

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian**

Penelitian uji adsorpsi zeolit hasil sintesis dari abu layang terhadap ion posfat ini berlangsung selama 18 bulan bertempat di laboratorium Riset Kimia Material Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Uji kadar posfat dilakukan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV Vis di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI, analisis XRD dan XRF dilakukan di Puslitbang tekMIRA, analisis gugus fungsi zeolit menggunakan instrumen FTIR bertempat di Laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung, analisis luas permukaan dengan menggunakan BET dilakukan di Pusat Penelitian Fisika LIPI Serpong, dan analisis morfologi permukaan SEM dilakukan di Laboratorium Pusat Survei Geologi Bandung.

### **3.2 Alat dan Bahan**

#### **3.2.1 Alat**

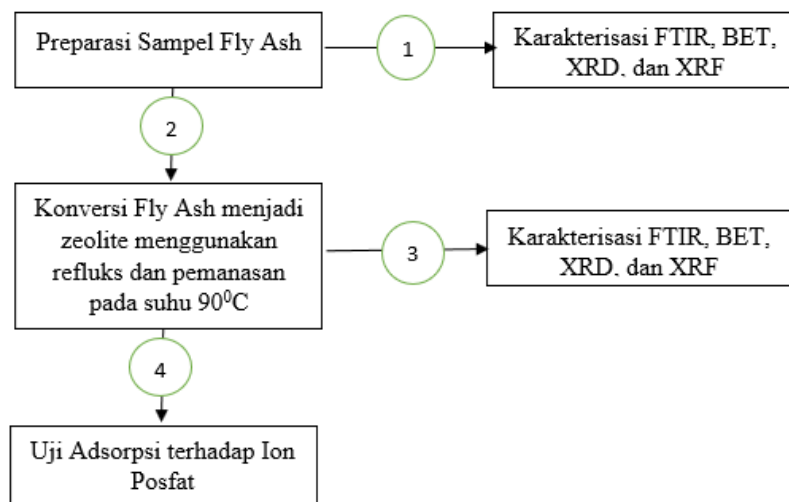
Pada penelitian ini alat yang digunakan dalam proses preparasi sampel dan konversi abu layang menjadi zeolit yaitu gelas kimia 250 mL, 500 mL, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, neraca analitik, labu dasar bulat, pemanas listrik, statif, klem, lemari asam, termometer, *magnetic stirrer*, corong kaca, 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, dan pipet ukur. Karakterisasi dilakukan dengan instrumen UV-Vis (Shimadzu 1240), XRF (Thermo Scientific Arl 9900), XRD (Rigaku Miniflex 600), dan FTIR (Prestige 21 Shimadzu), dan analisis area permukaan dengan metode BET (Nova 4200e).

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu layang yang digunakan sebagai bahan baku sintesis zeolit yang diperoleh dari PT. SPV, NaOH p.a (95%), aquades, etanol,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , HCl 5%, ammonium molibdat, ammonium vanadat.

### 3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam empat tahapan (Lihat **Gambar 3.1**). Tahap pertama yaitu preparasi sampel abu layang, kemudian tahap kedua yaitu konversi abu layang menjadi zeolit menggunakan metode refluks dan pemanasan suhu 90°C. Tahap ketiga yaitu karakterisasi zeolit hasil sintesis dengan menggunakan FTIR, BET, XRD dan XRF. Tahap yang terakhir yaitu uji adsorpsi zeolit hasil sintesis terhadap posfat.

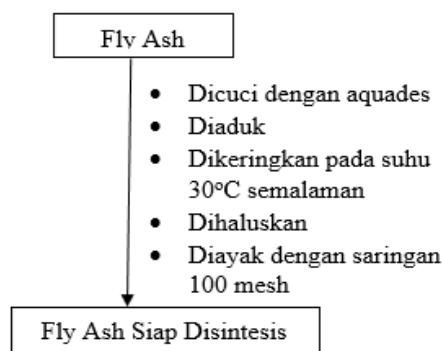


**Gambar 3.1** Diagram Alir Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Bahan Baku Abu Layang

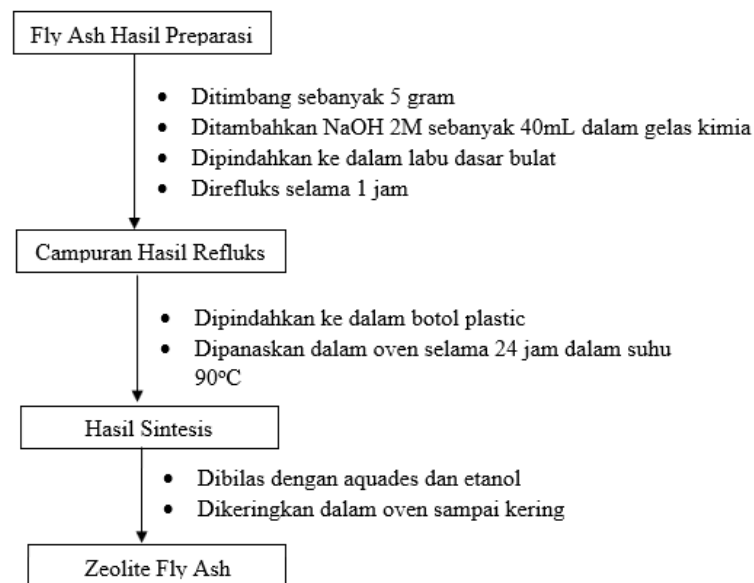
Proses preparasi sampel ini diawali dengan proses pencucian abu layang menggunakan akuades untuk memisahkan dari pengotor. Abu layang yang telah dicuci kemudian disaring dan dikeringkan di dalam oven dengan suhu 30°C selama 12 jam. Abu layang yang telah dikeringkan kemudian digerus dan diayak menggunakan saringan 100 mesh. Bagan alir dapat dilihat pada **Gambar 3.2**.



**Gambar 3.2** Bagan Alir Proses Preparasi Bahan Baku Abu Layang  
**3.4.2 Sintesis Zeolit dari Abu Layang**

Sintesis Zeolit dari abu layang ini menggunakan metode refluks dan pemanasan dengan suhu  $90^{\circ}\text{C}$ . Pertama, abu layang ditimbang sebanyak 5 g lalu 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 direfluks.

Refluks dilakukan selama 1 jam. Hasil refluks kemudian dipindahkan ke dalam botol plastik tahan panas. Setelah itu botol plastik berisi sampel abu layang dan larutan NaOH hasil refluks dilakukan pemanasan dalam oven selama 24 jam dengan suhu  $90^{\circ}\text{C}$ . Hasil pemanasan disaring menggunakan corong buchner sambil dicuci dengan menggunakan akuades dan etanol. Selanjutnya residu di keringkan dalam oven selama 12 jam dengan suhu  $30^{\circ}\text{C}$ . Bagan alir proses sintesis zeolit tersebut dapat dilihat pada **Gambar 3.3**.



**Gambar 3.3** Bagan Alir Proses Sintesis Zeolit

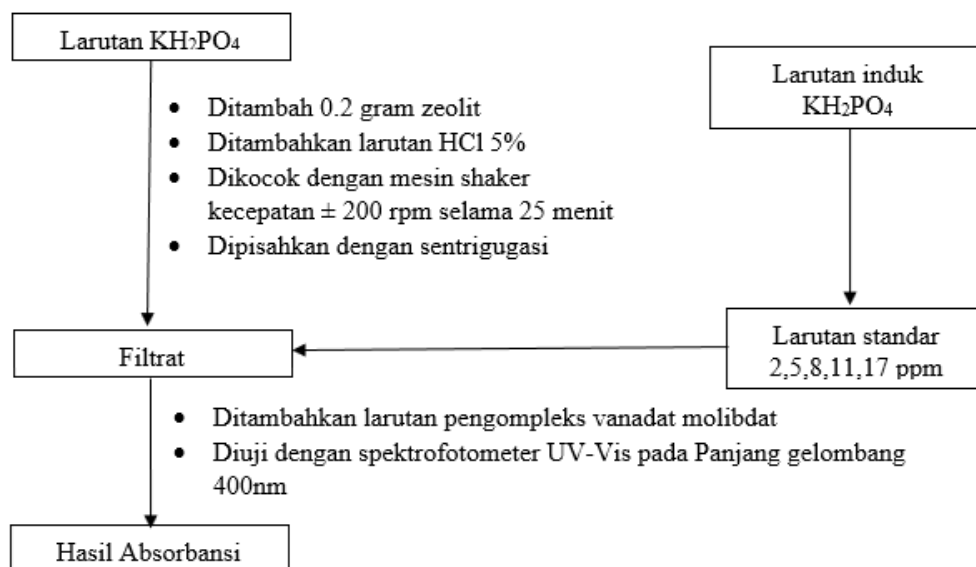
### 3.4.3 Uji Adsorpsi Zeolit hasil sintesis terhadap Ion Posfat

Proses ini dilakukan setelah zeolit dari abu layang terbentuk. Adsorpsi yang terjadi pada zeolit hasil konversi dilakukan karena zeolit itu sendiri memiliki potensi sebagai adsorben. Kali ini adsorpsi ditujukan pada unsur fosfor. Unsur fosfor yang akan di adsorpsi oleh zeolit berbentuk ion fosfat ( $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ) yang berasal dari larutan kalium dihidroksifosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ).

Hal pertama yang dilakukan adalah pembuatan larutan induk  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ . Larutan tersebut dibuat dari padatan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  anhidrat sebanyak 219,5 mg yang dilarutkan dalam aquades 1 L. Larutan induk memiliki 0,05 g 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 kontak dan variasi konsentrasi. Prosedur yang dilakukan adalah membuat larutan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  sebanyak 50 mL dengan konsentrasi tertentu dari larutan induk dalam labu ukur 50 mL. Kemudian, zeolit dimasukan ke dalam larutan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dan ditambahkan beberapa tetes HCl 5%. Setelah itu, gelas kimia berisi campuran dikocok pada mesin *shaker* dengan kecepatan  $\pm 200$  rpm selama waktu tertentu. Campuran di sentrifugasi untuk memisahkan zeolit dari larutannya. Selanjutnya, filtrat ditambahkan bahan pengompleks larutan amonium vanadat-molibdat sebanyak 2 mL dengan

menggunakan pipet volume sehingga larutan posfat menjadi berwarna kuning. Larutan kompleks posfat kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Bagan alir uji adsorpsi zeolit terhadap ion posfat dalam dilihat pada **Gambar 3.4**.



**Gambar 3.4** Bagan Alir Uji Adsorpsi Zeolit terhadap Ion Posfat

### 3.5 Prosedur Analisis Instrumen

#### 3.5.1 Analisis Gugus Fungsi Material menggunakan 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 abu layang. Preparasi yang dilakukan pada sampel abu layang dan zeolit adalah dengan ditambahkan garam KBr, kemudian dihomogenkan menggunakan lumpang dan alu dan dicetak menjadi pellet, dan ditempatkan dalam sampel holder pada FTIR. Sampel selanjutnya dianalisis dengan instrument FTIR.

#### 3.5.2 Analisis Komposisi Material dengan menggunakan XRF

Analisis dengan menggunakan instrumen XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi senyawa dan unsur yang terkandung dalam sampel. Preparasi yang dilakukan pada sampel adalah dengan mengayak sampel sampai 100-200 mesh kemudian di saring. Sampel dimasukkan ke dalam penggerus (ball mill) selama 40

detik. Sampel kemudian dibentuk pellet dan ditempatkan pada *sample holder*. Sampel siap dianalisis.

### **3.5.3 Analisis Fasa Kristal dengan XRD**

Analisis dengan menggunakan instrumen XRD dilakukan untuk mengetahui struktur kristalin sampel. Sampel dihaluskan terlebih dahulu sampai berukuran 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. Dalam analisisnya diukur nilai  $2\theta$  dari rentang 0-70. Puncak-puncak hasil analisis kemudian dicocokkan dengan *Joint Commite on Powder Diffraction Standards* (JCPDS) sehingga diketahui jenis kristalin yang terbentuk.

### **3.5.4 Analisis Profil Permukaan Material dengan SEM**

Sampel yang akan dianalisis dihomogenkan. Setelah homogen sampel dimasukkan ke dalam 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.

### **3.5.5 Analisis Area Permukaan dengan metode BET**

Analisis dengan menggunakan BET dilakukan untuk mengetahui luas permukaan sampel, volume pori, dan ukuran pori. Sampel dimasukkan ke dalam tabung kemudian ditutup dengan mantel pemanas dan dihubungkan dengan part degassing. Degassing bertujuan untuk menghilangkan gas-gas yang terserap pada permukaan padatan melalui pemanasan dalam kondisi vakum. Proses Analisa ini diawali dengan pengisian kontainer pendingin dengan gas  $N_2$  sebagai adsorbennya. Hasil yang didapatkan dari analisis ini dihitung menggunakan persamaan Barret-Joyner-Halenda dan Saito Foley.

### **3.5.6 Analisis Kadar Ion Posfat dengan Spektrofotometer UV-Vis**

Spektrofotometer UV-Vis ini digunakan untuk mengukur kadar ion posfat dalam larutan dengan metode Fardiaz. Spektrofotometer digunakan karena pada metode Fardiaz larutan yang mengandung ion posfat akan dijadikan kompleks berwarna kuning. Oleh karena itu warna kuning inilah yang nantinya akan diukur

oleh alat spektrofotometer UV Vis. Sampel yang telah dipreparasi, dimasukkan kedalam kuvet untuk dianalisis pada panjang gelombang 400nm. Setelah disett maka absorbansi akan muncul pada alat.