

BAB III

METODE RISET

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian pemisahan dan karakterisasi spesi lanthanum dari abu terbang batubara menggunakan metode pengendapan bertingkat berlangsung selama 3 bulan terhitung sejak tanggal April – Juni 2024 di Laboratorium Riset Kimia Material Departemen Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Adapun analisis berupa *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan di PT TI, *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilakukan di Greenlabs Office & Beyond Bld. A3 Cimanuk 6, Citarum, Bandung.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

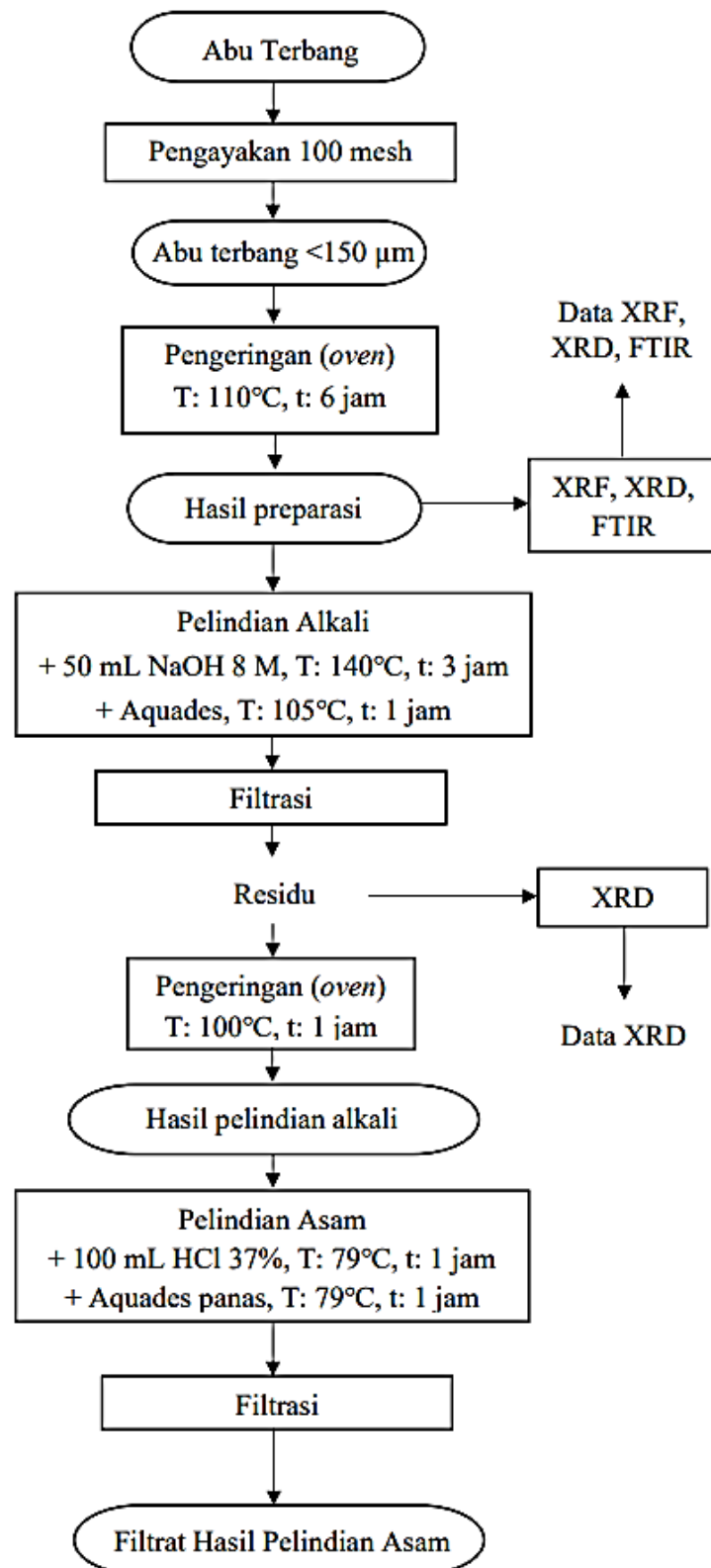
Beberapa alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah ayakan 100 mesh, neraca analitik, oven, *furnace*, *hotplate* + *magnetic stirrer*, *magnetic stirrer bar*, spatula, batang pengaduk, mortar & alu, gelas kimia (100, 250, 500 dan 1000 mL), gelas ukur (10 dan 100 mL), labu ukur (50 dan 100 mL), *crucible* 30 mL, erlenmeyer vakum 250 mL, corong buchner, pH meter, cawan uap, loyang, botol semprot, kaca arloji, pipet tetes, sentrifugator, tabung sentrifugasi, dan perangkat XRF, XRD, dan FTIR.

3.2.2 Bahan

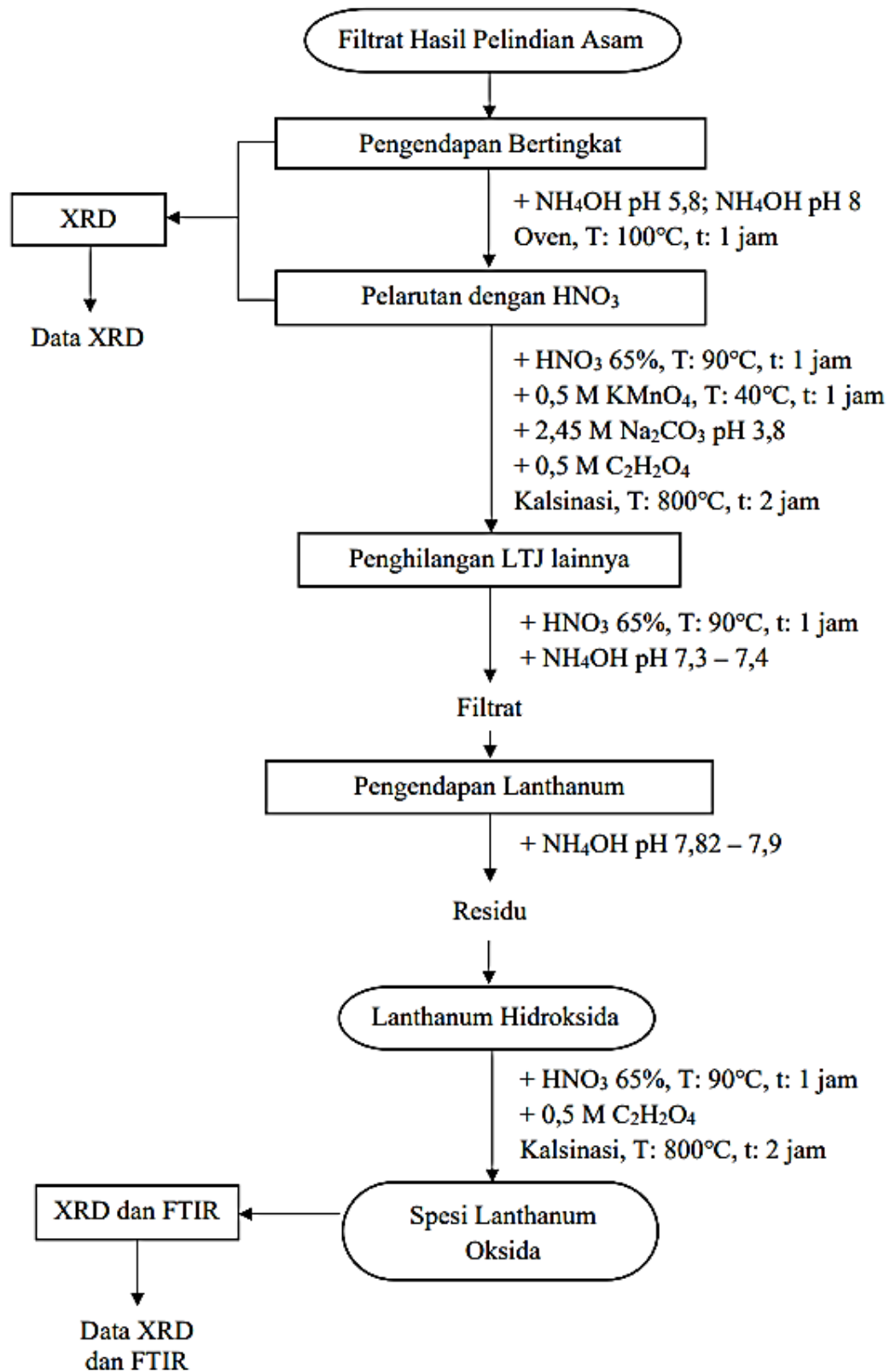
Beberapa bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel CFA berasal dari PT TI, Natrium hidroksida (NaOH; Merck, Jerman), Asam klorida (HCl dengan kemurnian 37%; Merck, Jerman), Ammonium hidroksida (NH₄OH dengan kemurnian 25%; Merck, Jerman), Asam nitrat (HNO₃ dengan kemurnian 65%; Merck, Jerman), Kalium permanganat (KMnO₄), Natrium karbonat (Na₂CO₃), Asam oksalat (C₂H₂O₄; Merck, Jerman), aquades, kertas saring, kertas timbang, plastik wrap, aluminium foil, dan indikator pH universal.

3.3 Alur Penelitian

3.3.1 Preparasi dan Pelindian



3.3.2 Pemisahan dengan pengendapan bertingkat



3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Sampel CFA

Sampel abu terbang dilakukan pengayakan hingga ukuran 100 mesh. Abu terbang yang lolos ayakan 100 mesh kemudian dikeringkan menggunakan *oven* pada suhu 110°C selama 6 jam untuk menghilangkan kristal air yang terkandung didalamnya. Abu terbang yang telah kering akan digunakan pada proses pelindian.

3.4.2 Pelindian Alkali

Sampel CFA ditimbang sebanyak 50 g ke dalam gelas kimia. Kemudian ditambahkan 50 mL NaOH 8 M dan dipanaskan dengan suhu 140°C di *hotplate* yang disertai dengan pengadukan selama 3 jam. Setelah dilindi selama 3 jam, campuran ditambahkan aquades dan dipanaskan pada suhu 105°C selama 1 jam. Lalu campuran disaring, menghasilkan endapan berbentuk *slurry* yang kemudian dibilas dengan air panas dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 100°C selama 1 jam.

3.4.3 Pelindian Asam

Endapan yang telah kering ditambahkan HCl 37% sebanyak 100 mL dan dipanaskan pada suhu 79°C di *hotplate* selama 1 jam. Lalu diencerkan dengan aquades panas sambil dipanaskan di *hotplate* selama 1 jam. Campuran disaring dengan corong buchner, diambil filtrat hasil penyaringan.

3.4.4 Pemisahan Lanthanum dengan Pengendapan Bertingkat

3.4.4.1 Pengendapan bertingkat

Sampel CFA hasil pelindian diendapkan dengan NH₄OH hingga mencapai pH 5,8 untuk mengendapkan mineral lain dalam larutan. Campuran disaring dan diambil filtratnya untuk kembali diendapkan dengan NH₄OH hingga pH 8 sehingga memperoleh hidroksida LTJ. Kemudian campuran disaring dan diambil endapannya. Endapan hasil penyaringan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 1 jam.

3.4.4.2 Pelarutan dengan HNO₃

Endapan ditambahkan HNO₃ 65% (1:2) dan dipanaskan pada suhu 90°C hingga larut sempurna selama 1 jam. Lalu saring dan diambil filtratnya. Kemudian filtrat ditambahkan KMnO₄ 0,5 M dan dipanaskan pada suhu 40°C selama 1 jam. Campuran diendapkan dengan Na₂CO₃ 2,45 M pada pH 3,8. Endapan tersebut disaring dan diambil filtratnya. Filtrat diendapkan kembali dengan C₂H₂O₄ 0,5 M dan disaring. Kemudian endapan hasil penyaringan dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 800°C selama 2 jam menghasilkan tanah jarang oksida tanpa cerium.

3.4.4.3 Penghilangan Logam Tanah Jarang Lainnya

Tanah jarang oksida tanpa cerium ditambahkan dengan HNO₃ 65% (1:2) sambil dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam. Kemudian diendapkan dengan NH₄OH hingga mencapai pH 7,3 – 7,4. Endapan yang diperoleh disaring dan diambil filtratnya.

3.4.4.4 Pengendapan Lanthanum Hidroksida

Setelah menghilangkan LTJ lainnya, larutan hasil filtrasi diendapkan dengan NH₄OH hingga pH 7,82 – 7,9 untuk mendapatkan lanthanum hidroksida. Kemudian endapan disaring dan dipisahkan.

3.4.4.5 Pemisahan Spesi Lanthanum

Endapan lanthanum hidroksida yang diperoleh ditambahkan dengan HNO₃ 65% sambil dipanaskan pada suhu 90°C selama 1 jam. Campuran kemudian ditambahkan C₂H₂O₄ 0,5 M hingga terbentuk endapan. Selanjutnya endapan dipindahkan ke dalam cawan krus dan dikalsinasi dalam *furnace* pada suhu 800°C selama 2 jam sehingga spesi lanthanum oksida akan diperoleh.

3.5 Prosedur Analisis Instrumen

3.5.1 Analisis Komposisi Unsur menggunakan XRF

Analisis XRF dilakukan untuk menentukan komposisi elemen/unsur yang terdapat dalam sampel CFA. Sampel dipaparkan sinar-X, yang kemudian akan

mengaktivasi atom pada sampel sehingga dihasilkan sinar-X fluoresensi. Analisis XRF menghasilkan parameter berupa kadar dari suatu elemen/unsur yang terkandung dalam sampel.

3.5.2 Analisis Komposisi Fasa Kristal menggunakan XRD

Analisis XRD dilakukan untuk menentukan komposisi mineral dan struktur fasa pada sampel CFA dan LTJ. Sampel yang telah halus berukuran antara 100 – 200 mesh ditempatkan secara merata di dalam holder untuk pemeriksaan XRD. Sampel tersebut dipaparkan sinar-X pada instrumen, menyebabkan terjadinya difraksi. Analisis diukur dengan 2-theta pada rentang 0 – 90 deg. Setelah analisis, pola difraksi yang diperoleh dibandingkan dengan basis data dari lanthanum.

3.5.3 Analisis Gugus Fungsi menggunakan FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk menentukan gugus fungsi dalam sampel CFA dan LTJ. Sampel dipaparkan oleh radiasi inframerah, yang kemudian akan menghasilkan spektrum yang dinyatakan dalam bentuk %transmitan dan *wavenumber* (cm^{-1}). Spektrum hasil analisis dibandingkan dengan basis data dari lanthanum.