

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian Preparasi Zeolit berbasis *fly ash* batubara dan uji adsorpsi-desorpsi terhadap ion ammonium (NH_4^+) ini berlangsung selama 9 bulan bertempat di laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Uji kadar NH_4^+ dilakukan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV Vis dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI, analisis gugus fungsi zeolit menggunakan instrumen FTIR bertempat di Laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung, analisis XRD dan XRF dilakukan di Puslitbang tekMIRA, analisis morfologi permukaan SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung, dan analisis luas permukaan dengan menggunakan BET dilakukan di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong.

3.2 Instrumen Penelitian

Instrumen penelitian berupa alat dan bahan yang digunakan selama penelitian dengan uraian sebagai berikut:

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah gelas kimia, labu ukur, corong kaca, spatula, batang pengaduk, botol plastik (tahan panas) corong buchner, *heating mantle*, *automatic shaker*, alat sentrifugasi, statif dan klem, neraca analitik.

Karakterisasi dilakukan dengan instrumen UV-Vis (Shimadzu 1240), XRF(Thermo Scientific Arl 9900), XRD (Rigaku Miniflex 600), dan FTIR (Prestige 21 Shimadzu), dan analisis surface area dengan metode BET (Nova 4200e)

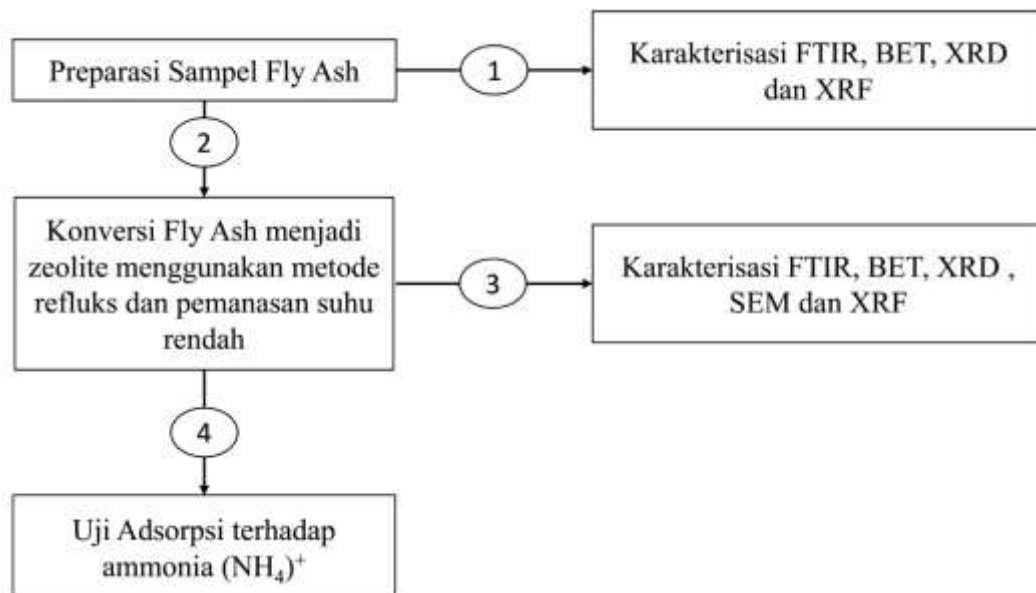
3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *fly ash* yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan zeolit diperoleh dari PT. SPV, NaOH p.a (95%), aquades, sumber ion Ammonium (NH_4Cl), Fenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$), Natrium

Nitroprusida ($C_5FeN_6Na_2O$) 0.5%, Larutan Alkalin Sitrat ($C_6H_5Na_3O_7$), Natrium Hipoklorit ($NaClO_4$) 5%, Etanol 95%, Aquades.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam empat tahapan (Lihat **Gambar 3.1**). Tahap pertama yaitu preparasi sampel *fly ash*, kemudian tahap kedua yaitu konversi *fly ash* menjadi zeolit menggunakan metode refluks dan pemanasan suhu rendah. Tahap ketiga yaitu karakterisasi produk hasil sintesis dengan menggunakan FTIR, BET, XRD dan XRF. Tahap yang terakhir yaitu uji adsorpsi zeolit hasil sintesis terhadap ion ammonium.

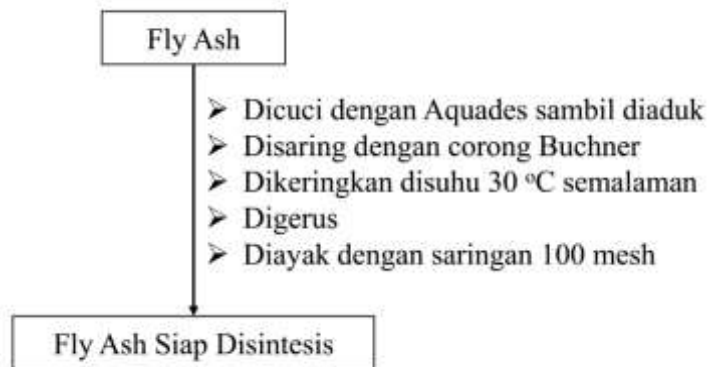


Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1. Preparasi Sampel

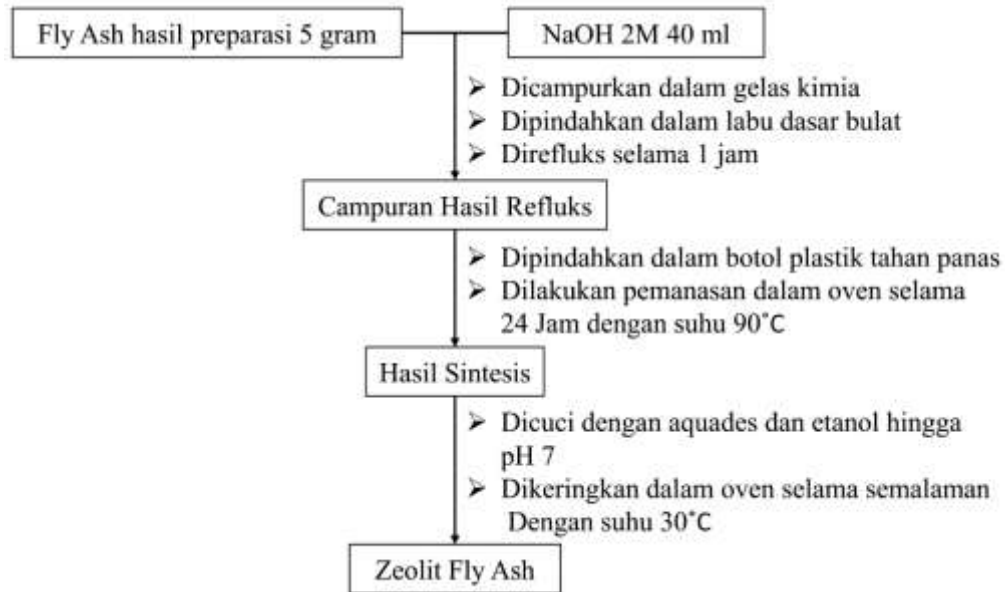
Proses preparasi sampel ini diawali dengan proses pencucian *fly ash* menggunakan akuades dengan tujuan untuk memisahkan dari pengotor. *Fly ash* yang telah dicuci kemudian disaring dan dikeringkan di dalam oven dengan suhu $30^{\circ}C$ selama 12 jam. *Fly ash* yang telah dikeringkan kemudian digerus dan diayak menggunakan saringan 100 mesh. Bagan alir dapat dilihat pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.2 Bagan Alir Preparasi Sampel *Fly ash*

3.4.2. Sintesis Zeolit

Gambar 3.3. Bagan Alir Proses Sintesis Zeolit



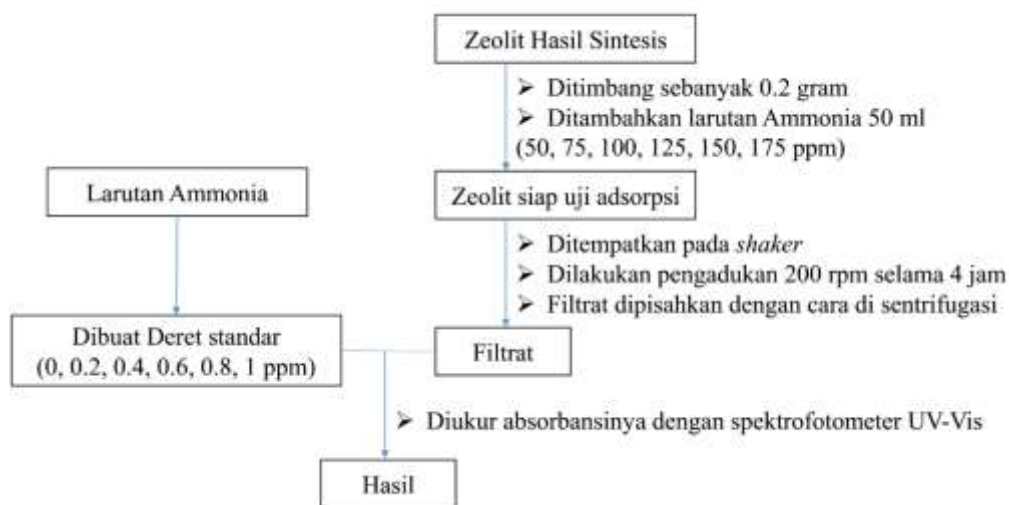
Pada sintesis Zeolit dari *Fly ash* ini digunakan metode refluks dan pemanasan dengan suhu 90 °C. Pertama, *fly ash* sebanyak 5 g dicampurkan dengan 40 mL larutan NaOH 2M (proses pembuatan larutan NaOH 2M terdapat pada lampiran) dalam gelas kimia 100 ml. Setelah dicampurkan kemudian diaduk dengan batang pengaduk dan dipindahkan ke dalam labu dasar bulat untuk dilakukan refluks.

Refluks dilakukan selama 1 jam. Hasil refluks kemudian dipindahkan ke dalam botol plastik tahan panas. Setelah itu botol plastik berisi sampel *fly ash* dan larutan NaOH hasil refluks dilakukan pemanasan dalam oven selama 24 jam dengan suhu 90 °C. Hasil pemanasan disaring menggunakan corong buchner sambil dicuci dengan menggunakan akuades dan etanol hingga mencapai pH 7. Selanjutnya residu di keringkan dalam oven selama 12 jam dengan suhu 30°C. Bagan alir proses sintesis zeolit tersebut dapat dilihat pada **Gambar 3.3**.

3.4.3. Uji Adsorpsi zeolit hasil sintesis terhadap Ion ammonium

Untuk menguji kinerja zeolit hasil sintesis sebagai adsorben ion ammonium, dilakukan uji adsorpsi terhadap larutan model ion ammonium sebagai adsorbat dengan variasi konsentrasi ion ammonium (Lihat **Gambar 3.4**). Zeolit ditimbang sebanyak 0.2 gram kemudian dicampurkan dengan larutan ion ammonium dengan konsentrasi 50 ppm, 75 ppm, 100 ppm, 125 ppm, 150 ppm, dan 175 ppm. Uji adsorpsi ini dilakukan dengan metode *batch* pada shaker dengan

kecepatan 200 rpm selama 135 menit. Waktu kontak selama 135 menit ini merupakan waktu kontak optimum yang diperoleh dari optimasi waktu adsorpsi pada variasi waktu 0, 45, 90, 135, 180, 210, 240, dan 260 (menit). Larutan ion ammonium yang digunakan bersumber dari NH_4Cl yang dilarutkan. Larutan ion ammonium sebelum dan setelah adsorpsi diukur konsentrasi ion ammoniumnya dengan menggunakan metode spektrofotometer secara fenat sesuai dengan SNI 06-6989.30-2005.



Gambar 3.4 Bagan Alir Uji Adsorpsi zeolit terhadap ion ammonium

Kapasitas adsorpsi adsorben diinterpretasi dengan menggunakan persamaan:

$$Q_e = \frac{(C_i - C_e)}{m} V$$

Data hasil adsorpsi kemudian di plot menggunakan model isoterm adsorpsi Langmuir dan isoterm adsorpsi Freundlich untuk mengetahui sifat dan parameter adsorpsinya. Berikut adalah persamaan linear untuk model isoterm Langmuir :

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{Q_m K_L} + \frac{C_e}{Q_m}$$

Dengan memplot C_e/Q_e terhadap C_e maka akan diperoleh slope $1/Q_m K_L$ dengan intercept merupakan $1/Q_m$. Sedangkan untuk persamaan linear untuk model isoterm Freundlich adalah sebagai berikut:

$$\log Q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e$$

(Chen et al. 2011)

3.4.4. Uji desorpsi dengan metode Kolom

Untuk menguji kemampuan zeolit dalam proses desorpsi ion ammonium dilakukan percobaan dengan metode kolom. Cara nya dengan melakukan *leaching* zeolit menggunakan air. Ion ammonium dilakukan adsorpsi terlebih dahulu dengan menggunakan zeolit, kemudian zeolit dipisahkan kemudian dikeringkan. Untuk mengetahui kandungan ammonium yang terdapat dalam zeolit, dilakukan analisis menggunakan UV dengan mengukur serapan sebelum dan sesudah diadsorpsi. Zeolit *dileaching* dengan air selama 24 jam.

3.5 Prosedur Analisis Instrumen

3.5.1. Analisis Gugus Fungsi Material menggunakan FTIR

Analisis FTIR ini dilakukan untuk mengidentifikasi keberadaan gugus fungsi dalam sampel. Sampel diidentifikasi adalah *fly ash* dan zeolit hasil konversi. Sampel-sampel tersebut akan diuji dengan cara ditambahkan pelet KBr dengan perbandingan yang sama, kemudian dihomogenkan dengan menggunakan lumpang dan alu. Setelah homogen, sampel dicetak hingga berbentuk pelet, dan ditempatkan pada sampel holder pada alat FTIR. Sampel siap dianalisis dengan FTIR.

3.5.2. Analisis Fasa Kristal dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fase kristalin yang terdapat pada sampel. Sampel mula-mula digerus hingga halus (sekitar ukuran 200-100 mesh) kemudian ditempatkan secara merata pada sampel holder, selanjutnya sampel siap untuk di analisis. Dalam analisisnya diukur nilai 2θ dari rentang 0-70. Hasil XRD ini berupa difraktogram dengan puncak-puncak sesuai dengan fase Kristal yang terdapat dalam sampel. Difraktogram tersebut dicocokkan dengan standar yang sudah ada dalam database.

3.5.3. Analisis Komposisi Material menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Analisis XRF ini dilakukan untuk mengetahui komposisi kimia yang terdapat di dalam sampel. Uji XRF ini diawali dengan preparasi sampel. Preparasi dilakukan dengan cara mengayak sampel sampai 100-200 mesh. Setelah disaring sampel ditimbang kemudian ditambahkan binder kemudian digerus dengan menggunakan *ball mill* selama 40 detik. Hasil penggerusan dikeluarkan dan dimasukkan ke dalam *ring stainless steel* kemudian dipress. Hasil cetak yang telah berbentuk pelet inilah yang kemudian siap ditempatkan pada *sample holder* untuk dianalisis.

3.5.4. Analisis *Surface Area* dengan metode BET

Sampel dilakukan preparasi terlebih dahulu sebelum dianalisis. Pada tahap preparasi ini sampel yang telah halus dimasukkan ke dalam tabung sampel, kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan port degassing. Degassing bertujuan untuk menghilangkan gas – gas yang terserap pada permukaan padatan dengan cara pemanasan dalam kondisi vakum. Sampel kemudian ditimbang dan siap dianalisis. Proses analisis diawali dengan pengisian kontainer pendingin dengan gas cair yaitu N₂ sebagai adsorbatnya

3.5.5. Analisis Profil permukaan Material dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Sampel yang akan dianalisis terlebih dahulu dilakukan homogenisasi dengan cara diayak beberapa mesh. Setelah homogen sampel akan dimasukkan kedalam sampel holder. Sampel yang telah siap untuk dianalisis kemudian dimasukkan ke dalam alat SEM secara perlahan. Hasil profil gambar SEM akan muncul pada komputer. Perbesaran dilakukan secara manual dengan menggunakan komputer dengan cara zoom in atau zoom out terhadap area yang ingin dilihat morfologinya.

3.5.6. Analisis kadar Ion Ammonium dengan Spektrofotometer UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis ini digunakan untuk mengukur kadar ion ammonium dalam larutan dengan metode fenat. Spektrofotometer digunakan

karena pada metode fenat ini larutan yang mengandung ion ammonium akan dijadikan kompleks berwarna biru jernih. Oleh karena itu warna biru inilah yang nantinya akan diukur oleh alat spektrofotometer UV Vis. Sampel yang telah dipreparasi, dimasukkan kedalam kuvet untuk dianalisis. Sebelum pada alat di setting panjang gelombang sebesar 640 nm yang sesuai dengan panduan SNI. Setelah disett maka absorbansi akan muncul pada alat.