

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian preparasi zeolit berbasis *fly ash* dan aplikasinya sebagai adsorben ini berlangsung selama 7 bulan terhitung sejak tanggal 10 Maret 2016 – 7 oktober 2016 di laboratorium Riset Kimia Material Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Uji adsorpsi menggunakan instrumen Spektrofotometer Uv Vis dan analisis gugus fungsi menggunakan instrumen FTIR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI, analisis XRD dilakukan di Puslitbang tekMIRA, analisis XRF dilakukan di Pusat Survey Geologi, analisis luas permukaan BET dan porositas dilakukan di Pusat Penelitian Kimia LIPI.

3.2 Instrumen Penelitian

3.2.1 Alat

Alat – alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah gelas kimia (100 ml, 250 ml, dan 1 L), labu ukur (10 ml, 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml), corong kaca, gelas ukur (100 ml), spatula, batang pengaduk, cawan petri, labu erlenmeyer vakum dua buah, corong *buchner* dua buah, satu set alat filtrasi vakum, set alat refluks (terdiri dari labu dasar bulat, kondensor bola, dua buah selang), oven, *microwave*, *ultrasonic transducer*, pemanas listrik, *magnetic stirrer*, pipet makro (2 ml dan 10 ml), penangas minyak, pipet tetes, botol vial 10 ml, satu set neraca analitik, kertas saring, satu set alat *shaker*.

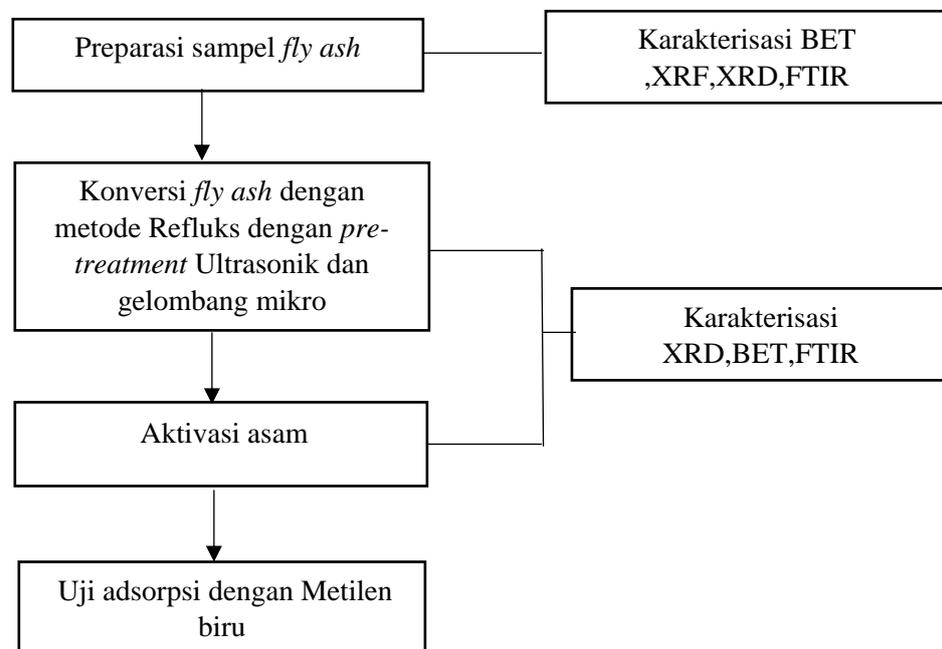
Karakterisasi dilakukan dengan instrumen XRF Thermo Scientific Arl 9900, FTIR-8400 Shimadzu, XRD Rigaku Miniflex 600, dan *surface area analyzer* Quantachrome Nova 4200e.

3.2.2 Bahan

Bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah bahan bahan yang digunakan pada proses sintesis zeolit antara lain *fly ash* yang diperoleh dari PT.SP.V, NaOH p.a ($\geq 95\%$), aquades, pH indikator, aquades, HCl 37 %, dan metilen biru.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam empat tahap yaitu tahap preparasi sampel *fly ash* menjadi *fly ash* siap konversi, kemudian tahap kedua yaitu tahap konversi *fly ash* dengan metode refluks yang diawali dengan *pre-treatment* menggunakan ultrasonik dan gelombang mikro. Tahap ketiga yaitu *post-treatment* aktivasi asam. Adapun tahapan keempat dari penelitian ini adalah uji adsorpsi zeolit terhadap metilen biru. Sifat fisika dan kimia *fly ash* dan zeolit hasil konversi dianalisis meliputi uji XRF, XRD, FTIR, dan BET. Adapun secara umum, tahapan penelitian yang dilakukan ditunjukkan pada **Gambar 3.1**



Gambar 3. 1. Alur penelitian secara umum.

3.4 Prosedur Penelitian

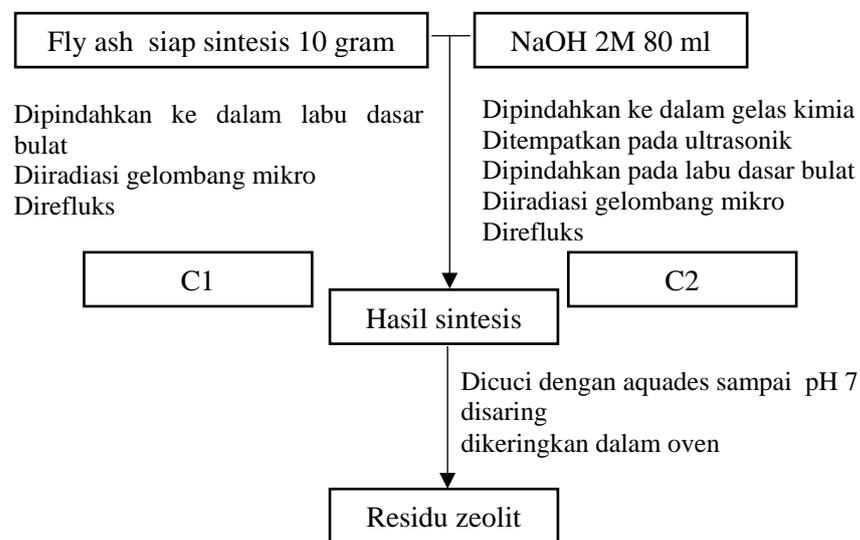
3.4.1 Preparasi fly ash



Gambar 3. 2. Bagan alir preparasi sampel *fly ash*

Tahap preparasi *fly ash* diawali dengan pencucian *fly ash* menggunakan aquades untuk memisahkan *fly ash* dari pasir atau pengotor lain. *Fly ash* selanjutnya disaring dan dikeringkan pada suhu ruang semalam, lalu dikeringkan di oven selama 2 jam pada suhu 105-108°C. *Fly ash* yang telah dikeringkan, diayak menggunakan saringan 70 mesh sehingga didapatkan *fly ash* dengan ukuran partikel yang seragam.

3.4.2 Sintesis zeolit dari Fly ash dengan pre treatment US dan MW

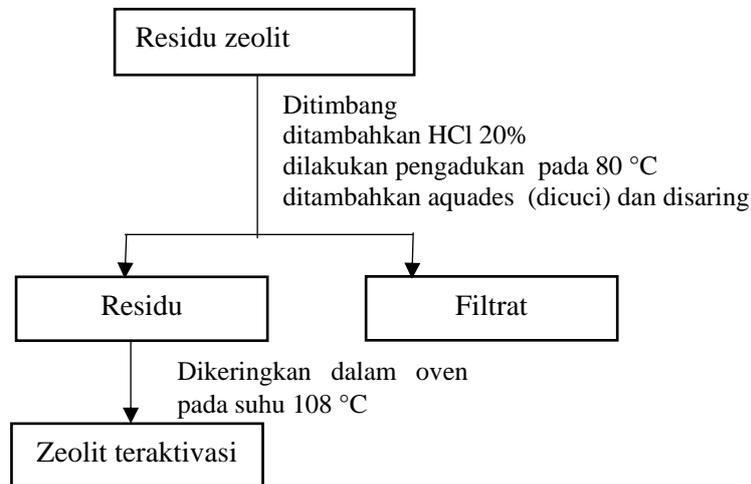


Gambar 3. 3. Bagan alir preparasi zeolit

Metode sintesis zeolit dari abu terbang menggunakan metode refluks pada suhu 180-200°C. *Fly ash* sebanyak 10 gram dicampurkan dengan 80 larutan NaOH 2M dalam gelas kimia 100 ml. Pada sampel C2, Campuran dalam gelas kimia, ditempatkan pada *ultrasonic transducer* selama 30 menit. Selanjutnya, dipindahkan ke dalam labu dasar bulat, diset alat refluks dan diiradiasi gelombang mikro menggunakan *microwave* selama 45 menit. Sedangkan pada sampel C1, campuran *fly ash* dan NaOH dipindahkan ke dalam labu dasar bulat 250 ml diset alat refluks dan diiradiasi gelombang mikro selama 45 menit. Setelah dilakukan *pretreatment*, campuran direfluks selama 24 jam. Hasil refluks disaring menggunakan corong *buchner* sambil dicuci dengan aquades sampai pH mencapai

7. Selanjutnya, residu dikeringkan di dalam oven selama 2 jam pada suhu 105-108°C.

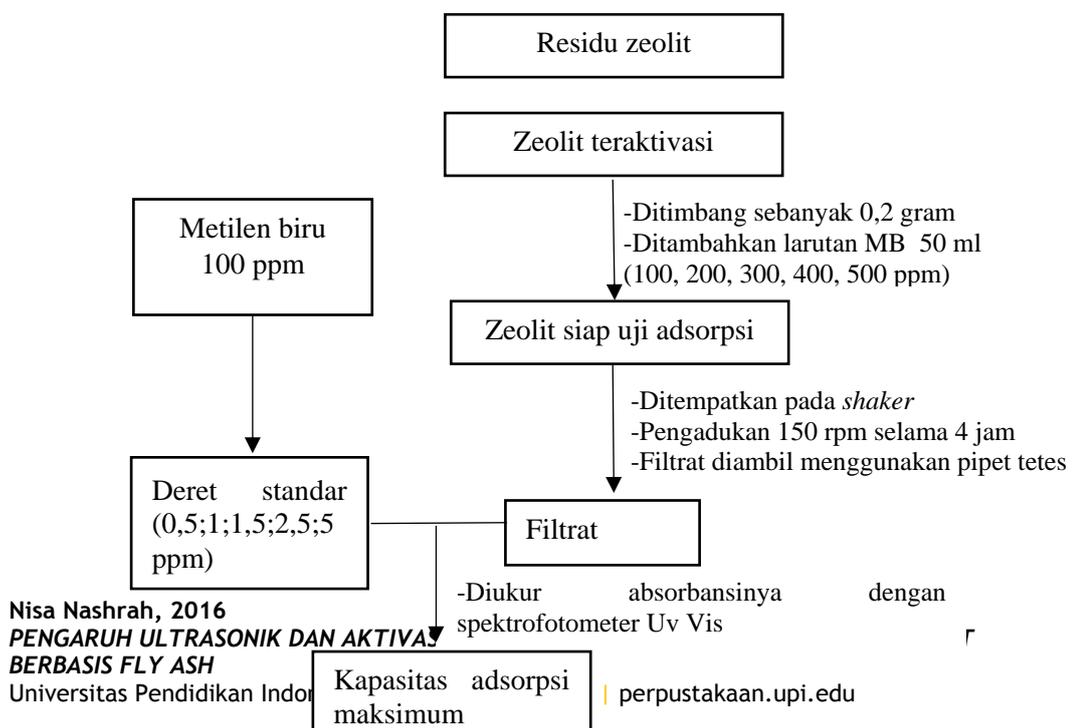
3.4.3 Aktivasi asam



Gambar 3. 4. Bagan alir aktivasi asam

Zeolit hasil sintesis diaktivasi dengan diberikan perlakuan asam untuk *leaching* pengotor pengotor yang mungkin menutupi permukaan zeolit. Zeolit bersama HCl 20% dengan perbandingan 25 ml:1 gram diaduk sambil dipanaskan pada 80°C selama 2 jam. Hasil *treatment* disaring, residu dikeringkan dalam oven pada suhu 108°C selama 2 jam. Zeolit teraktivasi asam selanjutnya dikarakterisasi dan dilakukan uji adsorpsi.

3.4.4 Uji adsorpsi fly ash dan zeolit terhadap Metilen biru



Nisa Nashrah, 2016
PENGARUH ULTRASONIK DAN AKTIVASI
BERBASIS FLY ASH
Universitas Pendidikan Indonesia

Kapasitas adsorpsi maksimum

perpustakaan.upi.edu

Gambar 3. 5. Bagan alir uji adsorpsi zeolit terhadap metilen biru

Untuk menguji kinerja zeolit hasil sintesis sebagai adsorben, dilakukan uji adsorpsi dengan variasi konsentrasi awal metilen biru. Zeolit ditimbang sebanyak 0,2 gram dicampurkan dengan 50 ml larutan metilen biru dengan variasi konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, dan 500 ppm. Uji adsorpsi dilakukan dengan metode *batch* pada *shaker* dengan kecepatan 150 rpm selama 4 jam. Waktu kontak 4 jam merupakan waktu kontak optimum yang diperoleh dari optimasi waktu adsorpsi pada variasi 0,30,60,90,120,240,360,480, dan 600 (menit) (Hasil optimasi ditunjukkan pada bagian lampiran). Larutan metilen biru sebelum dan setelah adsorpsi diukur konsentrasinya menggunakan instrumen spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 678 nm (hasil optimasi panjang gelombang) dengan metode kurva kalibrasi standar.

Kapasitas adsorpsi adsorben diestimasi menggunakan persamaan (1) :

$$Q = \frac{(C_i - C_e)}{m} V \quad (1)$$

Data hasil adsorpsi diplot menggunakan model isoterm adsorpsi Langmuir dan Freundlich untuk mengetahui sifat dan parameter adsorpsi. Persamaan linear adsorpsi isoterm langmuir dan freundlich ditunjukkan pada persamaan (4) dan (5) berturut turut.

$$\frac{C_e}{Q} = \frac{1}{Q_m K_L} + \frac{C_e}{Q_m} \quad (4)$$

(Alpat, Ozbayrak, Alpat, & Akcay, n. d.)²

Dengan *plotting* C_e/Q_e terhadap C_e diperoleh slope $1/Q_m K_L$ dan intercept $1/Q_m$.

$$\ln(Q) = \ln(K_F) + \frac{1}{n} \ln(C_e) \quad (5)$$

Plotting $\ln Q_e$ terhadap $\ln C_e$ dilakukan dan diperoleh slope $1/n$ dan intercept $\ln K_F$.

3.5 Prosedur Analisis Instrumen

3.5.1 Analisis Surface Area BET

Preparasi sampel dilakukan sebelum sampel dianalisa. Pada tahap preparasi sampel halus dimasukkan kedalam tabung sampel, ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan *port degassing*. *Degassing* dilakukan untuk menghilangkan gas – gas yang terserap pada permukaan padatan melalui pemanasan dalam kondisi vakum. Sampel ditimbang dan siap dianalisa. Proses analisa diawali dengan pengisian kontainer pendingin dengan gas cair yaitu N₂ sebagai adsorbennya.

3.5.2 Analisis Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Analisis FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung pada sampel. Sampel *fly ash* dan zeolit yang akan diuji ditambahkan KBr dengan perbandingan yang sama, kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu. Setelah homogen, sampel dicetak menjadi pelet. Selanjutnya dianalisis.

3.5.3 Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk mengetahui fase kristalin yang terbentuk pada sampel. Sampel yang telah halus (sampai berukuran 200-mesh) dilakukan preparasi kemudian ditempatkan pada sampel holder secara merata pada permukaan yang mendatar selanjutnya material sampel siap untuk dianalisis. Dari analisis XRD diperoleh hasil difraksi berupa difraktogram yang menyatakan sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar-X yang dipantulkan. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan *Joint Commitee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)*.

3.5.4 Analisis X-Ray Fluoresence (XRF)

Analisis XRF dilakukan untuk melihat komposisi senyawa dan unsur yang terkandung pada material awal, *fly ash*. Uji XRF terdiri dari preparasi sampel dan pengujian. Preparasi sampel diawali dengan dilakukan pengayakan sampel sampai 100 dan 200 mesh. Sampel ditimbang dan ditambahkan *binder*. Sebelum dicetak,

campuran sampel dan *binder* dimasukkan ke dalam penggerus (*ball mill*) Herzog dan digerus selama 40 detik. Hasil penggerusan dikeluarkan ke dalam nampan alumunium dan *ball mill* dibersihkan dengan kuas. Sampel hasil penggerusan dimasukkan ke dalam *ring stainless steell* dan dipres. Hasil cetak berbentuk pellet dan siap diuji .