

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan beberapa tahap :

1. Dealuminasi zeolit dengan variasi konsentrasi NH_4NO_3

Zeolit alam Wonosari direndam dalam HCl pada konsentrasi 6 N, kemudian dinetralkan dan dilanjutkan perendaman dalam NH_4NO_3 dengan variasi konsentrasi 0,5, 1, 1,5, 2, dan 2,5 N.

2. Dealuminasi zeolit dengan variasi konsentrasi HCl

Zeolit alam Wonosari direndam dalam larutan HCl dengan variasi konsentrasi 4, 5, 6 dan 7 N, kemudian dinetralkan dan dilanjutkan perendaman dalam NH_4NO_3 pada konsentrasi NH_4NO_3 optimum.

3. Proses Kalsinasi

Zeolit terdealuminasi dikalsinasi pada suhu 250°C .

4. Karakterisasi Hasil

Zeolit alam dan zeolit terdealuminasi dikarakterisasi dengan AAS, XRD, BET, dan FTIR.

3.2 Variabel Penelitian

3.2.1 Variabel Yang Dikonstankan

- Diameter partikel zeolit
- Waktu perendaman

- Suhu perendaman
- Waktu kalsinasi
- Suhu kalsinasi

3.2.2 Variabel Bebas

- Konsentrasi HCl
- Konsentrasi NH_4NO_3

3.2.3 Parameter yang dinilai:

- Rasio Si/Al zeolit alam dan zeolit terdealuminasi
- Luas permukaan zeolit alam dan zeolit terdealuminasi
- Kristalinitas dan komposisi mineral zeolit
- Gugus-gugus yang terikat di dalam zeolit

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat yang digunakan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah neraca analitis, ayakan, seperangkat alat gelas, corong Buchner, Aluminium foil, pH meter, kertas saring, furnace/oven, dan peralatan analisis (AAS, XRD, BET dan FTIR).

3.3.2 Bahan yang digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain zeolit alam Wonosari, HCl p.a 37 %, NH_4NO_3 , dan Aquades.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Persiapan / Preparasi

1. Persiapan sampel zeolit alam asal Wonosari, DI Yogyakarta

Zeolit kering ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan mesh ukuran 100 mesh, kemudian dicuci dengan akuades dan dikeringkan.

2. Pembuatan larutan HCl dengan konsentrasi 4, 5, 6, dan 7 N dari HCl 37%.
3. Pembuatan larutan NH_4NO_3 dengan konsentrasi 0,5, 1, 1,5, 2, dan 2,5 N dari kristal NH_4NO_3 .

3.4.2 Tahap Dealuminasi

A. Dealuminasi dengan variasi konsentrasi NH_4NO_3

1. Zeolit sebanyak 400 gram dimasukkan kedalam beaker gelas, kemudian ditambahkan 800 mL larutan HCl 6 N.
2. Campuran direndam selama 4 jam dan diaduk setiap $\frac{1}{2}$ jam.
3. Sampel disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan akuades hingga pH filtrat mendekati netral.
4. Zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 2 jam.
5. Zeolit dibagi dalam 5 beaker gelas, kemudian masing-masing direndam dengan larutan NH_4NO_3 dengan variasi konsentrasi 0,5, 1, 1,5, 2, dan 2,5 N selama 4 jam dengan pengadukan setiap $\frac{1}{2}$ jam.
6. Ulangi perlakuan 3 dan 4 untuk setiap sampel.
7. Zeolit dikalsinasi pada suhu 250°C selama 4 jam.

8. Zeolit hasil dealuminasi dianalisis dengan AAS untuk menentukan rasio Si/Al sehingga dapat diperoleh konsentrasi NH_4NO_3 optimum.

B. Dealuminasi dengan variasi konsentrasi HCl

1. Zeolit sebanyak 100 gram dimasukkan kedalam beaker gelas, kemudian ditambahkan larutan HCl 200 mL dengan konsentrasi 4 N.
2. Campuran direndam selama 4 jam dan diaduk setiap $\frac{1}{2}$ jam.
3. Perlakuan 1 dan 2 diulang dengan konsentrasi HCl 5, 6, dan 7 N.
4. Sampel disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan akuades hingga pH filtrat mendekati netral.
5. Zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam, kemudian masing-masing zeolit direndam dalam larutan NH_4NO_3 pada konsentrasi optimum selama 4 jam dengan pengadukan setiap $\frac{1}{2}$ jam, dan dilanjutkan pencucian dengan akuades hingga pH filtrat mendekati netral.
6. Zeolit dikalsinasi pada suhu $250\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam.
7. Zeolit hasil dealuminasi dianalisis dengan AAS untuk menentukan rasio Si/Al sehingga diperoleh konsentrasi HCl optimum.

3.4.3 Karakterisasi hasil

Zeolit alam dan zeolit terdealuminasi dikarakterisasi dengan BET untuk mengetahui luas permukaan, FTIR untuk mengetahui gugus-gugus yang terikat, serta XRD yang dapat menunjukkan adanya transformasi komposisi mineral dan kristalinitas.