

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI pada bulan Februari sampai dengan Juli. Adapun beberapa analisis yang dilakukan seperti analisis dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan Spektrofotometer Uv-Vis dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI, analisis *X-Ray Diffraction* (XRD) di Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknik Mineral dan Batu Bara (tekMIRA), analisis Brunauer-Emmet-Teller (BET) di Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), analisis *X-Ray Fluorescence* (XRF), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) di Pusat Survey Geologi.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan dalam proses preparasi sampel dan konversi *bottom ash* menjadi zeolit yaitu gelas kimia 250 mL, 500 mL, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, neraca analitik, labu dasar bulat leher tiga, pemanas listrik, statif, klem, lemari asam, termometer, *magnetic stirrer*, corong kaca, oven, botol semprot, gelas ukur 100mL, labu ukur (10 mL, 50 mL, 100 mL, 250 mL dan 500 mL), pipet tetes, sentrifuse, botol sentrifuse, botol plastik, labu erlenmeyer vakum, corong Buchner, cawan petri, mesin vakum, lumpang dan alu, botol vial, mesin shaker, pipet mikro, botol kaca, pipet ukur, dan kolom. Karakterisasi bahan baku *bottom ash* dan zeolit dilakukan dengan menggunakan XRF Thermo Scientific Arl 9900, FTIR-8400 Shimadzu, SEM JEOL JSM-636OLA, Shimadzu UV Mini 1200, BET NOVA Instrument ©1994-2013 Quantachrome Instrument version 11.03 , dan XRD Rigaku Miniflex 600.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *bottom ash* yang berasal dari PT. Indofood Bandung, H_2SO_4 , NaOH, Aquades, Etanol, KH_2PO_4 , amonium klorida, amonium molibdat, amonium vanadat, fenol, natrium nutriprusside, natrium sitrat, dan natrium hipoklorit.

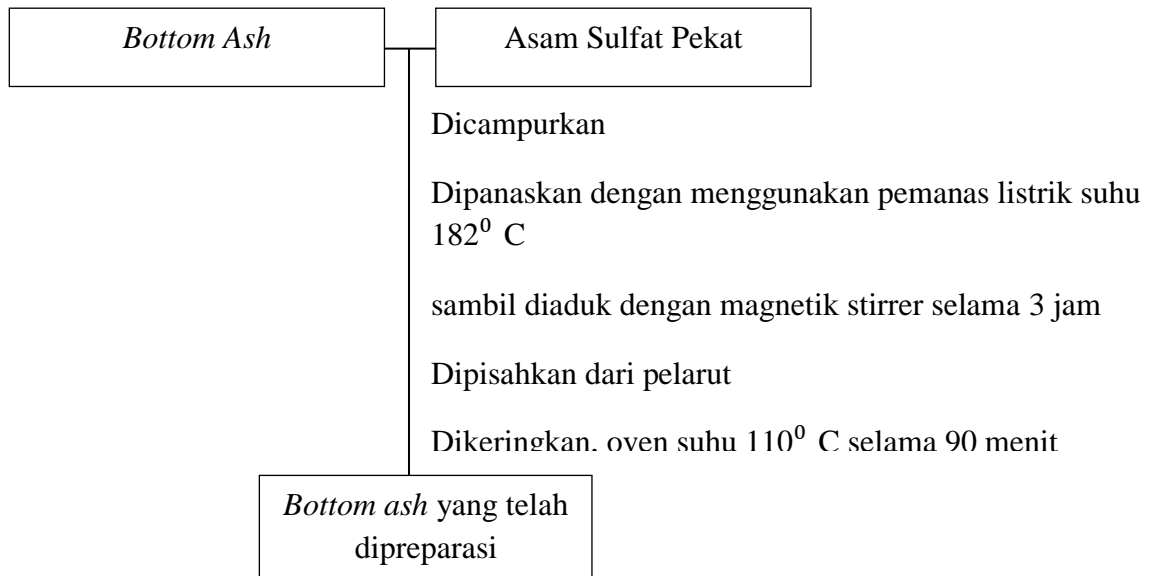
3.3 Tahapan Penelitian

1. Preparasi bahan baku *bottom ash*.
2. Konversi *bottom ash* menjadi zeolit.
3. Adsorpsi ion fosfat dan ion amonium menggunakan zeolit hasil konversi.
4. Uji pelepasan ion amonium dari zeolit hasil konversi.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Bahan Baku *Bottom Ash*

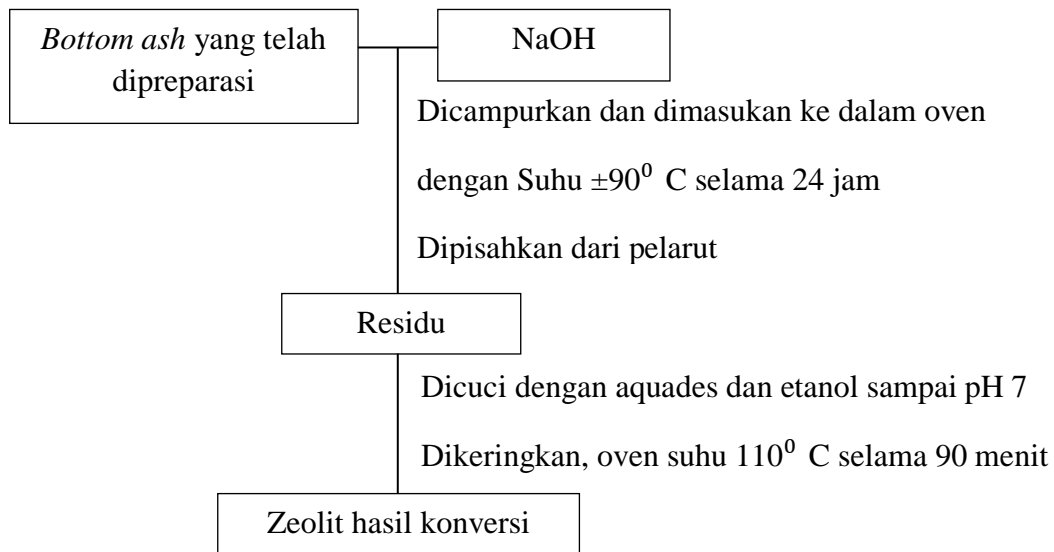
Proses preparasi bahan baku dimulai dengan pengambilan *bottom ash* yang berasal dari PT. Indofood Bandung Jawa Barat. *Bottom ash* yang didapat terlebih dahulu digerus menggunakan lumpang dan alu, kemudian *bottom ash* diayak dengan ayakan kasar. Setelah proses pengayakan, *bottom ash* dimasukkan kedalam labu dasar bulat dan ditambahkan H_2SO_4 pekat dengan perbandingan 5:1. Campuran antara *bottom ash* dan H_2SO_4 pekat tersebut dipanaskan menggunakan pemanas listrik didalam lemari asap dengan suhu maksimal $182^{\circ}C$ selama 3 jam. Pada saat proses pemanasan berlangsung, campuran diaduk menggunakan magnetik stirrer dengan kecepatan 300 rpm. Setelah dipanaskan, campuran dibiarkan sesaat untuk pendinginan dan proses pengendapan. Lalu filtrat dipisahkan kedalam gelas kimia lain, sedangkan residu dicuci menggunakan aquades panas sebanyak 1 L untuk menghilangkan pengotor. Setelah itu, *bottom ash* dikeringkan dalam oven dengan suhu $110^{\circ}C$ selama 90 menit.



Gambar 3.1 Bagan alir proses preparasi bahan baku *bottom ash*.

3.4.2 Konversi *Bottom Ash* menjadi Zeolit.

Proses konversi *bottom ash* menjadi zeolit dilakukan menggunakan oven pada suhu $\pm 90^{\circ}$ C dengan variasi dosis dan konsentrasi larutan NaOH. Variasi dosis yang digunakan antara volume larutan NaOH 2M dan massa *bottom ash* adalah 4:1, 6:1, dan 8:1. Sedangkan, variasi konsentrasi yang digunakan adalah 2M, 5M, dan 8M. Proses konversi dimulai dengan mencampurkan *bottom ash* dan larutan NaOH, lalu campuran tersebut dipanaskan dalam oven selama 24 jam. Campuran yang telah dipanaskan kemudian dipisahkan dengan cara sentrifugasi. Residu yang didapatkan kemudian dicuci dengan aquades dan etanol sampai pH filtrat mencapai 7. Setelah itu, residu dikeringkan dalam oven selama 90 menit pada suhu 110° C. Pada saat konversi, dilakukan variasi dosis dan konsentrasi larutan NaOH untuk menentukan zeolit yang terbentuk.



Gambar 3.2 Bagan alir proses konversi *bottom ash* menjadi zeolit

3.4.3 Karakterisasi pada *Bottom Ash* dan Zeolit.

Pada proses karakterisasi ini digunakan berbagai instrumen, seperti FTIR, XRD, XRF, SEM, BET, dan Spektrofotometer Uv-Vis untuk menentukan karakteristik pada *bottom ash* dan zeolit hasil konversi. Analisis menggunakan FTIR digunakan untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat dalam *bottom ash* dan perubahan struktur yang terjadi pada zeolit. Analisis XRD digunakan untuk mengetahui kandungan material yang terdapat pada zeolit. Analisis menggunakan instrumen XRF dilakukan untuk menentukan kandungan senyawa yang terdapat pada *bottom ash* dan zeolit. Analisis menggunakan XRF juga dilakukan untuk membuktikan preparasi yang dilakukan pada *bottom ash* yang bertujuan sebagai proses pencucian dan ekstraksi aluminium yang terkandung didalamnya.

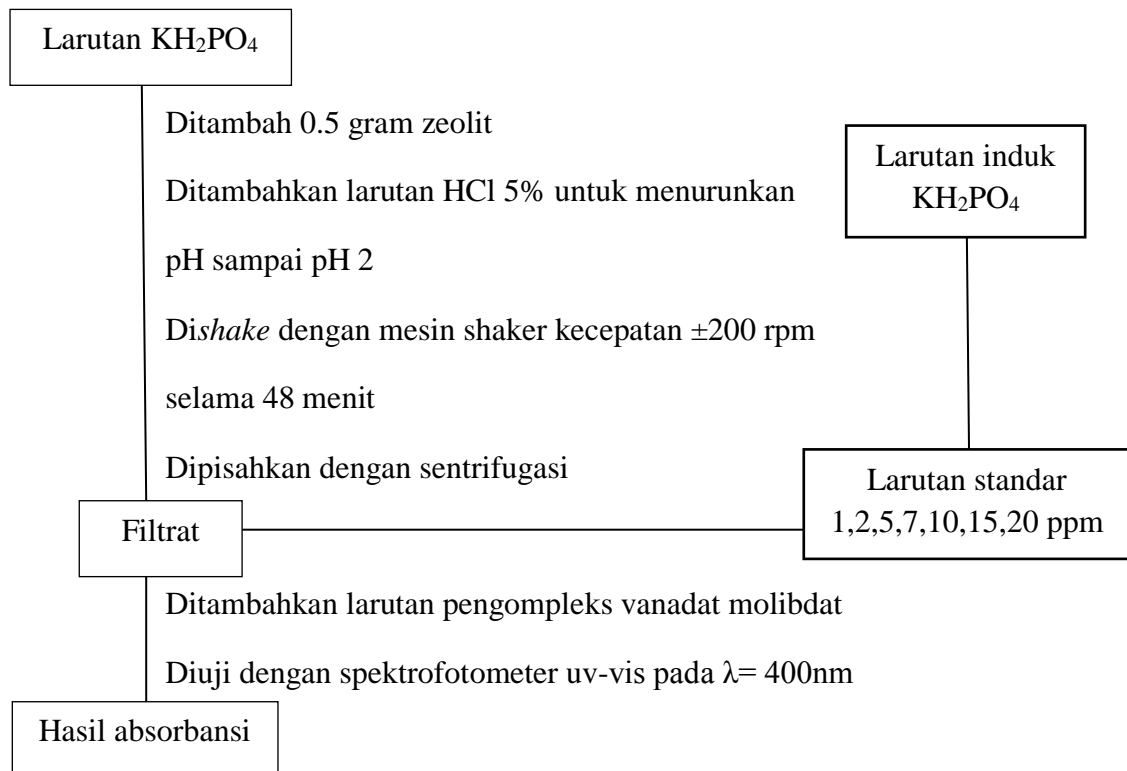
Analisis menggunakan SEM dilakukan untuk melihat struktur fisik dari *bottom ash* dan zeolit pada skala mikro sehingga akan terlihat perbedaan antara keduanya. Analisis BET dilakukan dalam penentuan luas permukaan, ukuran pori, dan volume pori. Setelah itu, digunakan instrumen spektrofotometer Uv-vis pada saat proses adsorpsi ion fosfat dan ion amonium oleh zeolit, untuk menentukan banyaknya ion fosfat dan ion amonium yang teradsorpsi.

3.4.4 Adsorpsi Ion Fosfat oleh Zeolit Hasil Konversi.

Proses ini dilakukan setelah zeolit dari *bottom ash* sudah terbentuk. Adsorpsi yang terjadi pada zeolit hasil konversi dilakukan karena zeolit itu sendiri memiliki potensi sebagai adsorben. Tetapi, kali ini adsorpsi ditujukan pada unsur fosfor. Unsur fosfor yang akan di adsorpsi oleh zeolit *bottom ash* berbentuk ion fosfat (H_2PO_4^-) yang berasal dari larutan kalium dihidroksi fosfat (KH_2PO_4).

Hal pertama yang dilakukan adalah pembuatan larutan induk KH_2PO_4 . Larutan tersebut dibuat dari padatan KH_2PO_4 anhidrat sebanyak 3,189 gram yang dilarutkan dalam aquades 1 L. Larutan induk memiliki 0,05 gram unsur P dalam 1mL larutan. Dari larutan induk tersebut, dibuat larutan deret standar untuk memperoleh kurva kalibrasi sehingga didapatkan persamaan yang akan digunakan dalam menghitung konsentrasi fosfor dalam larutan.

Optimasi dilakukan pada waktu adsorpsi, pH, dan massa zeolit. Prosedur yang dilakukan adalah membuat larutan KH_2PO_4 sebanyak 50mL dengan konsentrasi tertentu dari larutan induk dalam gelas kimia 250mL. Kemudian, zeolit dimasukkan ke dalam larutan KH_2PO_4 dan ditambahkan beberapa tetes HCl 5%. Setelah itu, gelas kimia berisi campuran dikocok pada mesin *shaker* dengan kecepatan ± 200 rpm selama waktu tertentu. Campuran di sentrifugasi untuk memisahkan zeolit dari larutannya. Selanjutnya, filtrat dicampurkan dengan bahan pengompleks yaitu larutan amonium vanadat-molibdat sehingga larutan fosfat menjadi berwarna kuning. Larutan kompleks fosfat kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer uv-vis.



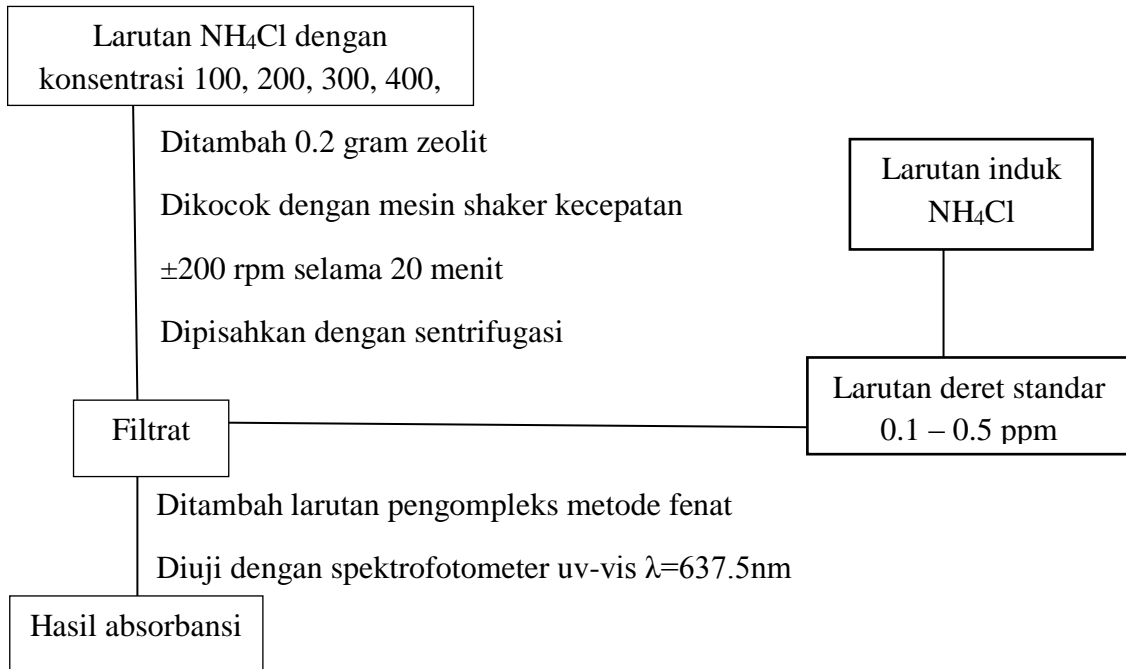
Gambar 3.3 bagan alir proses adsorpsi fosfat oleh zeolit.

3.4.5 Adsorpsi Ion Amonium oleh Zeolit Hasil Konversi.

Adsorpsi ion amonium dilakukan menggunakan larutan NH_4Cl yang dibuat sebanyak 1 liter dari 3,819 gram padatnya. Larutan tersebut memiliki kandungan 1 mg nitrogen setiap mililiternya sehingga memudahkan dalam pembuatan larutan dengan konsentrasi tertentu.

Sebelum adsorpsi dilakukan, dibuat larutan deret standar untuk membuat kurva kalibrasi. Setelah itu, dilakukan optimasi pada waktu adsorpsi, pH, dan massa zeolit. Prosedur yang dilakukan adalah dengan menambahkan zeolit kedalam larutan NH_4Cl dengan konsentrasi tertentu. Pengukuran pH campuran larutan NH_4Cl dengan zeolit dilakukan agar campuran memiliki pH diantara 6-10 dengan penambahan HCl atau NaOH. Campuran kemudian dikocok dalam mesin *shaker* dengan kecepatan 200 rpm selama waktu tertentu. Campuran yang telah dikocok dipisahkan dengan sentrifugasi, kemudian supernatan yang dihasilkan diuji kandungan amoniumnya dengan metode indofenol. Supernatan diambil 1 mL kemudian direaksikan dengan 1mL fenol, 1mL natrium nitroprussid, dan 2,5 mL

larutan oksidator, masing-masing larutan ditambahkan setelah proses adisi berlangsung (metode fenat). Campuran yang dihasilkan didiamkan selama 1 jam dalam suhu ruang dan botol gelap. Setelah itu, campuran diencerkan dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer uv-vis pada panjang gelombang 637,5 nm.

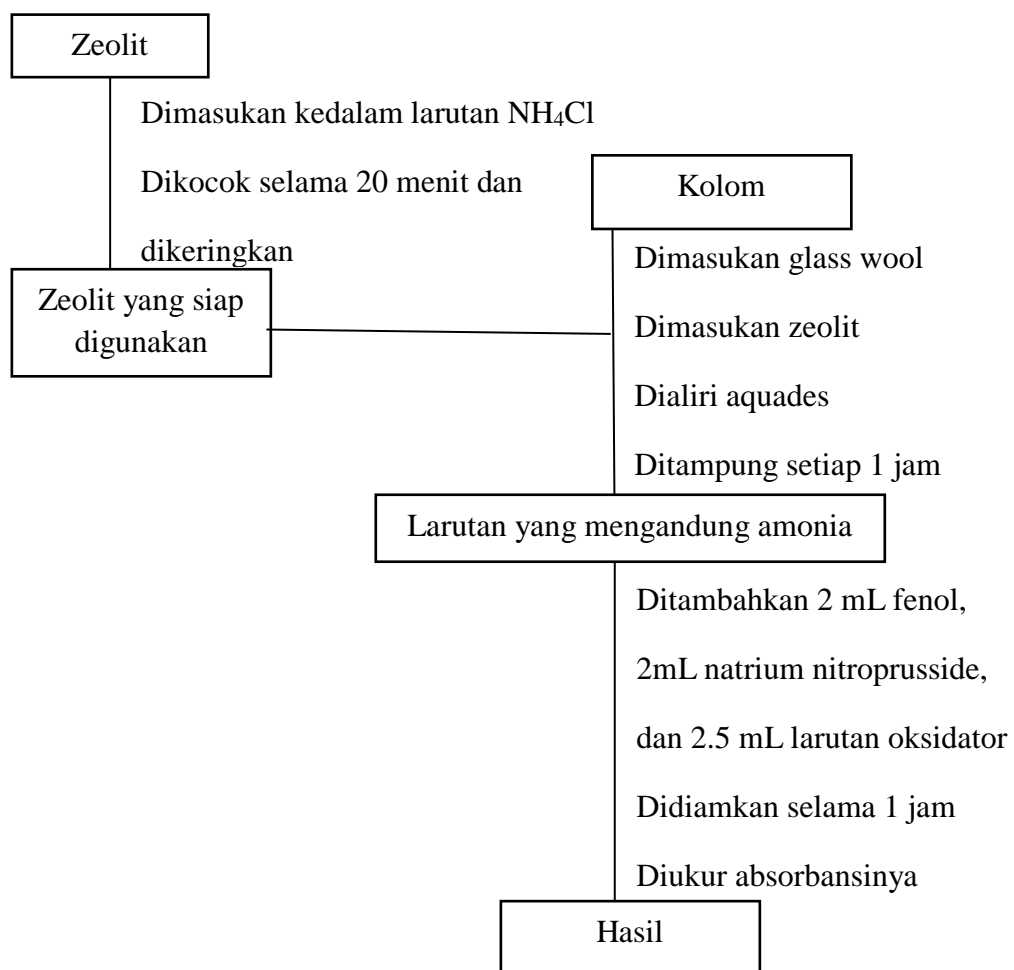


Gambar 3.4 Bagan alir proses adsorpsi amonium oleh zeolit.

3.4.6 Pelepasan Ion Amonium dari Zeolit

Proses pelepasan ion amonium dilakukan pada zeolit yang telah mengadsorpsi amonium dari larutan NH_4Cl . Adsorpsi ion amonium pada zeolit dilakukan sesuai prosedur sebelumnya. Zeolit yang siap digunakan dikeringkan dalam oven suhu 105°C . Setelah itu, zeolit dimasukkan kedalam kolom yang sebelumnya telah dimasukkan *glass wool* untuk menahan zeolit agar tidak terbawa arus aquades. Pada bagian atas zeolit juga ditambahkan *glass wool* sebagai penahan agar zeolit tidak terbawa aquades ke bagian atas kolom.

Proses pelepasan dimulai dengan mengalirkan aquades kedalam kolom dan wadah di atasnya sampai batas yang ditentukan. Aquades yang mengalir akan membawa ion amonium dan ditampung dalam sebuah botol. Kecepatan alir setiap menit adalah 3 mL. Aquades yang terdapat pada wadah di atas kolom ditambahkan secara berkala agar tetap pada ketinggian yang ditentukan. Sedangkan, botol penampung diganti setiap satu jam. Setelah itu, aquades yang telah mengandung ion amonia dibuat kompleks dengan metode indofenol dan diukur absorbansinya untuk menentukan konsentrasi amonia yang terdapat pada larutan tersebut.



Gambar 3.5 Bagan alir proses desorpsi amonium dari zeolit.

3.5 Prosedur Analisis Instrumen

3.5.1 Analisis Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Analisis menggunakan instrumen FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terkandung pada material. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui perubahan struktur yang terjadi pada zeolit hasil konversi dan dibandingkan dengan struktur pada bahan baku *bottom ash*. Preparasi yang dilakukan pada sampel *bottom ash* dan zeolit adalah dengan ditambahkan garam KBr, kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu dan dicetak menjadi pelet. Sampel selanjutnya dianalisis dengan instrumen FTIR.

3.5.2 Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis dengan menggunakan instrumen XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristalin *bottom ash* dan zeolit hasil konversi. Sampel dihaluskan terlebih dahulu sampai berukuran lebih dari 160 mesh, kemudian sampel dimasukkan pada *holder* secara merata dan siap untuk dianalisis. Sampel yang telah berada di dalam alat XRD dikenai sinar-X sehingga terjadi difraksi. Puncak-puncak hasil analisis kemudian dicocokkan dengan *Joint Commitee on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) sehingga diketahui jenis kristalin yang terbentuk.

3.5.3 Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis dengan menggunakan instrumen XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi senyawa dan unsur yang terkandung dalam sampel *bottom ash*, *bottom ash* hasil preparasi, dan zeolit hasil konversi. Preparasi yang dilakukan pada sampel adalah dimasukkan kedalam penggerus (*ball mill*) dan digerus selama beberapa detik. Sampel kemudian dibentuk pelet dan siap diuji.

3.5.4 Analisis Surface Area BET

Analisis dengan menggunakan BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan sampel, volume pori, dan ukuran pori. Sampel dimasukkan kedalam tabung kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan *part degassing*. *Degassing* dilakukan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui pemanasan dalam kondisi vakum. Proses analisa

diawali dengan pengisian kontainer pendingin dengan gas cair yaitu N_2 sebagai adsorbennya. Hasil yang didapatkan dari analisis ini dihitung menggunakan persamaan Barret-Joyner-Halenda dan Saito Foley.