

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat-alat**

1. Peralatan gelas
2. Magnetic stirrer/hot plate
3. Oven
4. Furnace/tungku kalsinasi
5. Difraktometer sinar-X, Shimadzu X-2000
6. Spektrofotometer Inframerah
7. BET NOVA package versi 2.00

##### **3.1.2 Bahan-bahan**

1. Lempung alam yang berasal dari daerah Boyolali
2. Bahan-bahan kimia dengan kualitas p.a. sebagai berikut:  $\text{TiCl}_4$ , etanol,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , piridin dan gas  $\text{N}_2$ .

#### **3.2 Cara Kerja**

##### **3.2.1 Preparasi Lempung**

Lempung alam disuspensi dalam air kemudian dibiarkan selama 5 menit. Suspensi yang terbentuk didekantasi. Hal ini diulang dengan variasi waktu pendiaman 10 menit dan 15 menit hingga dihasilkan suatu lempung alam yang

murni dari pengotor. Lempung kemudian dikeringkan pada suhu 70°C selama 1 malam. Setelah kering, lempung digerus dan disaring 200 mesh.

### 3.2.2 Pembuatan Larutan Pemilar

Larutan pemilar yang dibuat adalah larutan polikation titanium. Larutan pemilar ini dibuat dengan mencampurkan 5 mL TiCl<sub>4</sub> dengan 10 mL etanol yang diaduk hingga larutan homogen. Lima mililiter larutan yang terbentuk dicampur dengan 25 mL aquades dan diaduk selama 3 jam.

### 3.2.3 Pembuatan Lempung Terpilar

Larutan pemilar yang telah dibuat kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit pada suspensi 2 g lempung dalam 100 mL air (2%) dan diaduk selama 20 jam. Suspensi kemudian disentrifugasi, dimasukkan ke dalam penyaring dan dicuci hingga ion klorida hilang dengan uji menggunakan larutan AgNO<sub>3</sub>. Kemudian padatan yang didapat dikeringkan pada suhu kamar kemudian dikalsinasi pada suhu 200°C dan 300°C selama 4 jam dengan laju kenaikan suhu 2°C/menit.

### 3.2.4 Karakterisasi Lempung Terpilar

#### A. Penentuan *Basal Spacing* ( $d_{001}$ )

Pengukuran dilakukan menggunakan difraktometer sinar-X dengan metode bubuk (*powder*) dengan target Cu. Pengukuran dilakukan pada daerah  $2\theta = 2,5^\circ - 15^\circ$  dengan kecepatan pengukuran 2°/menit.

## B. Penentuan Keasaman

### B.1 Analisis Gravimetri

Masing-masing 0,2 gram sampel yang telah dipanaskan di dalam oven pada suhu 100°C selama satu jam ditimbang dengan teliti, lalu dimasukkan ke dalam desikator, kemudian desikator tersebut divakumkan. Ke dalam desikator vakum tersebut dialirkan uap piridin hingga jenuh dan dibiarkan selama 2 hari. Desikator kemudian dibuka beberapa saat dan dibiarkan uap piridin yang ada dalam wadah menguap selanjutnya sampel ditimbang dengan teliti kembali. Berat piridin yang teradsorpsi dapat dihitung dari selisih berat sebelum dan setelah adsorpsi piridin.

Untuk menghitung keasaman digunakan rumus sebagai berikut:

$$K_a = \frac{W_2}{M_b \times W_1} \times 1000$$

dimana,  $K_a$  = keasaman lempung (mmol/g)

$W_1$  = berat lempung (gram)

$W_2$  = berat basa yang teradsorpsi (gram)

$M_b$  = berat molekul piridin ( $M_r = 79,10$  g/mol)

### B.2 Analisis Spektrofotometri Infra Merah

Sebanyak 1 mg sampel dicampur dengan bubuk KBr dengan perbandingan 1:200 dan dibuat pelet tipis dan transparan. Pelet kemudian diletakkan pada sel dan diukur pada bilangan gelombang 133 - 1800  $\text{cm}^{-1}$ .

### C. Pengukuran Luas Permukaan

Luas permukaan dan distribusi pori lempung diukur dengan BET (Brunauer-Emmet-Teller) dari data adsorpsi-desorpsi  $N_2$ ,  $P_0 = 753,01$  mmHg dan suhu Bath  $77,4$  K menggunakan NOVA 1000. Volume dan distribusi pori dihitung dari data adsorpsi  $N_2$  dengan alat yang sama.

