

## BAB III

### METODE PENELITIAN

Rekayasa permukaan zeolit alam dilakukan melalui dealuminasi dengan menggunakan HCl, dan membandingkan pengaruh penambahan oksidator  $\text{KMnO}_4$  dengan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , terutama dilihat dari nilai rasio Si/Al. Selanjutnya, dilakukan uji terhadap kemampuan adsorpsi zeolit terdealuminasi terhadap indigo karmina.

#### 3.1 Variabel Penelitian

Variabel yang dikonstantakan adalah ukuran zeolit alam, konsentrasi dan volume HCl; konsentrasi dan volume oksidator, metode dealuminasi, berat adsorben, volume adsorbat, waktu dan kecepatan *shaker*. Variabel yang berubah adalah jenis oksidator, yaitu  $\text{KMnO}_4$  dan  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . Variabel yang dinilai adalah rasio Si/Al dan kemampuan adsorpsi zeolit terdealuminasi terhadap indigo karmina.

#### 3.2 Peralatan dan Bahan-Bahan

##### 3.2.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat gelas, timbangan, ayakan 100 mesh, satu set alat refluks, pemanas, indikator pH, oven, *shaker*, Spektrofotometer UV-Vis dan Spektrofotometer Serapan Atom.

##### 3.2.2 Bahan-Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah zeolit alam dari Gunung Kidul, HCl p.a.,  $\text{KMnO}_4$  p.a.,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  p.a., akuades, indigo karmina.

### 3.3 Metode Kerja

#### 3.3.1 Preparasi Zeolit Alam

Zeolit alam Gunung Kidul yang berupa serbuk diayak dengan ayakan ukuran 100 mesh.

#### 3.3.2 Pembuatan Larutan HCl 6 M

HCl p.a. (11,3 M) sebanyak 256,49 mL dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL secara perlahan lewat dinding labu takar, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok sampai homogen, selanjutnya disimpan dalam botol.

#### 3.3.3 Pembuatan Larutan $\text{KMnO}_4$ 0,5 M

$\text{KMnO}_4$  p.a. sebanyak 39,5 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer 500 mL, ditambah akuades sampai tanda batas, kemudian dipanaskan dan distirer selama 30 menit pada suhu  $70^\circ\text{C}$ . Selanjutnya larutan disaring dengan *glass woll*, larutan dimasukkan botol gelap dan didiamkan beberapa hari.

#### 3.3.4 Pembuatan Larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,5 M

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  p.a. sebanyak 36,75 g dimasukkan ke dalam labu takar 250 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok sampai homogen, selanjutnya disimpan dalam botol kosong.

#### 3.3.5 Dealuminasi Zeolit Alam dengan HCl dan Oksidator $\text{KMnO}_4$

Zeolit alam sebanyak 60 gram direfluks ke dalam 100 mL HCl 6 M dan 100 mL  $\text{KMnO}_4$  0,5 M selama 5 jam pada suhu  $80^\circ\text{C}$ . Hasil dicuci dengan akuades sampai netral. Kemudian dikeringkan dalam oven suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 12 jam.

### 3.3.6 Dealuminasi Zeolit Alam dengan HCl dan Oksidator $K_2Cr_2O_7$

Zeolit alam sebanyak 60 gram direfluks kedalam 100 mL HCl 6 M dan 100 mL  $K_2Cr_2O_7$  0,5 M selama 5 jam pada suhu  $80^\circ C$  Hasil dicuci dengan akuades sampai netral. Kemudian dikeringkan dalam oven suhu  $80^\circ C$  selama 12 jam.

### 3.3.7 Karakterisasi Zeolit

Zeolit alam dan zeolit hasil dealuminasi dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom untuk menentukan rasio Si/Al. Data yang diperoleh berupa banyaknya kandungan  $SiO_2$  dan  $Al_2O_3$ , dan dengan perhitungan dapat diperoleh besarnya rasio Si/Al.

### 3.3.8 Pembuatan Larutan Indigo Karmina

Indigo karmina sebanyak 1 g dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL, kemudian ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok sampai homogen, selanjutnya disimpan dalam botol. Selanjutnya untuk beberapa variasi konsentrasi indigo karmina 10, 20, 30, 100, dan 150 ppm, sebanyak 100 mL dibuat melalui pengenceran dari larutan induk 1000 ppm.

### 3.3.9 Adsorpsi Indigo Karmina oleh Adsorben Zeolit

Masing-masing sebanyak 1 gram adsorben zeolit terdealuminasi dicampur 20 mL larutan indigo karmina dengan variasi konsentrasi 10, 20, 30, 100, 150, 200 ppm. Adsorpsi dilakukan dalam sistem *batch-shaker* selama 30 menit dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada temperatur kamar. Larutan supernatan disaring dan dilakukan uji kuantitatif dengan mengukur absorbansinya pada panjang gelombang 610 nm menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.