

### BAB III

#### METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen laboratorium yang meliputi dua tahap. Tahap pertama dilakukan identifikasi terhadap komposisi kimia dan fase kristalin pada serbuk *geothermal* sebelum dan sesudah kalsinasi. Pada tahap kedua dilakukan sintesis dan karakterisasi zeolit berbahan serbuk *geothermal* dengan metode *hydrothermal*.

#### 3.1 Bahan dan Alat

##### 3.1.1 Alat-alat

a. *Mesh*

*Mesh* adalah alat yang digunakan untuk memisahkan serbuk berdasarkan ukuran *mesh* tersebut. Alat ini bekerja seperti ayakan berupa kisi-kisi dengan ukuran dan standar tertentu.



Gambar 3.1 *Mesh 100*

b. *Mortar Tangan*

Alat ini digunakan untuk menghaluskan serbuk *geothermal*. Penghalusan ini bertujuan untuk memudahkan pemasangan serbuk ke dalam *sample holder* sehingga mempunyai tingkat kerataan tinggi pada sampel yang akan diuji.



Gambar 3.2 *Mortar Tangan*

c. Mesin *X-Ray Diffraction* Shimadzu (XRD-6000)

Mesin *X-Ray Diffraction* Shimadzu (XRD-6000) merupakan mesin yang digunakan untuk mengkarakterisasi zat padat dengan menembakkan berkas sinar-X pada sampel yang diuji. Untuk spesifikasi mesin *X-Ray Diffraction* (XRD) *Rigaku Corporation* adalah sebagai berikut:

- Model : Multiflex 2kw
- Power : 200VAC 1Ø 30A 50 Hz
- T max : 1500 °C
- Made In : Japan



Gambar 3.3 Mesin *X-Ray Diffraction* (XRD) *Rigaku Corporation*

d. *Stirrer Magnetic*

Alat pengaduk ini digunakan untuk mengaduk larutan hingga 500 rpm dengan disertai pemanasan hingga 200<sup>0</sup> C



Gambar 3.4 *Stirrer Magnetic*

e. Tungku pemanas / *furnace*

*Furnace* merupakan suatu alat yang digunakan untuk memanaskan material yang berada didalamnya sampai pada suhu tertentu.

Pada penelitian ini *furnace* yang digunakan adalah *furnace* yang mampu memanaskan material sampai dengan temperatur 1450 °C.



Gambar 3.5 Tungku Pemanas / *Furnace*

f. Oven

Oven digunakan untuk memanaskan padatan setelah dicuci dengan suhu 70°C untuk menghilangkan air sebelum melakukan karakterisasi material.



Gambar 3.6 Oven

g. Timbangan

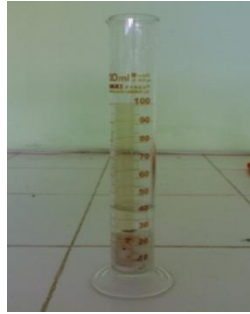
Timbangan yang digunakan merupakan timbangan digital yang mempunyai ketelitian tinggi sampai dengan 0,0001 gram.



Gambar 3.7 Timbangan digital

h. Gelas Ukur

Gelas ukur digunakan untuk mengukur volume larutan dengan cara melihat kenaikan skala volume pada gelas ukur .



Gambar 3.8 Gelas Ukur

i. Gelas kaca

Gelas kaca ini digunakan sebagai tempat untuk pengadukan spesimen



Gambar 3.9 Gelas kaca

j. Alat *Hydrothermal*

Alat *hydrothermal* digunakan untuk proses *hydrothermal* untuk sintesis zeolit.



Gambar 3.10 Alat *Hidrothermal*

k. Tabung spesimen

Tabung spesimen digunakan sebagai tempat spesimen saat proses *hidrothermal*.



Gambar 3.11 Tabung Spesimen

l. Kamera

Kamera digunakan untuk mengambil gambar dari specimen atau alat yang diinginkan.



Gambar 3.12 Kamera

m. Kertas ph meter

Digunakan untuk mengukur pH dari *filtrate* zeolit.



Gambar 3.13 Kertas pH meter

n. Kertas saring Whatman

Digunakan untuk mencegah hilangnya partikel zeolit saat dilakukan pencucian.



Gambar 3.14 Kertas saring *Whatman*

o. Jarum Suntik

Alat ini digunakan untuk membantu mengukur volume larutan dan digunakan untuk memasukan larutan tersebut secara perlahan kedalam gelas kaca.



Gambar 3.15 Jarum Suntik

p. Corong

Digunakan untuk menahan kertas saring *Whatman* yang berisi partikel zeolit saat dilakukan pencucian.



Gambar 3.16 Corong

### 3.1.2 Bahan-bahan

#### a. Serbuk geothermal



Gambar 3.17 Serbuk Geothermal

#### b. Serbuk NaOH



Gambar 3.18 Serbuk NaOH

#### c. Serbuk $\text{Al}(\text{OH})_3$



Gambar 3.19 Serbuk  $\text{Al}(\text{OH})_3$

d. Larutan *aquades*



Gambar 3.20 Larutan *aquades*

e. Larutan *aquabidest*



Gambar 3.21 Larutan *aquabidest*

### 3.2 Variabel Penelitian

- a. Variabel tetap : Komposisi natrium silikat, natrium aluminat, *holding time* pada proses *hydrothermal*, rpm dan suhu pada proses *stirer*.
- b. Variabel berubah : Suhu *hydrothermal*
- c. Variabel yang dinilai : Rasio Si/Al zeolit sintesis, struktur kristal zeolit ukuran Kristal dan % kristallinitas sintesis.

### 3.3 Cara Kerja

#### 3.3.1 Preparasi *Geothermal Sludge*

*Geothermal sludge* dari PLTP diang dijemur dan dikeringkan dengan panas matahari selama 2 hari (sampai kering).



Setelah kering, dilakukan proses penganyakan dengan ukuran *mesh* 100. Kemudian dilanjutkan dengan pengujian AAS dan XRD untuk mengetahui komposisi kimia dan fasa kristalin pada serbuk *geothermal*. Tahap selanjutnya adalah menghilangkan senyawa organik didalam serbuk *geothermal* dengan proses kalsinasi menggunakan tungku oven *charbolite* pada suhu 850°C selama 3 jam. Untuk mengetahui perubahan komposisi kimia dan perubahan fasa kristalinnya, dilakukan pengujian AAS dan XRD.

### 3.3.2 Pembuatan natrium Aluminat

NaOH 5M sebanyak 50 mL dimasukkan kedalam gelas kaca, kemudian tempatkan pada *magnetic stirrer*. *Magnetic stirrer* diatur pada suhu 100°C dan dengan kecepatan putaran 200 rpm. Tambahkan 4,5 gr Al (OH)<sub>3</sub> sedikit demi sedikit kedalam larutan NaOH yang sudah dipanaskan. Proses ini dilakukan selama 20 menit sehingga terbentuk larutan Natrium Aluminat tanpa adanya pengendapan [11].

### 3.3.3 Pembuatan natrium silikat

Natrium aluminat dari proses sebelumnya diambil 30 mL untuk dicampur dengan larutan NaOH 5M sebanyak 30 mL didalam gelas kaca. Kemudian tambahkan 3 gram serbuk *geothermal* yang sudah dikalsinasi. Tempatkan gelas kaca yang berisi campuran larutan tersebut pada *magnetic stirrer* yang telah diatur pada suhu 30°C dengan kecepatan putaran sebesar 200 rpm. Proses pencampuran tersebut dilakukan selama 2 jam untuk memperoleh larutan Natrium silikat [4].

### 3.3.4 Sintesis zeolit

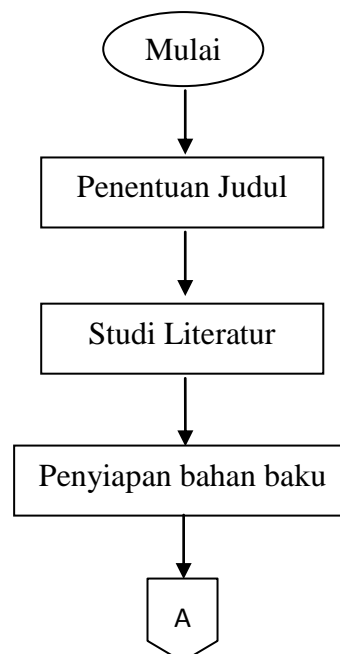
Natrium silikat yang dihasilkan dimasukkan ke dalam tabung teflon kemudian ditempatkan pada alat *hydrothermal* dan dipanaskan sesuai variasi suhu yang ditentukan dengan waktu penahanan selama 5 jam dalam keadaan tertutup rapat.

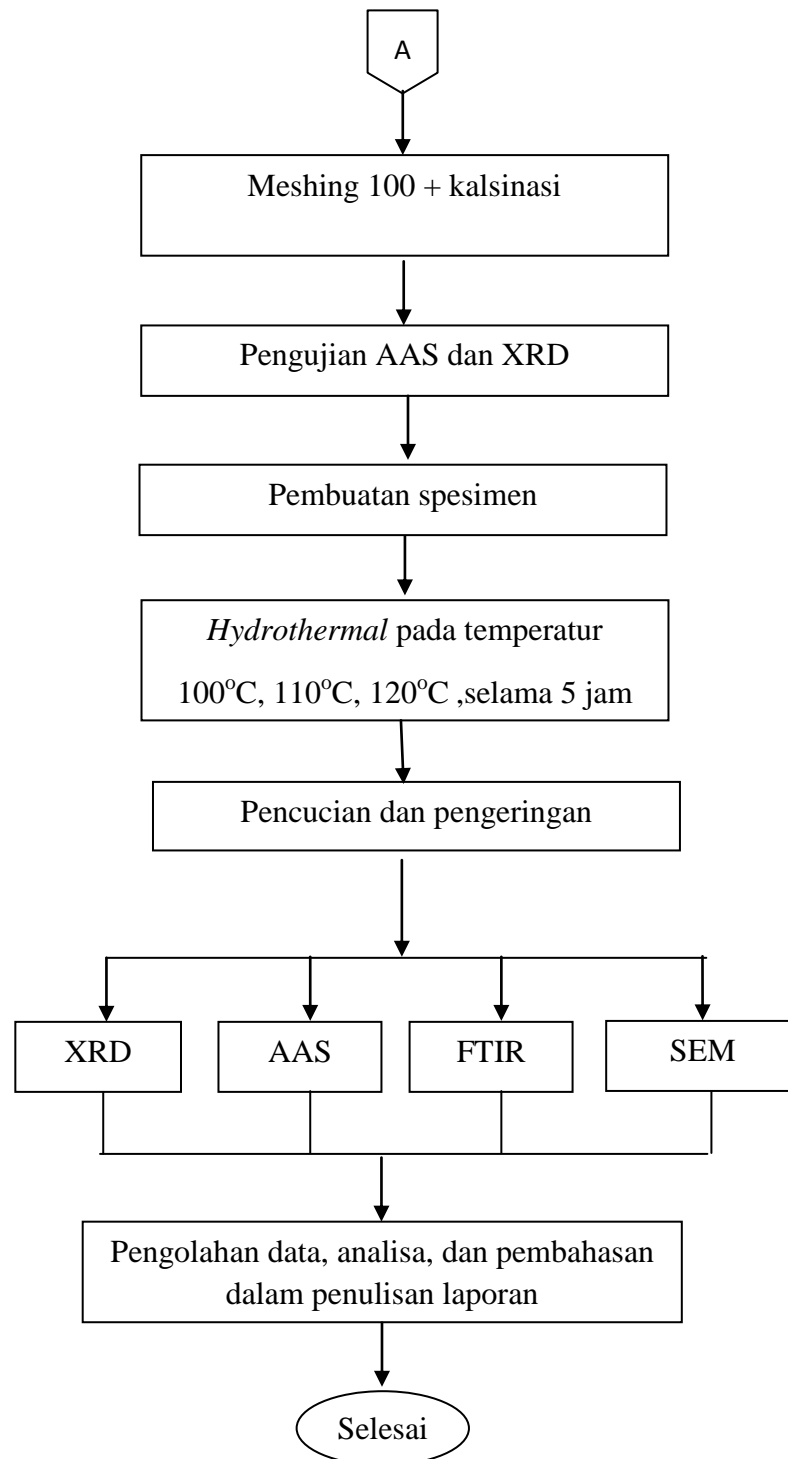
Hasil yang terbentuk kemudian di saring dengan kertas saring *whatmann* untuk memisahkan antara padatan dan *filtrate*. Padatan yang terbentuk kemudian dicuci dengan *aquabides*. Selanjutnya padatan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 70°C selama 3 jam. Untuk mengetahui pengaruh kondisi reaksi terhadap pembentukan zeolit dilakukan variasi suhu pada proses *hydrothermal*. Variasi suhu yang dilakukan pada proses *hydrothermal* adalah 100°C, 110°C dan 120°C selama 5 jam.

### 3.3.5 Karakterisasi zeolit

Karakterisasi zeolit meliputi analisa fasa kristalin pada zeolite dan penentuan ukuran butir zeolit dengan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk identifikasi gugus fungsi ikatan dalam stuktur zeolit, dan analisis rasio Si/Al dengan menggunakan AAS. Untuk menganalisa morfologi dan topologi serbuk zeolit, dilakukan dengan pengujian SEM.

### 3.4 Diagram Alir Penelitian





Gambar 3.22 Diagram Alir Penelitian