

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan dalam tiga tahap yaitu pembuatan larutan pemilar, pembuatan lempung terpillar, serta karakterisasi produk yang dihasilkan.

1.1 Variabel

Variabel yang dapat mempengaruhi pembuatan lempung terpillar bermacam-macam, pada penelitian ini dikondisikan sebagai berikut:

- a. Variabel yang dikonstankan adalah waktu pemeraman, pH, rasio aluminium-zirkonium.
- b. Variabel bebas yaitu suhu kalsinasi.
- c. Variabel yang dinilai adalah ukuran *basal spacing*, luas permukaan, jari-jari pori rata-rata, serta volume total pori lempung terpillar aluminium-zirkonium.

1.2 Alat dan Bahan

1.2.1 Alat-Alat

1. Peralatan gelas
2. *Magnetic stirrer/hot plate*
3. Oven
4. *Furnace/tungku kalsinasi*
5. Difraktometer sinar X, Shimadzu X-2000, UNS Solo
6. BET NOVA package versi 2.00, Batan Yogyakarta

1.2.2 Bahan-Bahan

1. Lempung alam Boyolali
2. Aluminium klorida heksahidrat, $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
3. Zirkonium klorida, ZrCl_4
4. Natrium hidroksida (NaOH)
5. Larutan AgNO_3
6. Akuades

1.3 Cara Kerja

1.3.1 Preparasi Lempung

Lempung alam disuspensikan ke dalam air kemudian dibiarkan selama 5 menit. Suspensi yang terbentuk didekantasi. Hal ini diulang-ulang dengan waktu pendiaman 10 menit sampai 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 diayak dengan pengayak 200 mesh.

1.3.2 Pembuatan Larutan Pemilar

Larutan pemilar yang dibuat adalah larutan polikation aluminium, zirkonium. Jumlah relatif kation yang dibuat adalah $\text{Al}_{85}\text{Zr}_{15}$. Pada pembuatan polikation aluminium dan zirkonium, 1,85 gram $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 0,31 gram ZrCl_4 dilarutkan dalam akuades sebanyak 45 mL sehingga diperoleh pH larutan sebesar 1, kemudian ditambah NaOH bertetes-tetes hingga pH 3,5. Pemilar lalu didiamkan selama 4 hari pada suhu kamar.

1.3.3 Pembuatan Lempung Terpillar

Lempung ditimbang 3 gram dan dimasukkan ke dalam 150 mL air sehingga terbentuk suspensi. Larutan pemilar yang telah dibuat kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit pada suspensi lempung tersebut dan diaduk selama 16 jam. Suspensi kemudian disentrifugasi, dimasukkan ke dalam penyaring dan dicuci dengan akuades hingga ion klorida hilang diuji menggunakan larutan AgNO_3 . Kemudian padatan yang didapat dikeringkan pada suhu 80°C selama 1 jam kemudian digerus. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 150°C , 250°C , 300°C , 350°C selama 2 jam dengan laju kenaikan tiap suhu $2^\circ\text{C}/\text{menit}$. Hasil yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan analisis XRD (*X-ray diffraction*) dan *surface area analyzer*.

1.3.4 Karakterisasi Lempung Terpillar

A. Penentuan Basal spacing

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 $2^\circ/\text{menit}$.

B. Pengukuran Luas Permukaan

Luas permukaan dan distribusi pori lempung diukur dengan *surface area analyzer* melalui persamaan 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.