

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1. Metode Penelitian

Dalam penelitian ini, dilakukan tiga tahap:

##### 1. Pembuatan zeolit terdealuminasi

Zeolit yang digunakan adalah zeolit alam asal Cipatujah Jawa Barat. Dididihkan dengan larutan HCl. Setelah dididihkan, dinetralkan dengan akuades dan dikeringkan.

##### 2. Proses hidrotermal

Zeolit terdealuminasi direaksikan dengan tetra metil ammonium klorida dalam reaktor autoklaf.

##### 3. Proses Adsorpsi

Produk dicoba untuk memisahkan campuran antara asam oleat dan heksana.

#### 3.1.1. Variabel Penelitian

##### 3.1.1.1. Variabel Tetap

- Berat zeolit
- Temperatur dealuminasi
- Waktu dealuminasi
- Temperatur proses hidrotermal
- Waktu proses hidrotermal

- Volume larutan asam oleat dan heksana
- Waktu adsorpsi

### 3.1.1.2 Variabel berubah

Rasio tetra metil ammonium klorida : zeolit

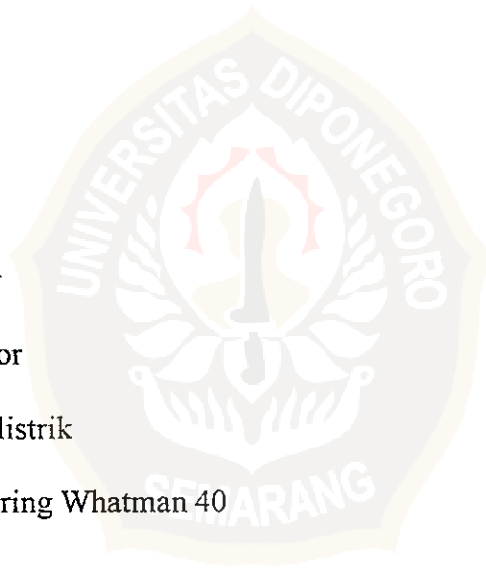
## 3.2. Parameter yang dinilai

- Ukuran pori sebelum dan sesudah hidrotermal
- Absorbansi asam oleat sebelum dan sesudah adsorpsi

## 3.3. Alat dan Bahan

### 3.3.1. Alat

- Ayakan
- Oven
- pH meter
- Deksikator
- Kompor listrik
- Kertas saring Whatman 40
- Timbangan
- Seperangkat alat gelas
- Alat Pengukur Serapan Gas
- Tungku Candradimuka



### 3.3.2. Bahan

- Zeolit Cipatujah
- HCl 6 N
- Aquades
- Tetra metil amonium klorida

### 3.4. Cara Kerja

#### 3.4.1. Persiapan / Preparasi

1. Pembuatan larutan HCl dengan konsentrasi 6 N
2. Persiapan sampel zeolit alam asal Cipatujah Jawa Barat  
Zeolit kering ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan mesh ukuran 100 mesh.
3. Persiapan pengaktifan sampel  
Zeolit sebanyak 250 gram dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

#### 3.4.2. Tahap Dealuminasi

1. Zeolit sebanyak 50 gram dimasukkan ke dalam beker glass, lalu ditambahkan larutan HCl 250 mL.
2. Campuran dididihkan selama 3 jam.
3. Perlakuan 1 dan 2 diulang terhadap zeolit yang lain.
4. Sampel didinginkan, dan disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan akuades hingga pH mendekati normal.
5. Zeolit dipanaskan pada temperatur 300°C selama 2 jam.

6. Didinginkan di dalam deksikator

### 3.4.3. Perancangan Autoklaf

1. Dipersiapkan baja stainless dengan tinggi 22 cm.
2. Tinggi badan autoklaf 15 cm, dengan diameter 3 inch.
3. Tinggi tutup 3 cm dengan diameter 4 inch.
4. Pemasangan termocouple dan heater pada termokontrol.

Rancangan alat dapat dilihat pada lampiran 15.

### 3.4.4. Proses Hidrotermal

1. Sebanyak 15 gram zeolit dicampur dengan tetra metil amonium klorida dengan rasio TMA:zeolit sebesar 1, 5, 10, 50, dan 100% b/b. Selanjutnya disebut ZH1, ZH2, ZH3, ZH4, dan ZH5.
2. Campuran ditambah dengan akuades sebanyak 32,5 mL. lalu diaduk selama 15 menit.
3. Larutan dimasukkan dalam autoklaf HCYS selama 48 jam pada suhu 150°C.
4. Campuran di kalsinasi pada suhu 400° C selama 4 jam.
5. Produk hidrotermal dianalisa ukuran porinya dengan alat Pengukur Serapan Gas.

### 3.4.5. Uji Adsorpsi

1. Sebanyak 5 g produk ditambah dengan 25 mL 4,27 ppm larutan asam oleat dan heksana.
2. Campuran diaduk selama 10 menit.
3. Diukur absorbansi asam oleat dengan spektrofotometer UV/Vis menggunakan blanko heksana pada panjang gelombang 310 nm.

