

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu:

1. Preparasi zeolit untuk mendapatkan serbuk zeolit berdiameter partikel 50 – 150, 150 – 250, dan 250 – 850 μm .
2. Dealuminasi melalui perendaman dalam HCl 6 N dan NH_4NO_3 2 N dilanjutkan kalsinasi dengan variasi suhu 200, 250, 300, 350, dan 400 $^\circ\text{C}$.
3. Karakterisasi zeolit alam dan zeolit terdealuminasi menggunakan AAS, XRD, BET, dan FTIR.

3.2 Parameter Penelitian

3.2.1 Parameter tetap

- Perbandingan berat zeolit dengan volume HCl atau NH_4NO_3
- Konsentrasi HCl dan NH_4NO_3
- Waktu dealuminasi
- Suhu dealuminasi
- Waktu kalsinasi

3.2.2 Parameter berubah

- Diameter partikel zeolit
- Suhu kalsinasi

3.2.3 Parameter yang dinilai

- Rasio Si/Al sebelum dan sesudah dealuminasi
- Luas permukaan zeolit sebelum dan sesudah dealuminasi
- Kristalinitas dan komposisi mineral zeolit alam dan zeolit terdealuminasi
- Gugus yang terikat pada zeolit

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat-alat yang digunakan

Peralatan yang digunakan antara lain adalah neraca analitis, ayakan, seperangkat alat gelas, respirator, pH meter, oven, furnace, dan peralatan karakterisasi berupa AAS, XRD, BET, dan FTIR.

3.3.2 Bahan-bahan yang digunakan

Zeolit alam yang digunakan berasal dari Wonosari, Yogyakarta. Sedangkan Larutan HCl dan NH_4NO_3 dibuat dari bahan p.a buatan Merck. Untuk pembuatan larutan dan pencucian digunakan akuades.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Preparasi

1. Persiapan sampel zeolit alam.

Zeolit ditumbuk kemudian diayak menggunakan ayakan ukuran 50, 150, 250, dan 850 μm , kemudian dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

2. Pembuatan larutan HCl 6 N dari larutan induk p.a 37% buatan Merck
3. Pembuatan larutan NH_4NO_3 2 N dari kristal p.a.

3.4.2 Tahap dealuminasi

A. Variasi suhu kalsinasi

1. Zeolit berdiameter partikel 50 – 150 μm sebanyak 400 g direndam dengan HCl 6 N sebanyak 800 mL selama 4 jam dan diaduk setiap 30 menit.
2. Sampel disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH filtrat mendekati netral.
3. Zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 3 jam.
4. Prosedur selanjutnya, zeolit hasil perlakuan 1,2,3 direndam dalam NH_4NO_3 2 N selama 4 jam dengan perlakuan sama.
5. Sampel dicuci dengan akuades hingga pH mendekati netral
6. Zeolit kering dikalsinasi dalam furnace dengan variasi suhu 200, 250, 300, 350, dan 400 °C.
7. Produk dikarakterisasi dengan AAS untuk menentukan rasio Si/Al. Suhu kalsinasi yang menghasilkan rasio Si/Al tertinggi digunakan untuk variasi diameter partikel.

B. Variasi diameter partikel

Proses ini sama dengan proses sebelumnya, hanya saja zeolit alam yang digunakan yaitu zeolit berdiameter partikel 150 – 250 dan 250 – 850 μm dan kalsinasi dilakukan pada suhu optimal hasil proses sebelumnya.

3.4.3 Karakterisasi

Zeolit alam dan zeolit terdealuminasi dikarakterisasi dengan AAS untuk mengetahui kandungan Si dan Al, XRD untuk menentukan kristalinitas dan komposisi mineral zeolit, BET untuk mengetahui luas permukaan zeolit, dan FTIR untuk mengetahui gugus yang terikat pada zeolit.