

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Peralatan dan Bahan-bahan

3.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: ayakan, oven, mortar, seperangkat alat gelas, autoklaf HCYS, tungku kalsinasi, furnace, pH meter, cawan teflon, neraca analitis, kompor listrik dan difraktometer sinar-x.

3.1.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: zeolit alam asal Wonosari (DI. Yogyakarta), HCl 6N 37 % p.a, NH₄NO₃ p.a, Lauril Dimetil Benzil Ammonium Klorida (C₁₂DMBACl) dan akuades.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel yang dinilai

Variabel yang dinilai adalah kristalinitas zeolit dan komposisi mineral zeolit

3.2.2 Variabel Bebas

Variable bebas dalam penelitian ini adalah konsentrasi molekul pengarah,

3.2.3 Variabel yang dikendalikan

Variabel yang dikonstankan dalam penelitian ini adalah: berat zeolit, konsentrasi HCl, volume HCl, konsentrasi NH₄NO₃, volume NH₄NO₃, suhu hidrotermal, waktu hidrotermal, suhu kalsinasi, dan waktu kalsinasi.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi Larutan HCl dan NH_4NO_3

1. Pembuatan larutan HCl 6 N dan larutan NH_4NO_3 2 N, untuk proses dealuminasi
2. Persiapan sampel zeolit alam asal Wonosari
Zeolit kering ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan mesh dengan ukuran 150 μm
3. Persiapan pengaktifan
Zeolit sebanyak 500 gram dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

3.3.2 Tahap Dealuminasi

1. Zeolit sebanyak 100 gram ditambahkan HCl 6 N dalam gelas beker.
2. Dilakukan perendaman selama 4 jam dan setiap $\frac{1}{2}$ jam diaduk.
3. Sampel disaring dengan kertas saring dan dinetralkan dengan akuades hingga pH mendekati normal, dan dikeringkan.
4. Endapan yang telah kering direndam kembali dalam larutan NH_4NO_3 2N, perendaman dilakukan selama 4 jam dan dilanjutkan dengan penetralan dan pengeringan.
5. Zeolit yang telah kering dipanaskan selama 4 jam pada suhu 250 °C kemudian didinginkan.
6. Dealuminasi bertujuan untuk meningkatkan rasio Si/Al dalam zeolit.

3.4.3 Perlakuan Hidrotermal

1. Zeolit dicampur dengan $\text{C}_{12}\text{DMBACl}$ pada variasi konsentrasi $\text{C}_{12}\text{DMBACl}$ /zeolit (w/w) masing-masing adalah 10, 20, dan 30 %

2. Campuran ditambah dengan akuades dan diaduk selama 15 menit.
3. Larutan dimasukkan kedalam autoklaf HCYS dan dipanaskan pada suhu 150 °C selama 24 jam.
4. Proses hidrotermal bertujuan untuk penataan ulang kerangka zeolit dengan bantuan molekul pengarah.

3.4.4 Kalsinasi

Zeolit hasil hidrotermal dimasukkan kedalam tungku kalsinasi dan dipanaskan sampai temperatur 400°C selama 4 jam dengan dialiri gas N₂ yang bertujuan untuk mendekomposisi molekul pengarah yang ditambahkan pada saat hidrotermal.

3.4.5 Karakterisasi Hasil

Zeolit hasil kemudian dikarakterisasi dengan alat Difraktometer Sinar-X.

Data dari difraksi sinar-x diolah lebih lanjut untuk menentukan:

1. Kristalinitas Zeolit

Penentuan kristalinitas didasarkan pada luasan didaerah 5-60°, 2 θ yang telah terkoreksi. Prosentase kristalinitas didapat melalui persamaan (2.1).

2. Komposisi mineral penyusun zeolit

Penentuan komposisi zeolit dihitung dari perbandingan luas area spesifik dari mineral-mineral yang ada.

Penetapan Kode

Tabel 2.2 Penetapan kode sampel

Sampel	Kode
Zeolit alam Wonosari	NZ
Zeolit aktivasi	AZ
Zeolit modifikasi 10 %	MZ ₁
Zeolit modifikasi 20 %	MZ ₂
Zeolit modifikasi 30 %	MZ ₃

