

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian “Preparasi Zeolit dari *Fly Ash* Menggunakan Metode Alkali-Hidrotermal dengan *Pre-treatment* Gelombang Ultrasonik-Mikro dan Aplikasinya pada Adsorpsi Logam Cu dari Larutan” ini telah dilaksanakan selama 10 bulan, dimulai pada bulan Maret hingga Desember 2018 yang dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Adapun beberapa analisis hasil penelitian seperti analisis dengan Instrumen XRD (*X-Ray Diffraction*), XRF (*X-Ray Fluorescence*) dan *specific surface area* BET dilakukan di Laboratorium Pengujian Mineral dan Batubara-Puslitbang tekMIRA, analisis dengan Instrumen FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Kimia FMIPA ITB, analisis dengan Instrumen SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan di Laboratorium Hidrogeologi dan Hidrogeokimia Teknik Pertambangan FTTM ITB, dan analisis dengan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI.

3.2. Instrumen Penelitian

3.2.1. Alat

Pada penelitian ini alat yang digunakan dalam proses preparasi zeolit *fly ash* meliputi *Teflon Autoclave* 100 mL, oven MEMMERT, oven EYELA WFO-450ND, *ultrasonic cleaner* W-211, *microwave* SHARP (modifikasi dengan set alat refluks), gelas kimia 250 mL, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, saringan ukuran 100 mesh, corong Buchner, Labu Erlenmeyer vakum, pompa vakum, botol semprot. Alat-alat lainnya yang digunakan dalam proses analisis uji adsorpsi zeolit *fly ash* terhadap ion Cu meliputi *multi shaker* MMS EYELA, kaca arloji, spatula, gelas kimia 100 mL, labu ukur (250 mL; 100 mL; 50 mL), pipet volum 50 mL, pipet ukur (25 mL; 10 mL; 5 mL), labu Erlenmeyer 100 mL, botol sampel, corong kaca, statif klem filtrasi, gelas kimia 250 mL, batang pengaduk. Sedangkan karakterisasi *fly ash*, zeolit *fly ash* dan hasil adsorpsi dilakukan dengan menggunakan instrumen XRD (XRD-7000 MAXima SHIMADZU), XRF (Thermo Scientific Arl 9900), FTIR (FTIR Prestige-21 SHIMADZU), SEM (JEOL JSM-6510A), *surface area* BET (Quadrasorb SI QUANTACHROME), dan AAS (WFX-130A QUALITEST).

Widyani Rahmat Hayati, 2019
PREPARASI ZEOLIT DARI FLY ASH MENGGUNAKAN METODE ALKALI-HIDROTERMAL
DENGAN PRE-TREATMENT GELOMBANG ULTRASONIK-MIKRO DAN APLIKASINYA PADA
ADSORPSI LOGAM Cu DARI LARUTAN

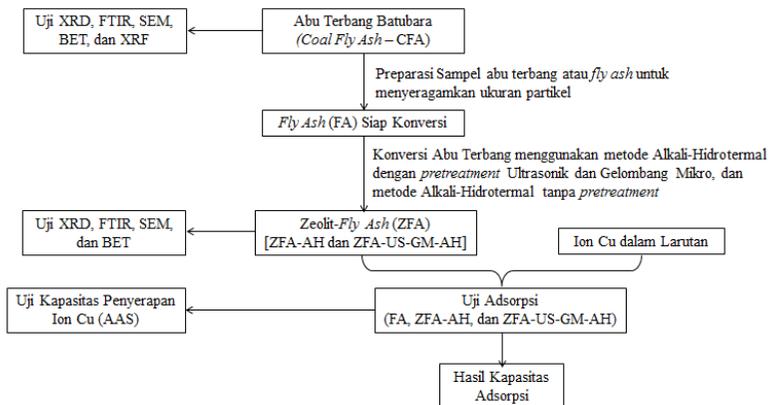
Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini diantaranya abu terbang (*coal fly ash* – CFA) yang berasal dari PT. South Pacific Viscose (SPV), NaOH @LOBA Chemie, aquabides (*aqua pro injection*) @P.T. IKAPHARMINDO PUTRAMAS, aquades, indikator universal, dan kertas saring, $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ @Merck KGaA India.

3.3. Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam 3 (tiga) tahap yaitu tahap preparasi zeolit *fly ash* (ZFA), tahap analisis uji adsorpsi ZFA terhadap ion Cu, dan tahap analisis instrumen hasil penelitian. Pada **Gambar 3.1.** berikut menjelaskan diagram alir penelitian secara garis besar.



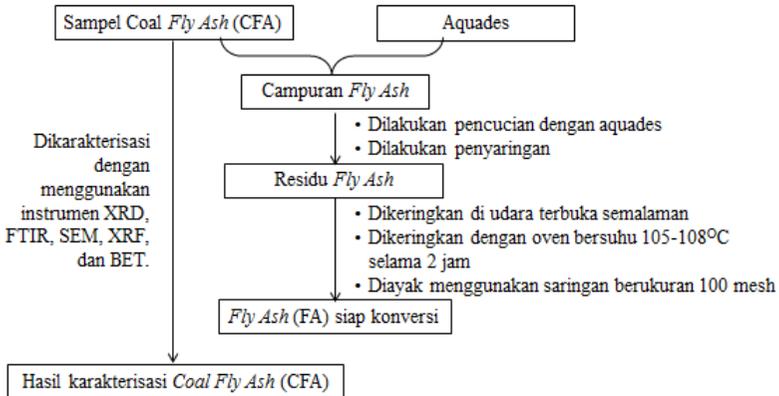
Gambar 3.1. Diagram Alir Penelitian

3.4. Prosedur Preparasi Zeolit *Fly Ash*

3.4.1. Tahap Preparasi Sampel *Fly Ash*

Tahap preparasi sampel *fly ash* diawali dengan pencucian *fly ash* menggunakan aquades, hal ini dimaksudkan untuk memisahkan *fly ash* dari pasir atau pengotor lainnya. Selanjutnya residu *fly ash* dilakukan penyaringan dan pengeringan pada suhu ruangan semalaman, dan dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 105-108°C. Tahap preparasi akhir dilakukan pengayakan menggunakan saringan 100 mesh sehingga didapatkan *fly ash* siap konversi dengan ukuran partikel yang seragam. Pada **Gambar 3.2.**

berikut menjelaskan diagram alir pada proses preparasi atau penyiapan sampel *fly ash*.



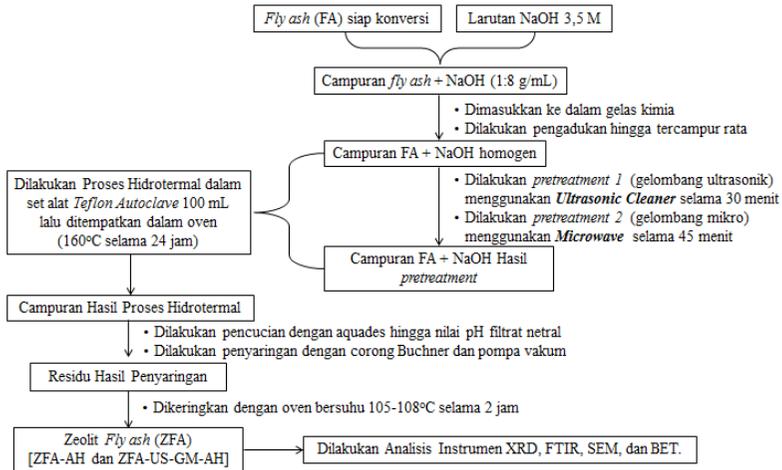
Gambar 3.2. Diagram Alir Proses Preparasi Sampel *Fly Ash*

3.4.2. Tahap Konversi Zeolit *Fly Ash*

Tahap konversi zeolit *fly ash* (*fly ash* menjadi zeolit) menggunakan metode alkali-hidrotermal pada suhu 160°C. Sebelum dilakukan proses hidrotermal, campuran *fly ash* dan NaOH 3,5 M (rasio 1:8 g/mL) menjadi dua jenis campuran, yakni dengan *pretreatment* dan tanpa *pretreatment*. Campuran dengan *pretreatment* disimpan dalam labu dasar bulat 250 mL lalu ditempatkan pada *ultrasonic cleaner* selama 30 menit, lalu dipindahkan ke dalam set alat *microwave*-modifikasi gabungan dengan set alat refluks, dan dilakukan iradiasi gelombang mikro selama 45 menit, dan kedua *pretreatment* ini dilakukan secara berurutan. Sedangkan campuran tanpa *pretreatment* langsung dicampurkan hingga tercampur rata.

Kedua jenis campuran (dengan dan tanpa *pretreatment*) dimasukkan ke dalam *inner Teflon* 100 mL, lalu set alat *Autoclave* ditempatkan dalam oven EYELA WFO-450ND yang sudah diset suhunya pada 160°C, dan dilakukan proses hidrotermal selama 24 jam. *Autoclave* baru bisa dibuka setelah suhunya turun (± 25 -35°C). Kemudian hasil alkali-hidrotermal disaring menggunakan corong Buchner sambil dilakukan pencucian dengan aquades sampai didapatkan nilai pH filtrat mencapai nilai netral (7). Selanjutnya, residu dikeringkan dalam oven selama 2 jam pada suhu 105-108°C.

Pada **Gambar 3.3.** berikut menjelaskan diagram alir pada proses konversi *fly ash* menjadi zeolit *fly ash*.



Gambar 3.3. Diagram Alir Proses Konversi Zeolit *Fly Ash*

3.5. Prosedur Analisis Uji Adsorpsi ZFA terhadap Ion Cu

Uji adsorpsi zeolit *fly ash* terhadap ion Cu dilakukan sebagai tahap aplikasi zeolit *fly ash* hasil sintesis dari tahap sebelumnya. Sumber larutan Cu yang digunakan sebagai adsorbat didapatkan dengan melarutkan padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dalam aquabides. Larutan induk Cu 1000 ppm dilarutkan kembali sesuai kebutuhan proses adsorpsi, contohnya untuk proses optimasi waktu adsorpsi menggunakan larutan Cu dengan konsentrasi 100 ppm, lalu untuk proses optimasi nilai pH adsorpsi menggunakan larutan Cu dengan konsentrasi 150 ppm, dan dibuat larutan deret pada konsentrasi 60-150 ppm pada proses adsorpsi variasi konsentrasi. Keadaan adsorpsi dibuat seragam yakni, dosis zeolit *fly ash* yang digunakan sebanyak 0,05 gram, volume larutan Cu yang digunakan sebanyak 50 mL, kecepatan pengadukan sebesar 180 rpm, dengan nilai pH filtrat hasil adsorpsi ditambahkan larutan HNO_3 2% untuk menjadikan nilai pH filtrat pada kisaran 3-4 sebagai upaya mengantisipasi terbentuknya endapan. Lalu filtrat hasil adsorpsi dilakukan pengujian dengan instrumen AAS untuk menentukan nilai absorbansinya, dan menentukan nilai q_e maksimum pada optimasi waktu dan pH serta nilai q_m pada proses adsorpsi variasi konsentrasi.

Kapasitas penyerapan ion Cu oleh ZFA berdasarkan **Persamaan 3.1.**

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)v}{m_s} \quad (3.1.)$$

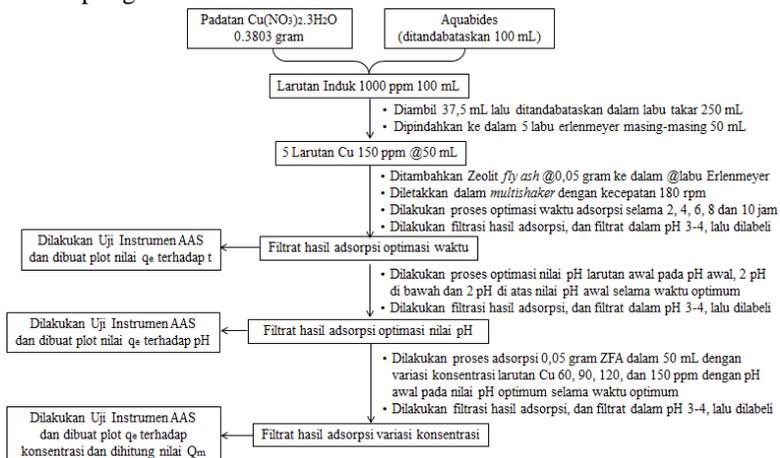
dimana C_0 (ppm) dan C_e (ppm) mewakili konsentrasi Cu awal dan saat setimbang; v (L) adalah volume larutan; dan m_s (gram) adalah massa sampel.

Data hasil adsorpsi diplot menggunakan model isotherm adsorpsi Langmuir dan Freundlich untuk mengetahui sifat dan parameter adsorpsi. Persamaan Freundlich diberikan oleh **Persamaan 3.2.** dan **Persamaan 3.3.**

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{K_L Q_m} + \frac{C_e}{Q_m} \quad (3.2.)$$

$$\log Q_e = \log K_f + \frac{1}{n} \log C_e \quad (3.3.)$$

dimana C_e (mg/L) dan Q_e (mg/g) adalah konsentrasi dan kapasitas penjerapan dari ion Cu saat setimbang; Q_m (mg/g) adalah kapasitas adsorpsi maksimum; K_L (L/mg) adalah konstanta kesetimbangan adsorpsi Langmuir; n adalah konstanta yang menunjukkan keefektifan proses adsorpsi; dan K_f ((mg/g)/(mg/L)^{1/n}) adalah konstanta kesetimbangan Freundlich. Parameter yang dapat disesuaikan q_m dan K_L atau K_f dan n diperoleh dengan melengkapi data eksperimen (Q_e dan C_e) dalam **Persamaan 3.2.** dan **Persamaan 3.3.** Pada **Gambar 3.4.** berikut menjelaskan diagram alir proses analisis uji adsorpsi zeolit *fly ash* terhadap logam Cu dari larutan.



Gambar 3.4. Diagram Alir Proses Uji Adsorpsi ZFA terhadap Ion Cu

Widyani Rahmat Hayati, 2019
**PREPARASI ZEOLIT DARI FLY ASH MENGGUNAKAN METODE ALKALI-HIDROTERMAL
 DENGAN PRETREATMENT GELOMBANG ULTRASONIK-MIKRO DAN APLIKASINYA PADA
 ADSORPSI LOGAM Cu DARI LARUTAN**

3.6. Prosedur Analisis Instrumen

3.6.1. Analisis *X-Ray Diffraction* (XRD)

Analisis menggunakan instrumen XRD ini dilakukan untuk mengetahui puncak-puncak difraktogram untuk menentukan senyawa penyusunnya dengan *database*. Preparasi sampel yang dilakukan dalam analisis XRD diawali dengan menghaluskan sampel hingga berukuran ± 200 Mesh, selanjutnya sampel yang telah halus ditempatkan pada sampel *holder* secara merata dan sampel siap untuk dianalisis. Hasil yang diperoleh dari instrumen XRD akan berupa difraktogram khas setiap senyawanya pada kelipatan sudut difraksi 2θ dengan intensitas sinar X yang dipantulkan.

3.6.2. Analisis *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

Analisis menggunakan instrumen FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus yang dimiliki oleh sampel. Dalam tahap preparasi sampelnya, dilakukan proses penimbangan abu terbang dan zeolit dengan KBr dengan perbandingan yang sama, kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu. Tahap selanjutnya setelah sampel dihomogenkan dilakukan pencetakan sampel ke dalam bentuk pellet sehingga siap dianalisis.

3.6.3. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Analisis menggunakan instrumen SEM dilakukan untuk mengetahui bentuk dan gambaran dalam sampel abu terbang batubara dan zeolit. Dalam tahap preparasi analisis menggunakan instrumen SEM sampel ditempatkan pada tempat sampel yang telah diletakkan *carbon tape*, sedangkan sisa sampel yang tidak melekat pada *carbon tape* dibersihkan. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam sampel *holder* SEM. Sebelum proses analisis berlangsung, penghilangan molekul udara di dalam alat dilakukan dengan menutup gas dan klik *pump* pada komputer. Hal ini dilakukan karena analisis menggunakan instrumen SEM harus dalam keadaan vakum.

3.6.4. Analisis *Surface Area Brunauer-Emmert-Teller* (BET)

Analisis *surface area* BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan yang dimiliki oleh sampel. Dalam tahap preparasi sampelnya, dilakukan proses penghalusan sampel, lalu dimasukkan ke dalam tabung sampel, kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan *port degassing*. Proses *degassing* dilakukan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada

permukaan padatan melalui kondisi valum. Sampel selanjutnya ditimbang dan siap dianalisis. Proses analisa dilakukan dengan mengisi kontainer pendingin dengan gas cair N₂ sebagai adsorbennya.

3.6.5. Analisis Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Analisis menggunakan instrumen spektroskopi serapan atom dilakukan untuk mengetahui konsentrasi dari sampel melalui absorbansi yang terukur. Preparasi sampel yang dilakukan diawali dengan membuat larutan blanko, deret standar, dan sampel. Selanjutnya, masing-masing larutan diambil melalui selang untuk kemudian diukur absorbansinya saat dibakar dalam nyala api. Konsentrasi didapatkan berdasarkan perbedaan intensitas radiasi pada saat ada atau tidaknya unsur yang diukur (sampel) dalam nyala api.

3.6.6. Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Analisis menggunakan instrumen XRF ini dilakukan untuk mengetahui komposisi dari senyawa yang ada dalam sampel. Preparasi sampel yang dilakukan adalah menghaluskan sampel hingga berukuran ± 200 Mesh. Sampel yang sudah halus ditambahkan *binder* dan dimasukkan ke dalam penggerusan kemudian dicetak dengan cara dimasukkan ke dalam *ring stainless steel* dan diproses hingga didapatkan sampel berbentuk pellet yang siap dianalisis.