

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan dari bulan Maret sampai dengan Agustus 2016 di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, Analisis dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Thermogravimetric and Differential Thermal Analysis* (TG-DTA) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia, analisis *X-Ray fluorescence* (XRF) dilakukan di Balai Besar BahandanBarangTeknik Bandung, dan analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan di Pusat PenelitiandanPengembanganTeknik Mineral danBatu Bara Bandung dan di Laboratorium Universitas Negeri Yogyakarta.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam proses konversi zeolit yaitu neraca analitik, gelas kimia 100 mL, dan 250 mL, gelas ukur 100 mL, corong, batang pengaduk, botol semprot, set alat refluks (labu dasar bulat, pemanas listrik, kondensor, statif dan klem, selang, corong buchner, labu elenmeyervakum, pompa vakum, *microwave*, *ultrasonik cleaner*, dan oven.

Karakterisasi bahan baku *fly ash* dilakukan dengan menggunakan XRF, karakterisasi zeolit hasil konversi dilakukan menggunakan instrument FTIR, XRD analisis situs zeolit dengan menggunakan metode adsorpsi NH_3 menggunakan instrumen TG-DTA dan FTIR.

3.2.2 Bahan

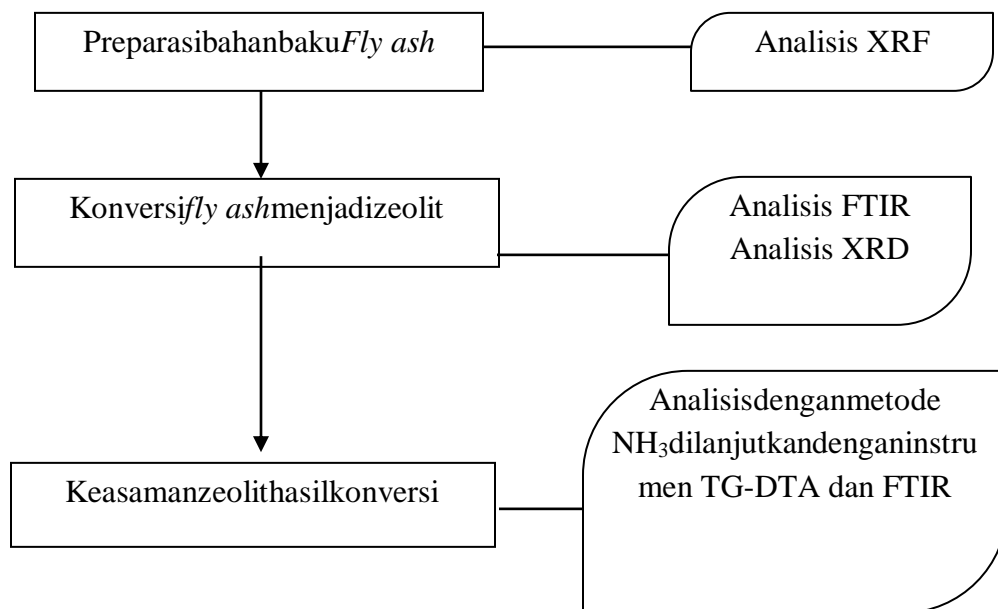
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Fly ash* yang berasal dari PT. *South Pacific Viscose* yang berada di Purwakarta, NaOH, dan Aquades, untuk

analisis total situsamdigunakan NH_3 darilarutan NH_4OH pekat (25%) kemudianuntukpencucianzeolitdenganasamdigunakanasamklorida (HCl) 20%.

3.3 TahapanPenelitian

Penelitiankeasamanzeolitdari*fly ash*denganmenggunakanmetodeadsorpsi NH_3 initerdiridari 3 tahap, yaitu :

1. Preparasisampel*fly ash*,
2. Konvers*fly ash*menjadizeolit, dan
3. Karakterisasikeasamanzeolithasilkonversi



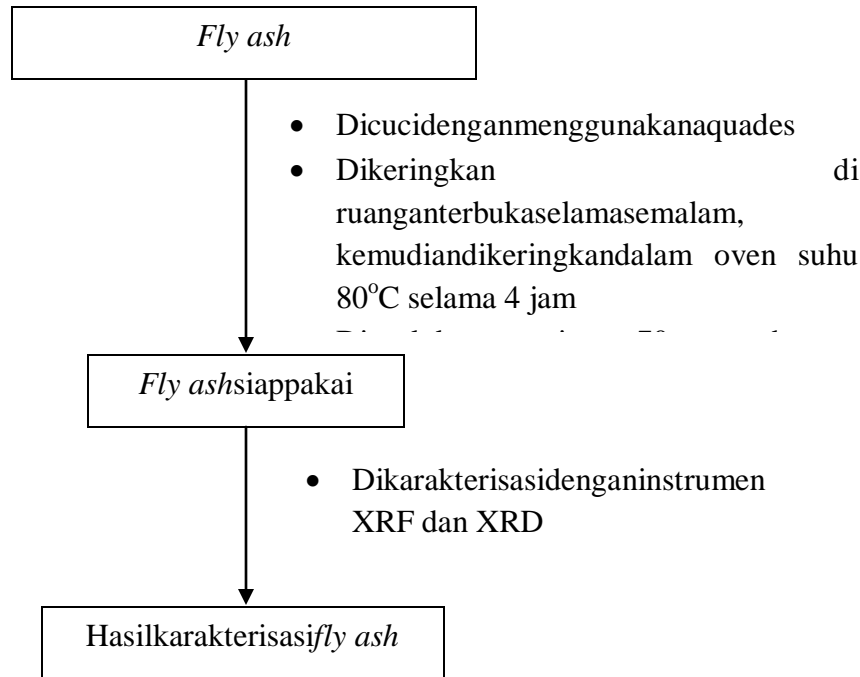
Gambar 3.1 Tahap Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Proses Preparasi Bahan Baku Fly ash

Proses preparasi bahan baku *fly ash* diawali dengan mengambil sampel *fly ash* yang berasal dari PT. *South Pacific Viscose* Jawa Barat. Kemudian *fly ash* dibersihkan dengan cara dicuci menggunakan aquades, setelah itu dikeringkan di ruang terbuka selama semalaman, lalu *fly ash* dikeringkan dengan menggunakan oven pada suhu 80°C selama 4 jam, setelah kering kemudian *fly*

ash diayak dengan menggunakan ayakan 70 μm mesh sehingga diperoleh bahan baku *fly ash* berbentuk serbuk halus berwarna coklat muda.



Gambar 3.2 Bagan alir proses preparasi bahan baku *fly ash*

3.4.2 Proses Konversi *Fly ash* menjadi Zeolit

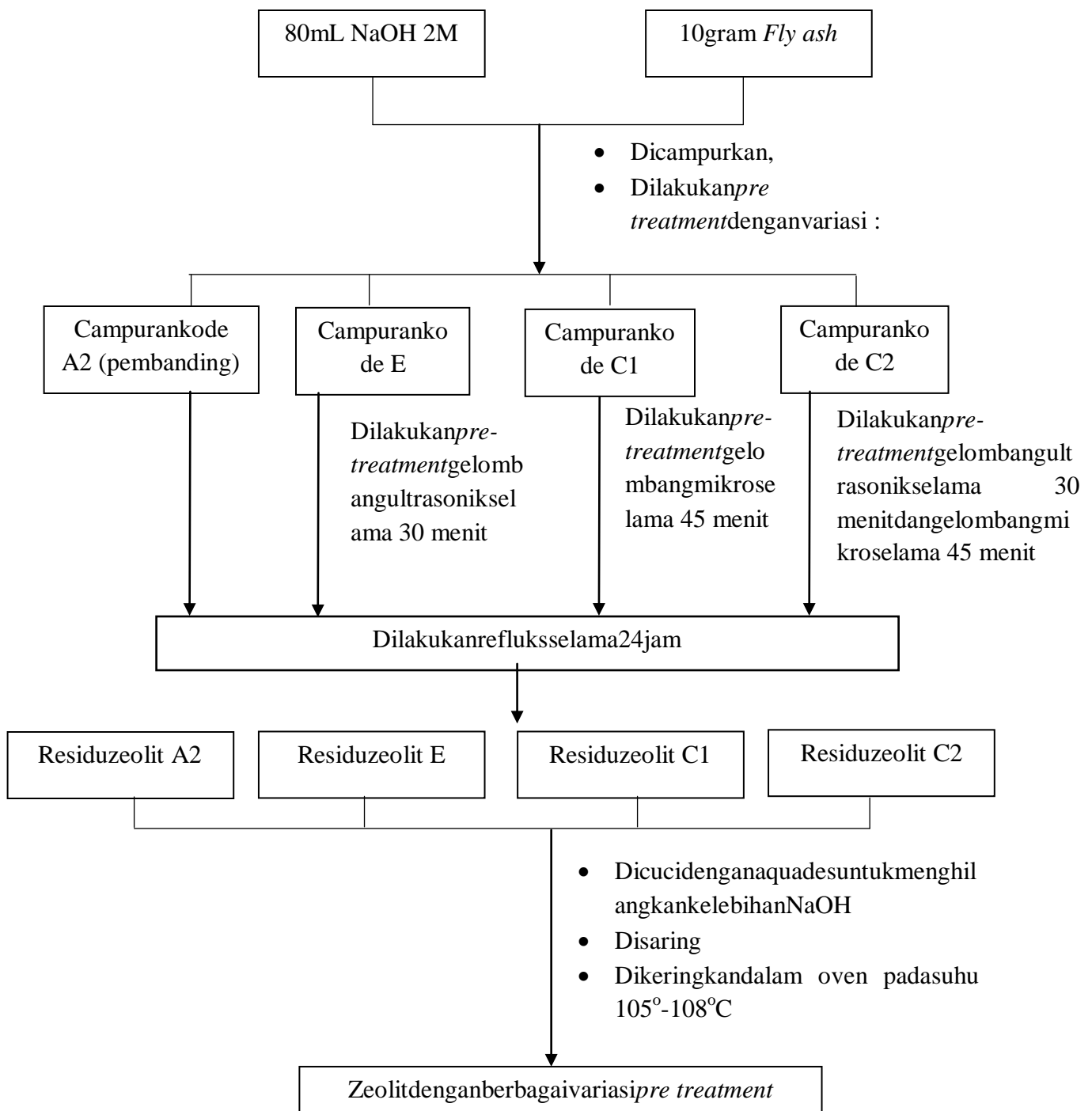
3.4.2.1 Tahap Konversi Zeolit dari Bahan Baku *Fly ash*

Pada proses konversi *fly ash* menjadi zeolit ini digunakan metode refluks dengan variasi penambahan gelombang ultrasonik dan gelombang mikro pada proses *pre treatment*. Proses konversi dilakukan dengan mencampurkan bahan baku *fly ash* dan larutan NaOH konsentrasi 2 Molar dengan perbandingan *fly ash* dan larutan NaOH sebesar 1:8 penambahan gelombang ultrasonik dilakukan selama 30 menit, sedangkan penambahan gelombang mikro dilakukan selama 45 menit.

Setelah dilakukan proses *pre treatment*, konversi zeolit dilanjutkan dengan merefluks campuran *fly ash* dan NaOH selama 24 jam. Setelah direfluks,

campuran residu zeolit kemudiandicucidengan menggunakan aquades untuk menghilangkan kelebihan NaOH, residu dicuci hingga filtrat hasil pencucian menunjukkan pH netral (pH 7) yang diujidengan menggunakan kertas indikator universal. Setelah itu residu zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 105-108°C.

Gambar 3.3 Bagan alir proses konversi zeolit



Gambar 3.4 berikut menunjukkan beberapa tahapan yang dilakukan pada proses konversi fly ash menjadi zeolit.



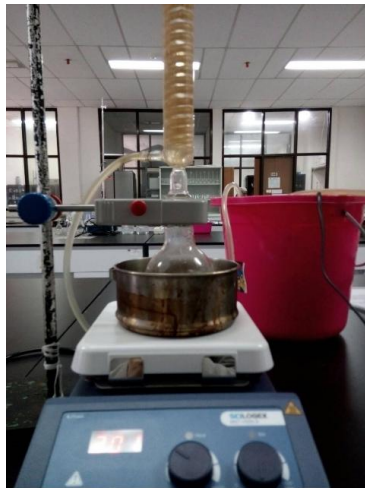
(a)



(b)



(c)



(d)



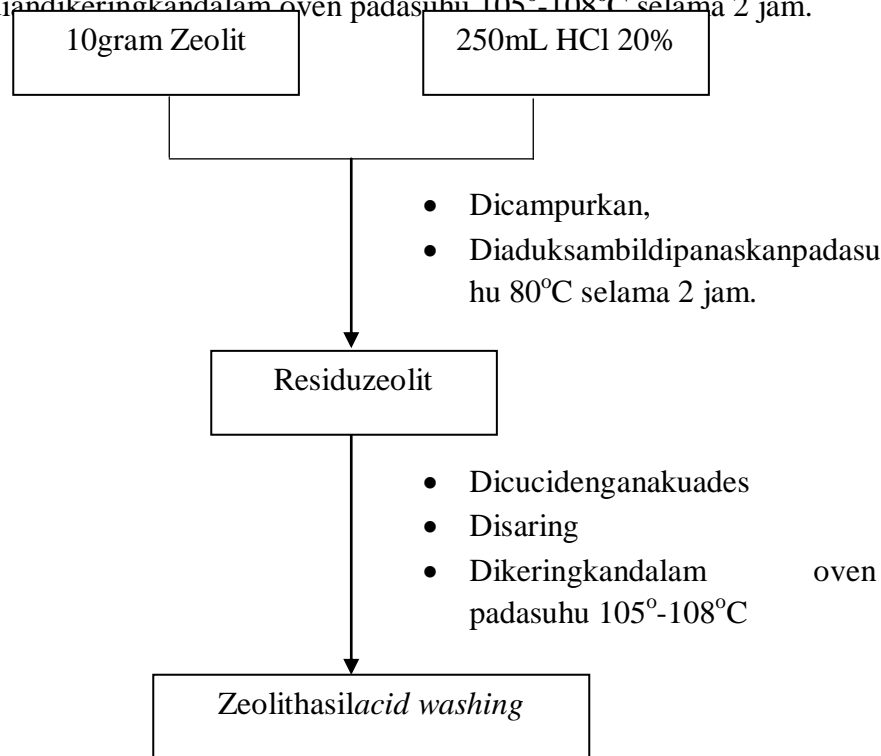
(e)

Gambar 3.4 Proses sintesis zeolit dari fly ash

- a. Campuran fly ash dan basa NaOH, b. Proses *pre-treatment* menggunakan microwave, c. Proses *pre-treatment* menggunakan ultrasonik cleaner, d. Proses refluks, e. Proses penyaringan residu zeolit

3.4.2.2 Tahap Pencucian Zeolit dengan Asam (*Acid Washing*)

Setelah didapatkan zeolit hasil konversi, tahap selanjutnya yang dilakukan adalah pencucian zeolit dengan asam (*acid washing*). Pada proses ini digunakan asam klorida (HCl) dengan konsentrasi sebesar 20%. Zeolit yang telah kering ditimbang lalu ditambahkan asam dengan perbandingan zeolit:asam sebesar 1:25. Kemudian campuran diaduk menggunakan stirrer sambil dipanaskan pada suhu 80°C, campuran diaduk selama 2 jam. Setelah itu residu disaring dan dicuci dengan menggunakan akuades, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 105°-108°C selama 2 jam.

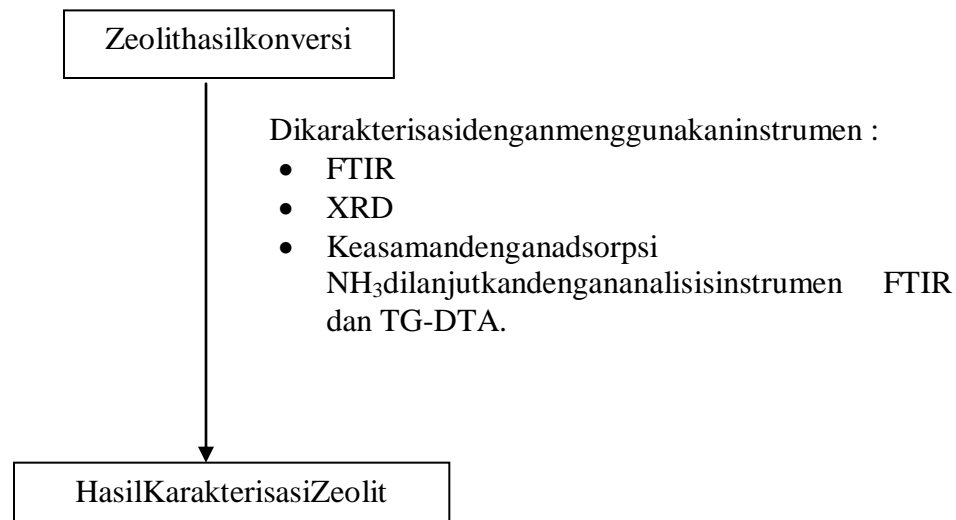


Gambar 3.5 Bagan alir proses *acid washing*

3.4.3 Proses Karakterisasi Zeolit Hasil Konversi

Pada proses ini digunakan beberapa instrumen seperti FTIR, XRD, XRF dan TG-DTA untuk mengetahui karakteristik zeolit hasil konversi. Analisis XRF

dilakukan untuk mengetahui kandungan dan perbandingan Si, Al dan mineral lain dalam bahan baku fly ash. Analisis dengan FTIR dilakukan untuk mengetahui adanya perubahan struktur dari bahan baku fly ash menjadi zeolit setelah dilakukan proses konversi. Analisis dengan menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui kandungan material pada zeolit hasil konversi. Analisis dengan TG-DTA (*Thermogravimetry – Differential Thermal Analysis*) dilakukan untuk mengetahui situs asam dari zeolit hasil konversi dengan melihat kemampuan zeolit dalam menyerap basa. Bagan alir proses karakterisasi zeolit hasil konversi ditunjukkan pada Gambar

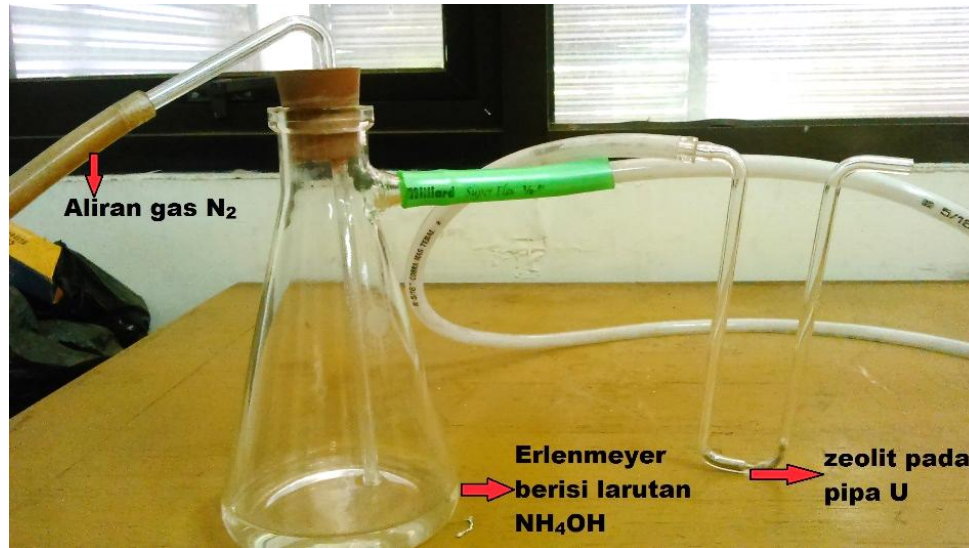


Gambar 3.6 Bagan proses karakterisasi zeolit

3.4.3.1. Penentuan Situs Asam Zeolit

Pada tahap penentuan situs asam zeolit, basa yang digunakan adalah uap amoniak (NH_3) yang diambil dari uap basa ammonia (NH_4OH) dengan cara mengalirkan gas N_2 ke dalam wadah lenmeyer yang berisi ammonia, kemudian uap amoniak tersebut dialirkan ke dalam pipa berbentuk U yang berisi zeolit hasil konversi. Sebelum dialirkan ke uap amoniak, zeolit terlebih dahulu dialirkan gas N_2 selama 1 jam, kemudian dilanjutkan dengan mengalirkan uap amoniak pada zeolit selama 2 jam.

Rangkaian set alat penentuansitusasam dengan metode adsorpsi NH_3 dapat dilihat pada Gambar 3.7 berikut.



Gambar 3.7 Set alat adsorpsi NH_3

Zeolit yang telah teradsorpsi oleh NH_3 selanjutnya di karakterisasi dengan menggunakan alat TG-DTA dan FTIR.

3.5 Metode Analisis

3.5.1 Analisis dengan XRF

Analisis dengan menggunakan XRF dilakukan untuk mengetahui kandungan dan perbandingan komposisi Si, Al serta mineral lainnya dalam bahan baku fly ash. Sampel fly terlebih dahulu dipreparasi kemudian langsung diukur dengan menggunakan alat XRF. Alat XRF yang digunakan adalah XRF THERMO SCIENTIFIC ARL 9900.

3.5.2 Analisis dengan FTIR

Analisis dengan menggunakan Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform Infra*

Red) dilakukan untuk mengetahui perubahan struktur pada zeolithasilkonversidaristruktur bahan baku awalnya yaitu *fly ash*, juga mengidentifikasi situs asam pada zeolit. Dalam analisis ini digunakan bahan baku *fly ash* yang dibandingkan dengan zeolithasilkonversi, serta zeolithasilkonversi yang telah dilakukan adsorpsi dengan NH_3 . Sebelum diukur dengan alat spektrofotometer FTIR, sampel terlebih dahulu dipreparasi dengan cara dibuat pelet menggunakan garam KBr. Alat spektrofotometer FTIR yang digunakan adalah FTIR-8400 Shimadzu.

3.5.3 Analisis dengan XRD

Analisis dengan menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) dilakukan untuk mengetahui keberhasilan konversi bahan baku *fly ash* menjadi zeolit, serta mengetahui perbedaan struktur kristal pada zeolithasilkonversi dengan beberapa perbedaan *pre treatment* menggunakan gelombang ultrasonik dan atau gelombang mikro serta pengaruh dari adanya *pre treatment* menggunakan salah satu atau kedua gelombang tersebut. Pada analisis ini, sampel zeolithasilkonversi yang telah halus dicetak padat tempat sampel kemudian dimasukkan ke dalam alat XRD untuk diuji. Di dalam alat sampel dikenai sinar X sehingga terjadi difraksi. Alat XRD yang digunakan adalah XRD Rigaku miniflex 600

3.5.4 Analisis dengan TG_DTA

Analisis dengan TG-DTA (*Thermogravimetry – Differential Thermal Analysis*) dilakukan untuk mengetahui situs asam dari zeolithasilkonversi dengan melihat kemampuan zeolit dalam menyerap basa. Zeolithasil adsorpsi langsung diukur dengan menggunakan alat TG-DTA. Alat TG-DTA yang digunakan adalah TG-DTA Shimadzu 60 A dengan parameter alat yang digunakan yaitu suhu antara 25°C - 300°C dengan kenaikan laju pemanasan sebesar $2^{\circ}\text{C}/\text{menit}$ dan pada aliran gas nitrogen (N_2).