

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Diponegoro Semarang.

3.1 Parameter penelitian

Parameter yang dapat mempengaruhi pembuatan lempung terpillar Al/Fe bermacam-macam, maka penelitian ini dikondisikan sebagai berikut:

3.1.1 Parameter Tetap

1. Waktu pendiaman bubuk lempung (3 hari), campuran Al/Fe (24 jam), campuran TEOS, etanol dan HCl (3 jam), larutan pemilar (5 hari)
2. pH larutan pemilar (pH 2,7)
3. Berat lempung (10 gram)
4. Volume TEOS (4,432 mL)
5. Suhu kalsinasi (300 °C)

3.1.2 Parameter Bebas

Variasi komposisi Al dan Fe (Al 75% Fe 25%, Al 50% Fe 50% dan Al 25% Fe 75%)

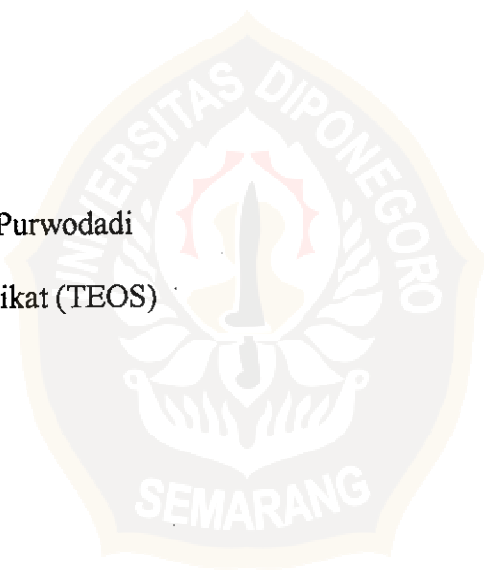
3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

1. Peralatan gelas
2. Ayakan 200 mesh
3. Oven
4. Tungku kalsinasi (*furnace*)
5. Sentrifuse
6. Shaker
7. UV-1601
8. Penggerus porselin
9. Mixer
10. Magnetik stirer dan hot plate
11. XRD-6000 Shimadzu
12. Corong buchner
13. Pompa vakum

3.2.2 Bahan

1. Lempung alam Purwodadi
2. Tetraetilorthosilikat (TEOS)
3. Etanol
4. $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
5. $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
6. HCl 2N
7. NaOH 2M
8. Akuades
9. Heksana



3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi Lempung

Lempung alam dibuat bubur dengan melarutkannya ke dalam air dan diaduk sehingga homogen. Bubur lempung ini didiamkan selama 3 hari sehingga pasir dan kerikil mengendap, selama pendiaman ini air diganti tiap 24 jam. Setelah 3 hari bubur lempung dipisahkan dari endapannya sehingga diperoleh suspensi lempung. Suspensi ini dioven sehingga kering dan tidak mengandung air lagi. Setelah kering lempung dihaluskan dan diayak dengan ayakan 200 mesh.

3.3.2 Preparasi Campuran Al/Fe

Campuran Al/Fe dibuat sebanyak 50 mL dengan mencampurkan $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam pelarut akuades dengan perbandingan berat/berat. Untuk lebih jelasnya perbandingan Al/Fe dapat dilihat pada tabel 3.1. Larutan yang berisi campuran Al/Fe ini kemudian dieramkan selama 24 jam.

Tabel 3.1 Jumlah $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam pembuatan larutan pemilar

Larutan	$\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (gram)	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (gram)
$\text{Al}_{75}\text{Fe}_{25}$	2,2634	0,8447
$\text{Al}_{50}\text{Fe}_{50}$	1,5090	1,6890
$\text{Al}_{25}\text{Fe}_{75}$	0,7545	2,5340

3.3.3 Preparasi Larutan Pemilar

Pembuatan larutan pemilar dilakukan dengan mencampur 4,432 mL TEOS; 1,2 mL etanol dan 1 mL HCl 2N kemudian didiamkan selama 3 jam. Selanjutnya larutan ini ditambahkan dengan campuran Al/Fe, setelah itu ditetesi dengan 5 mL NaOH 2M sehingga pH larutan menjadi sekitar 2,7 sampai 3 kemudian didiamkan selama 5 hari sebelum digunakan untuk pemiliran.

3.3.4 Pembuatan Lempung Terpilar

Serbuk lempung lolos ayakan 200 mesh sebanyak 10 gram dilarutkan menjadi 1 liter larutan dengan pelarut akuades sehingga terbentuk suspensi lempung 1 % (b/b) kemudian distirer selama 24 jam.

Larutan pemilar dimasukkan ke dalam suspensi lempung kemudian distirer selama 24 jam. Setelah distirer campuran ini dioven selama 3 jam pada suhu 60 °C, setelah itu campuran disentrifuse untuk diambil endapannya. Endapan ini dicuci dengan campuran akuades dan etanol dengan perbandingan 1:1 (v/v), disaring dengan pompa vakum dan dikeringkan pada suhu kamar. Terakhir lempung hasil pertukaran kation dikalsinasi pada suhu 300 °C selama 2 jam dengan kenaikan suhu 2 °C/menit.

3.3.5 Karakterisasi Lempung Terpilar

Karakterisasi hasil lempung terpilar meliputi:

1. Analisis menggunakan difraksi sinar-x
2. Uji adsorpsivitas lempung terhadap intensitas warna minyak kelapa sawit.

3.3.5.1 Analisis Menggunakan Difraksi Sinar-X

Lempung terpillar dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X (XRD-6000 Shimadzu) untuk mengetahui perubahan *basal spacing*. Pengukuran dilakukan pada kisaran sudut (2θ) 2° - 80° dengan kecepatan pengukuran 2° /menit.

3.3.5.2 Uji Adsorpsivitas Lempung Terhadap Intensitas Warna Minyak Kelapa Sawit

Minyak kelapa sawit disaring kemudian dipanaskan sampai suhu 60°C sehingga cukup encer. Setelah itu sebanyak 0,5 gram lempung terpillar hasil sintesis dimasukkan kedalam 20 mL minyak kelapa sawit yang sudah dipanaskan 60°C , kemudian distirer selama 30 menit sambil dipanaskan pada suhu 60°C . Campuran ini didiamkan selama 1 jam kemudian disaring dan dilihat perubahan warna yang terjadi. Terakhir minyak sawit hasil adsorpsi dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis (UV-1610) dengan pelarut Heksana.