

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Modifikasi zeolit dilakukan melalui dealuminasi berganda yaitu perendaman dalam HCl dan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  dilanjutkan kalsinasi dan hidrotermal. Pengasaman bertujuan untuk mengaktivasi zeolit dan melarutkan Al pada kerangka KLI sehingga rasio Si/Al, keasaman, dan kandungan MOR meningkat. Kalsinasi dilakukan untuk menghidrolisis atom Al dalam kerangka yang mempunyai situs asam Bronsted dan hidrotermal berguna untuk memutus ikatan Al-O.

Proses adsorpsi dilakukan melalui perendaman dan metode metilen biru active substance (MBAS) digunakan untuk mengetahui besarnya surfaktan ABS yang teradsorpsi. Rasio Si/Al diketahui dari data AAS, sedangkan jari-jari pori rata-rata, dan luas permukaan dengan metode BET serta keasaman dengan uji keasaman.

#### 3.1 Alat dan Bahan

##### 3.1.1 Alat

Alat yang digunakan adalah:

##### a. Alat

- mortar untuk menghaluskan zeolit
- ayakan 100 mesh untuk menyaring zeolit sehingga didapat zeolit dengan ukuran diatas 100 mesh
- pH meter untuk mengukur pH zeolit

- oven untuk mengeringkan zeolit
- kompor listrik untuk memanaskan reagen pada uji keasaman
- set refluk untuk proses pengasaman
- neraca analitis untuk menimbang sampel
- desikator untuk uji keasaman
- termokopel dan tungku untuk proses hidrotermal.

#### b. Instrumen Analitis

- AAS, Variant 220FS, PPTM Bandung.
- BET, Surface Analyzer Novel 2.00, Batan Yogyakarta.
- XRD, Simadzu 6000, Kimia MIPA UGM.
- FTIR, Simadzu 8201PC, Kimia MIPA UGM.
- spektrofotometer UV-Vis Spektronik 20, Kimia MIPA UNDIP.

#### 3.1.2 Bahan

- |                               |   |
|-------------------------------|---|
| - zeolit alam Wonosari        | - $\text{NH}_4\text{Cl}$ p.a                                      |
| - HF p.a                      | - alkil benzen sulfonat   |
| - $\text{H}_2\text{SO}_4$ p.a | - $\text{Na}_2\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ p.a |
| - metilen blue p.a            | - NaOH  |
| - indikator pp                | - akuades   |
| - HCl p.a                     | - kertas saring Whatman 41  |
| - Aluminium foil              | - $\text{CHCl}_3$   |

## 3.2 Variabel Penelitian

### 3.2.1 Variabel yang dinilai

Variabel yang dinilai adalah rasio Si/Al, keasaman, luas permukaan, jari-jari pori rata-rata pori, dan kemampuan zeolit terdealuminasi dalam mengadsorpsi surfaktan.

### 3.2.2 Variabel bebas

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah cara modifikasi.

### 3.2.3 Variabel yang dikendalikan

Variabel yang dikendalikan adalah ukuran zeolit, konsentrasi HCl, volume HCl, konsentrasi  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , volume  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , suhu hidrotermal, suhu kalsinasi, waktu hidrotermal, waktu kalsinasi, dan waktu adsorpsi.

## 3.3 Prosedur Kerja

### 3.3.1 Preparasi

- a. Pembuatan larutan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  0,1 N
- b. Pembuatan larutan HCl 6 N
- c. Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  14 % v/v
- d. Pembuatan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,7 % v/v
- e. Pembuatan larutan NaOH 10 g/L
- f. Pembuatan larutan pencuci fosfat
- g. Pembuatan indikator pp 5,0 g/L
- h. Pembuatan larutan metilen blue 30 mg/L
- i. Pembuatan larutan stok ABS (1,0 ml = 1,00 mg ABS)
- j. Pembuatan larutan ABS standard (1,0 ml = 0,01 mg ABS)

k. Pembuatan larutan HF 1 %.

l. Persiapan sampel zeolit alam

Zeolit kering asal Wonosari, Jawa Tengah, ditumbuk halus dan diayak dengan ayakan 100 mesh, dicuci dengan akuades 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, disaring dengan kertas saring, dicuci dengan akuades hingga mendekati pH netral dan dikeringkan selama dua jam pada suhu 120 °C.

### 3.3.2 Modifikasi Zeolit Alam

#### 1. Dealuminasi zeolit dengan HCl (zeolit I)

- a. Zeolit sebanyak 100 gram yang telah bebas oksida dan pengotor direndam dalam HCl 6 N dengan cara direfluks selama 30 menit pada suhu 90 °C, didinginkan, dan dibiarkan pada suhu kamar selama satu malam (13 jam). Zeolit disaring kemudian dicuci dengan akuades sampai mendekati pH netral dan dikeringkan pada suhu 120 °C selama 2 jam (Ermawati, 2003).
- b. Zeolit dikalsinasi pada suhu 250 °C selama 4 jam (Zubaidi, 2003).
- c. Zeolit aktif dihidrotermal selama 4 jam dengan suhu 350 °C.

#### 2. Dealuminasi zeolit dengan HCl dan NH<sub>4</sub>Cl (zeolit II)

##### Tahap I

Sebanyak 500 g zeolit yang telah terbebas dari oksida dan pengotor direndam dalam HCl 6 N dengan cara direfluks selama 30 menit pada suhu 90 °C, kemudian didinginkan, dan dibiarkan pada suhu kamar selama satu malam (13 jam). Zeolit

disaring dengan kertas saring biasa kemudian dicuci dengan akuades hingga mendekati pH netral dan dikeringkan pada suhu 120 °C.

## **Tahap II**

Zeolit yang diperoleh pada tahap I direndam dengan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  0,1 N selama tujuh hari dan direfluks selama 30 menit pada suhu 90 °C setiap hari. Hasilnya diperlakukan sama dengan zeolit I point b dan c.

### **3.3.3 Karakterisasi Zeolit**

Zeolit yang telah diaktifasi melalui tahap dealuminasi, kalsinasi, dan hidrotermal, dikarakterisasikan melalui:

#### **a. Penentuan Luas Permukaan, jari-jari pori rata-rata zeolit**

Analisa luas permukaan, volume pori zeolit dilakukan pada zeolit sebelum dan sesudah aktivasi dengan metode BET.

#### **b. Penentuan Keasaman Zeolit**

Zeolit sebelum dan sesudah diaktifkan dengan berat 10 gram ditempatkan dalam desikator kemudian dialiri  $\text{NH}_3(g)$  menguap dan ditimbang kembali. Penimbangan zeolit dilakukan sebelum dan sesudah dialiri  $\text{NH}_3(g)$  (Wijayanto, 1999).

#### **c. Penentuan Rasio Si/Al**

Rasio Si/Al zeolit alam dan zeolit hasil modifikasi ditentukan dengan AAS.

#### **d. Penentuan mineral penyusun zeolit**

Komposisi mineral penyusun zeolit dapat diketahui dengan membandingkan puncak-puncak data sampel dengan standard PCPDF.

### e. Uji Aktivasi Zeolit

Zeolit I dan II sebanyak 5 gram dimasukkan ke dalam larutan ABS pada konsentrasi 10 ppm selama 30 menit dalam shaker, kemudian disaring. Besarnya konsentrasi ABS yang teradsorpsi oleh zeolit diketahui dengan metode MBAS. Metode MBAS didasarkan pada pembentukan pasangan ion antara ABS sebagai anion dan Metilen biru sebagai kation. Pasangan ion yang dihasilkan bersifat hidrofobik sehingga mudah diekstrak dengan kloroform (Sugiyono, 2002).. Intensitas warna dapat diukur dengan spektrofotometer UV- Vis pada panjang gelombang 652 nm.

Pengukuran konsentrasi MBAS dilakukan terhadap ABS awal dan larutan ABS sisa adsorpsi sebagai konsentrasi ABS yang terserap.

### Penetapan Kode

Tabel 3.2. Penetapan kode sampel

Sampel	Kode
Zeolit alam Wonosari + HF 1 %	Ze-alam
Zeolit dengan pengasaman HCl	Ze-I
Zeolit dengan pengasaman HCl dan NH <sub>4</sub> Cl	Ze-II