

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Penetapan Variabel

a. Variabel yang dikendalikan

1. Proses Modifikasi

- Ukuran partikel zeolit sebesar 60-120 mesh
- Konsentrasi HF 1 %, HCl 6 N dan NH₄Cl 0,1 N
- Suhu refluks 90 °C, kalsinasi 300 °C dan hidrotermal 350 °C
- Waktu kalsinasi 4 jam dan hidrotermal 4 jam

2. Uji Aktifitas Zeolit

- Berat zeolit 3 g.
- Volume ABS 100 mL.
- Konsentrasi ABS 10 mg/L.

b. Variabel bebas

1. Proses modifikasi

- Cara modifikasi zeolit

2. Uji aktifitas zeolit

- Jenis adsorben (zeolit alam, zeolit-I dan zeolit-II)

3.2. Parameter yang dinilai

a. Rasio Si/Al zeolit

Penentuan perbandingan Si/Al menggunakan AAS.



b. Konsentrasi surfaktan anionik

Konsentrasi ABS ditentukan dengan metode analisa MBAS dengan menggunakan alat spektrofotometer UV-Vis.

c. Luas permukaan, volume rongga dan jari-jari pori

Penentuan luas permukaan, volume rongga dan jari-jari pori zeolit dengan menggunakan metode BET.

d. Keasaman zeolit

Keasaman zeolit ditentukan secara kuantitatif yaitu ditentukan dengan metode adsorpsi basa misalnya NH_3 oleh zeolit. Basa yang teradsorpsi oleh padatan zeolit sebanding dengan keasaman zeolit, diketahui dengan menentukan selisih berat zeolit sebelum dan sesudah mengadsorpsi NH_3 (Robeiro, 1984).

3.3. Alat Dan Bahan

a. Alat

Sejumlah peralatan dan instrumentasi analisis diperlukan sebelum dan sesudah modifikasi yang terdiri dari:

1. Peralatan

Peralatan yang diperlukan meliputi alat-alat gelas, ayakan zeolit, pH-meter, oven pembakar, kompor listrik, neraca analitik, perlengkapan refluk, desikator, sentrifus, alat hidrotermal, furnes.

2. Instrumen analisis

AAS, PPPTM, Bandung.

Surface analyzer merk Novel 2.00, BATAN, Yogyakarta.

Spektrofotometer UV-Vis, Undip, Semarang.

b. Bahan

Bahan yang digunakan untuk penelitian ini meliputi zeolit alam Cipatujah, NH_4Cl 0,1 N, HF 50 %, p-dodesilbenzenasulfonat (p-alkilbenzenasulfonat) 100 %, H_2SO_4 96 %, aquades, kertas saring whatman 40, aluminium foil, kloroform teknis, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ pa, HCL 37 %, metilen biru klorida, NaOH 48 %, NH_4OH 21 %, phenolpthlein (pp).

3.4. Pembuatan Reagen

a. HF 1 %

Sebanyak 20 mL 50 % diencerkan dengan aquades hingga menjadi 1 L.

b. HCl 6 N

HCl 37 % dengan ($\rho = 1,19 \text{ g/mL}$ dan $M_r = 36,45 \text{ g/mol}$) volume 496,71 mL diencerkan dengan aquades hingga menjadi 1 L.

c. NH_4Cl 0,1 N

Sebanyak 5,35 g NH_4Cl diencerkan dengan aquades hingga menjadi 1 L.

c. Metilen biru 30 ppm

Sebanyak 100 mg metilen biru dilarutkan dalam 100 mL aquades. Kemudian dipindahkan 30 mL ke dalam labu ukur 1 L dan ditambahkan 500 mL aquades, 40 mL H_2SO_4 6 N dan 50 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Larutan tersebut diencerkan hingga tanda batas.

d. Larutan pencuci fosfat

Sebanyak 20 mL H_2SO_4 6 N dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL yang telah berisi 250 mL aquades. Kemudian dimasukan 25 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan diaduk hingga larut dan diencerkan larutan tersebut hingga tanda batas.

3.5. Cara Kerja

3.5.1. Analisa Bahan Aktif Metilen Biru

3.5.1.1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Dengan menggunakan Spektrofotometer UV – Vis diukur sampel pada konsentrasi 12 mg/L pada range 647 – 656 nm. Kemudian ditentukan nilai panjang gelombang maksimumnya (Sugiyono,2002).

3.5.1.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi *Methylen Blue Active Substance*.

- Dibuat variasi konsentrasi Alkil Benzena Sulfonat pada 2,4,6,8,10,12 mg/L dengan volume 50 mL.
- Larutan dipindahkan ke dalam corong pisah dan dinetralkan (ditandai dengan penambahan indikator pp 2–3 tetes, kemudian ditambahkan NaOH 1 N hingga larutan berwarna merah muda dan warna merah muda dihilangkan dengan beberapa tetes H₂SO₄ 1 N.
- Sebanyak 12,5 mL larutan metilen biru dan 5 mL kloroform dimasukan ke dalam corong pisah.
- Corong pisah dikocok selama 30 detik.
- Lapisan kloroform dipisah dari fasa air dan fasa air diekstrak kembali dengan 5 mL kloroform sebanyak 2 kali.
- Semua ekstrak kloroform dicampur dan dicuci dengan 20 mL larutan pencuci fosfat.
- Ekstrak kloroform dipisahkan dan fasa air diekstrak kembali dengan 2,5 mL kloroform sebanyak 2 kali.
- Ekstrak kloroform diencerkan hingga 25 mL dengan kloroform.

- Diambil ekstrak kloroform sebanyak 0,4 mL dan diencerkan hingga 10 mL dengan kloroform.
- Diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis (Sugiyono, 2002).

3.5.2. Modifikasi Zeolit Alam

1. Persiapan sampel zeolit alam.

Zeolit alam kering asal Cipatujah, Jawa Barat, ditumbuk halus dan diayak dengan ukuran 60 - 120 mesh, dicuci dengan aquades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 2 jam. Setelah kering zeolit dibersihkan dari oksida-oksida pengotor dengan cara direndam dalam HF 1 % selama 10 menit, kemudian disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades hingga pH filtrat mendekati pH netral dan dikeringkan selama dua jam pada suhu 120 °C.

2. Modifikasi Zeolit untuk menghasilkan zeolit-I.

a). Dealuminasi zeolit dengan HCl

Sebanyak 100 g zeolit yang telah bebas pengotor dan oksida direndam dalam HCl 6 N dan direfluks selama 30 menit dengan suhu 90 °C, dibiarkan selama satu malam (11,5 jam) dalam keadaan direndam dalam HCl 6 N. Zeolit disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades hingga pH filtrat mendekati pH netral dan dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam (Yulia Ermawati, 2003).

b). Kalsinasi zeolit

Zeolit di kalsinasi pada suhu 300 °C selama 4 jam.

c). Hidrotermal zeolit

Zeolit aktif dihidrotermal dengan mengalirkan uap air selama 4 jam dengan suhu 350°C dan dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam (Haas et al, 1987).

3. Modifikasi Zeolit untuk menghasilkan zeolit-II.

a. Dealuminasi zeolit dengan HCl

Sebanyak 100 g zeolit yang telah bebas pengotor dan oksida direndam dalam HCl 6 N, direfluks selama 30 menit dengan suhu 90°C dan dibiarkan selama 1 malam (11,5 jam) dalam keadaan direndam dalam HCl 6 N. Zeolit disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades hingga pH filtrat mendekati pH netral (Yulia Ermawati, 2003).

b. Dealuminasi zeolit dengan NH_4Cl

Zeolit yang diperoleh pada tahap a direndam dengan NH_4Cl 0,1 N selama 7 hari dan satu kali dalam sehari dipanaskan selama 30 menit pada suhu 90°C . Setelah dealuminasi selama satu minggu zeolit disaring dengan kertas saring dan dicuci dengan aquades hingga pH filtrat mendekati pH netral dan dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam.

c. Kalsinasi zeolit

Zeolit dikalsinasi pada suhu 300°C selama 4 jam.

d. Hidrotermal zeolit

Zeolit aktif dihidrotermal dengan mengalirkan uap air selama 4 jam dengan suhu 350°C dan dikeringkan pada suhu 120°C selama 2 jam (Haas et al, 1987).

3.5.3. Karakterisasi Zeolit

3.5.3.1. Penentuan Luas Permukaan, Volume Rongga dan Jari-Jari Pori Zeolit

Analisa luas permukaan, volume rongga dan jari-jari pori zeolit dilakukan pada zeolit alam, zeolit-I dan zeolit-II dengan metode BET.

3.5.3.2. Penentuan Keasaman Zeolit

Zeolit alam, zeolit-I dan zeolit-II dengan berat masing-masing 1 g dimasukkan dalam desikator dan dialiri gas NH_3 hingga jenuh kemudian dibiarkan selama 12 jam. Zeolit ditimbang kembali. Selisih antara berat zeolit awal dengan berat zeolit sesudah dialiri NH_3 merupakan berat NH_3 yang diserap oleh zeolit. Jumlah NH_3 yang terserap zeolit sebanding dengan jumlah keasaman zeolit (Wahyu Wijayanto, 1999).

3.5.3.3. Penentuan Rasio Si/Al Zeolit

Rasio Si/Al ditentukan dengan metode spektroskopi serapan atom pada zeolit alam, zeolit-I dan zeolit-II.

3.5.4. Uji Aktifitas Zeolit

Zeolit alam, zeolit-I dan zeolit-II dengan berat 3 g dimasukkan ke dalam erlemeyer yang berisi ABS 10 mg/L dengan volume 100 mL kemudian dikocok dengan kecepatan 200 rpm selama 1 jam. Filtrat disaring kemudian disentrifus selama $\frac{1}{2}$ jam dengan kecepatan 3500 rpm, konsentrasi ABS dalam filtrat ditentukan dengan metode bahan aktif metilen biru dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis (Wardani, 2001).