

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

Pada penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap yaitu preparasi, dealuminasi zeolit, adsorpsi dan karakterisasi.

#### **3.1. Penetapan Variabel**

##### **3.1.1. Variabel Dikendalikan**

###### **3.1.1.1. Proses dealuminasi zeolit**

1. Berat zeolit : 500 gram
2. Jenis zeolit : zeolit Bayah
3. Temperatur kalsinasi : 550 °C
4. Ukuran zeolit : 100 – 150 mesh
5. Temperatur perendaman : temperatur kamar
6. Konsentrasi NH<sub>4</sub>Cl : 1 M
7. Waktu perendaman : 4 jam
8. Konsentrasi HCl : 1%

###### **3.1.1.2. Proses adsorpsi**

1. Jenis adsorben : zeolit terdealuminasi
2. Berat adsorben : 2 gram
3. Temperatur adsorpsi : temperatur kamar

##### **3.1.2. Variabel Bebas**

###### **1. Tempat pengambilan sampel**

- a. Inlet (kolam pembuangan limbah langsung dari pabrik PUSRI)

b. Outlet (kolam limbah dari inlet yang telah diendapkan)

2. Waktu pengambilan sampel

- a. Pagi
- b. Siang

**3.1.3. Parameter yang Dinilai**

1. Rasio Si/Al zeolit

Penentuan perbandingan Si/Al menggunakan AAS

2. Konsentrasi  $\text{NO}_3^-$  dalam limbah cair dan filtrat sesudah proses adsorpsi

Penentuan konsentrasi  $\text{NO}_3^-$  menggunakan spektrofotometer.

**3.2. Alat dan Bahan**

**3.2.1. Alat**

1. Peralatan analisis, meliputi :

- Gelas beaker 50 mL, 100 mL, dan 1 L
- Pipet gondok 50 mL, 5 mL, 4 mL dan 1 mL
- pH-meter
- Oven
- Neraca analitis
- *Stirrer* dan *magnetic stirrer*

2. Instrumen analisis

- AAS
- Spektrofotometer UV – Vis HACH DR-4000 HX

### 3.2.2. Bahan

Bahan yang digunakan meliputi;

- Zeolit Bayah
- Larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M
- Kertas saring *whatman sterile membrane filter*
- Larutan HCl 1%
- Larutan Brucine-sulfanilat
- Akuades

### 3.3. Cara Kerja

#### 3.3.1. Preparasi

1. Pembuatan larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dengan konsentrasi 1 M.
2. Pembuatan larutan HCl dengan konsentrasi 1%.
3. Persiapan sampel zeolit alam

Zeolit kering asal Bayah, Jawa barat, ditumbuk halus dan diayak dengan ukuran 100 – 150 mesh, dicuci dengan aquades dan dikeringkan dalam oven pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 2 jam (sampai diperkirakan kandungan air hilang dan diperoleh zeolit anhidrat).

4. Larutan Brucine-sulfanilat

Labu takar diisi dengan 1 gram Brucine dan 0,1 gram asam sulfanilat, kemudian ditambah dengan 70 mL akuades panas dan 3 mL  $\text{HCl}_{(p)}$ , encerkan dengan akuades hingga tanda batas.

### 3.3.2. Proses Dealuminasi Zeolit

Proses dealuminasi ini bertujuan untuk mengurangi kandungan aluminium pada zeolit alam sehingga diperoleh zeolit dengan rasio Si/Al lebih besar dari 10, karena zeolit ini akan digunakan sebagai adsorben ion nitrat. Metode yang digunakan adalah perendaman zeolit dalam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1M. Prosedurnya sebagai berikut :

1. Zeolit sebanyak 500 gram dipanaskan pada suhu  $110^\circ\text{C}$
2. Zeolit yang telah kering dimasukkan kedalam gelas beaker 1 L dan ditambahkan larutan HCl 1% hingga semua sampel terendam, diamkan selama 20 menit. Kemudian disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan akuades hingga pH-nya mendekati netral menggunakan pH-meter kemudian dikeringkan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 4 jam
3. Sampel hasil pemanasan kemudian direndam dalam larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  1 M selama 4 jam dan dicuci dengan akuades, yang dilanjutkan kalsinasi pada suhu  $550^\circ\text{C}$  selama 4 jam, didinginkan dalam desikator dan siap digunakan sebagai adsorben

### 3.3.3. Proses adsorpsi

Zeolit aktif sebanyak 2 gram dimasukkan kedalam gelas beaker ditambah 50 mL air limbah, dikocok selama 90 menit. Kemudian disaring dengan kertas saring. Filtrat yang diperoleh dianalisa konsentrasi  $\text{NO}_3^-$  dengan menggunakan spektrofotometer dan zeolitnya dianalisa dengan AAS.

### **3.4. Karakterisasi Hasil Analisa $\text{NO}_3^-$**

#### **3.4.1. Penentuan panjang gelombang maksimum**

1. Larutan standar nitrat 2 ppm dipipet 4 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL, ditambah 1 mL larutan Brucine sulfanilat dan 5 mL asam sulfat pekat, dibiarkan selama 10 menit kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan dibiarkan dingin dalam ruang gelap.
2. Kuvet yang sudah bersih dibilas dan diisi dengan larutan yang akan dianalisis.
3. Diukur absorbansi pada panjang gelombang dari 370 – 450 nm dengan selang 10 nm.

#### **3.4.2. Penentuan kalibrasi larutan standar $\text{KNO}_3$**

1. Larutan standar nitrat 0,5; 1,0; 1,5; dan 2 ppm dipipet 4 mL dan dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL, ditambah 1 mL larutan Brucine sulfanilat dan 5 mL larutan asam sulfat pekat, dibiarkan selama 10 menit lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas. Larutan dibiarkan dingin dan diletakkan dalam ruang gelap.
2. Kuvet yang sudah bersih dibilas dan diisi dengan larutan yang akan dianalisis.
3. Diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ : 410 nm) dengan larutan blanko.

#### **3.4.3. Penentuan konsentrasi larutan sampel**

1. Larutan  $\text{KNO}_3$  (standar), larutan blanko (akuades), larutan sampel (filtrat), larutan sampel awal (limbah cair), masing-masing dipipet

sebanyak 4 mL, kemudian dimasukkan ke dalam 4 labu takar 25 mL yang berbeda. Larutan brucine-sulfanilat sebanyak 1 mL dan larutan asam sulfat pekat sebanyak 5 mL ditambahkan, dibiarkan selama 10 menit. Selanjutnya ditambahkan aquades sampai tanda batas dan biarkan dingin dalam ruang gelap.

2. Larutan sampel dan larutan standar ditentukan absorbansinya pada panjang gelombang maksimum ( $\lambda$ : 410 nm) dengan larutan blanko.

### 3.5. Karakterisasi Zeolit Hasil

Analisa kandungan Si dan Al dalam zeolit sebelum dan sesudah dealuminasi dilakukan dengan menggunakan Spektroskopi serapan Atom (AAS)

