

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 PERALATAN DAN BAHAN-BAHAN

III.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain. autoklaf HCYS, tungku kalsinasi, *furnace*, pH meter, peralatan gelas, cawan teflon, neraca analitis, *gas sorption analyzer* Quantachrome Corporation NOVA-1000, dan spektrofotometer UV.

III.1.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit alam asal Cipatujah (Tasikmalaya, Jawa Barat), HF 1%, HCl 3N, TMACl, asam stearat, benzena, dan aquades.

III.2 VARIABEL PENELITIAN

III.2.1 Variabel tetap

Variabel yang dikonstankan dalam penelitian ini adalah. berat zeolit, konsentrasi HF, volume HF, konsentrasi HCl, volume HCl, berat TMACl, temperatur hidrotermal, temperatur kalsinasi, waktu kalsinasi, konsentrasi adsorbat, dan waktu kontak adsorpsi.

III.2.2 Variabel berubah

Variabel yang divariasi dalam penelitian ini antara lain. waktu hidrotermal, jenis adsorbat.

III.2.3 Variabel yang dinilai

Variabel yang dinilai adalah distribusi ukuran pori, volume pori, luas permukaan, dan persentase adsorpsi.

III.3 PROSEDUR KERJA

III.3.1 Dealuminasi zeolit

1. Sebanyak 500 g zeolit alam Cipatujah dipanaskan dalam furnace 300°C selama 2 jam.
2. Zeolit tersebut direndam dengan HF 1% selama 20 menit sambil diaduk selanjutnya dipisahkan endapannya.
3. Endapan yang diperoleh setelah kering direndam dalam HCl 3N dan dipanaskan selama 3 jam kemudian didinginkan pada suhu kamar dan disaring.
4. Endapan yang didapat dinetralkan dengan aquades sampai pH=7 dan dikeringkan.
5. Zeolit terdealuminasi tersebut dihaluskan dan diayak dengan ayakan ukuran 106 μm .

III.3.2 Hidrotermal

1. Sebanyak 22 g zeolit hasil dealuminasi dimasukkan dalam gelas beker selanjutnya ditambahkan 3,6 g TMACl dan air 30 mL dan diaduk selama 15 menit.
2. Campuran tersebut dimasukan dalam autoklaf HCYS dan dipanaskan pada 200°C selama 6, 12, 18, 24, dan 30 jam kemudian didinginkan dan dipisahkan endapannya. Autoklaf HCYS merupakan desain kami sendiri dan skemanya disajikan pada Gambar III.1.

III.3.3 Kalsinasi

Zeolit hasil hidrotermal dimasukkan dalam tungku kalsinasi dan dipanaskan sampai temperatur 400°C selama 4 jam dengan dialiri gas N₂ dengan kecepatan 20 mL/menit. Tungku kalsinasi juga merupakan desain kami sendiri dan skemanya disajikan pada Gambar III.2.

III.3.4 Karakterisasi Hasil

Zeolit aktif hasil modifikasi kemudian dikarakterisasi dengan metode adsorpsi gas untuk menentukan: distribusi ukuran pori, volume pori, dan luas permukaan.

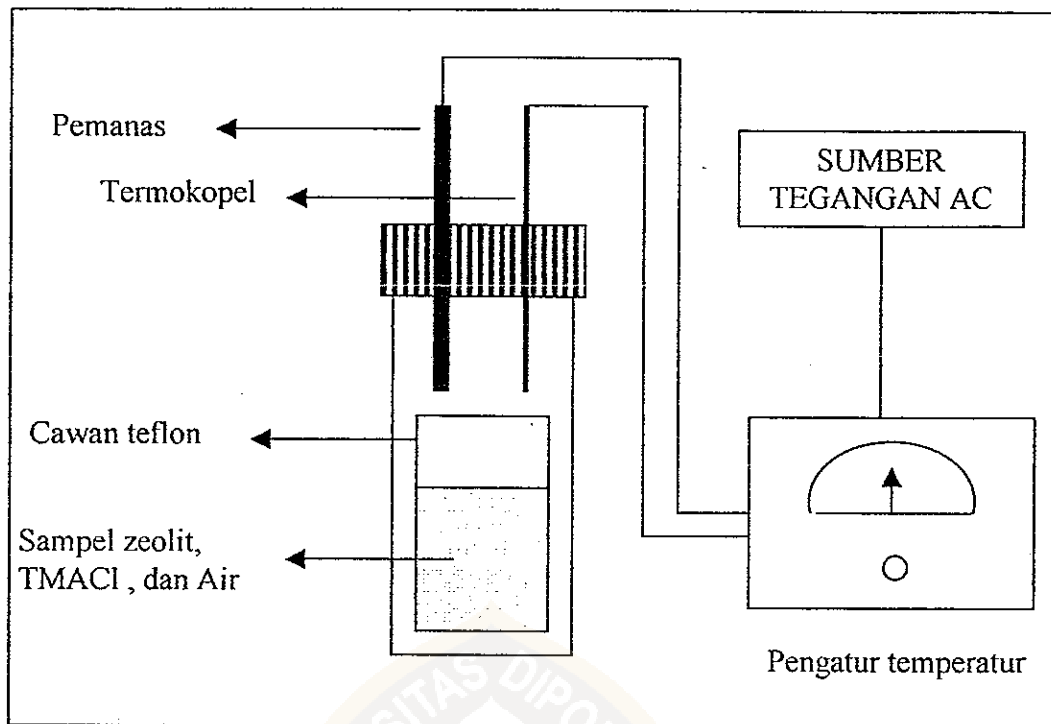
III.3.5 Uji Kemampuan Adsorpsi Zeolit Termodifikasi

Uji adsorpsi dilakukan dengan adsorbat meliputi: asam stearat dan benzena. Zeolit alam sebelum modifikasi dan zeolit hasil hidrotermal selama 6, 12, 18, 24, dan 30 jam sebanyak 1 gram masing-masing dimasukkan dalam 25 mL larutan adsorbat dengan konsentrasi 5 g/L. Setelah itu campuran diaduk selama 30 menit dan dipisahkan endapannya. Penentuan konsentrasi adsorbat menggunakan metode spektrofotometri UV.

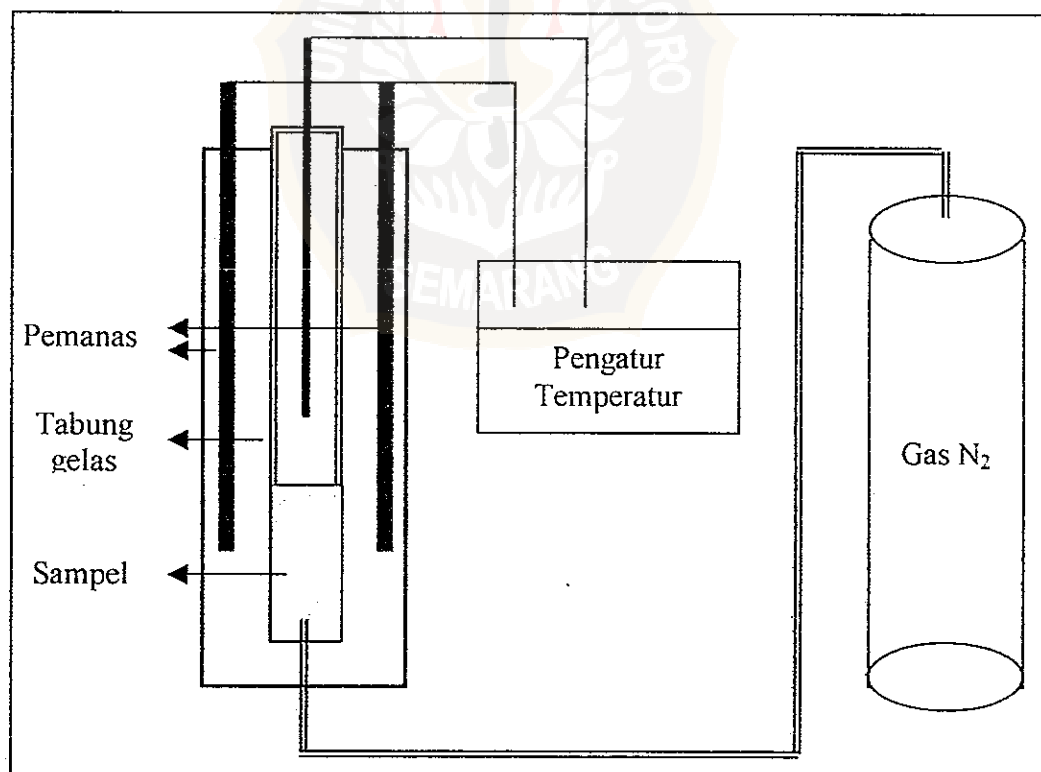
Penetapan Kode

Tabel III.1 Penetapan kode sampel

Sampel	Kode
Zeolit alam Cipatujah	ZA
Zeolit terhidrotermal 6 jam	ZH-6
Zeolit terhidrotermal 12 jam	ZH-12
Zeolit terhidrotermal 18 jam	ZH-18
Zeolit terhidrotermal 24 jam	ZH-24
Zeolit terhidrotermal 30 jam	ZH-30



Gambar III.1 Desain Autoklaf HCYS



Gambar III.2 Desain tungku kalsinasi