permukaan spesifik adsorben.

Analisa luas permukaan spesifik dilakukan pada zeolit aktif awal dan zeolit aktif sisa adsorpsi pada kondisi optimum dengan metode BET.

- Analisa FTIR

Spektra IR zeolit diamati dari range bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} , untuk zeolit aktif awal dan zeolit aktif sisa adsorpsi optimum.