

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilakukan pada bulan April – Juli 2024. Kegiatan ekstraksi dilakukan di Laboratorium Riset Material Gedung B Fakultas Pengetahuan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Karakterisasi XRF dilakukan di PT.TI, karakterisasi XRD dilakukan di *Greenlabs* Indonesia, dan karakterisasi FTIR dilakukan di Lab Kimia Instrumen UPI Gedung A Fakultas Pengetahuan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada [Tabel 3.1](#).

Tabel 3.1 Alat penelitian

No.	Alat	Jumlah
1.	Gelas kimia 1000 mL	1
2.	Gelas kimia 500 mL	3
3.	Gelas kimia 250 mL	1
4.	Gelas kimia 100 mL	1
5.	Botol semprot 500 mL	1
6.	Batang pengaduk	1
7.	Spatula	1
8.	Mortar dan alu	1
9.	Cawan uap	2
10.	Cawan krus	3
11.	Oven	1
12.	Furnace	1
13.	Kaca arloji	1
14.	Klem + Statif	1

No.	Alat	Jumlah
15.	Corong pisah 250 mL	1
16.	<i>Hot Plate</i>	1
17.	<i>Magnetic stirrer</i>	1
18.	Corong <i>buchner</i>	1
19.	Labu Erlenmeyer vakum 500 mL	1
20.	Kertas Saring whatman 40	
21.	Neraca analitik	1
22.	XRD	
23.	XRF	
24.	FTIR	
25.	pH meter	1
26.	pH universal	10

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada [Tabel 3.2](#).

Tabel 3.2 Bahan Penelitian

No.	Bahan
1.	Sampel abu layang batubara
2.	Natrium Hidroksida 8M
3.	Asam Klorida 37%
4.	Aquadest
5.	Ammonium Hidroksida 25%
6.	Asam Nitrat 69%
7.	Asam Nitrat 7N
8.	Di(2-EthylHexyl)Phosphoric Acid (D2EHPA)
9.	Hidrogen Peroksida 3%

3.3 Alur Prosedur Penelitian

Teknis percobaan dapat dilihat pada alur prosedur penelitian ada pada diagram alir yang ditunjukkan pada [Gambar 3.1](#) berikut:

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi

Abu layang batubara diayak dengan ukuran ayakan 200 mesh, abu layang batubara yang lolos ayakan 200 mesh kemudian dikeringkan didalam oven pada suhu 100-105 °C selama 6 jam, hal ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air yang terperangkap Bersama sampel abu layang batubara.

3.4.2 Pelindian Alkali/Basa

Sampel ditimbang sebanyak 100 gram, yang sebelumnya telah diapkan NaOH 8M yang telah dilarutkan dengan aquades sebanyak dalam jumlah yang dibutuhkan. Sampel dan 300 mL 8M NaOH dimasukkan kedalam gelas kimia dan sampel ditambahkan NaOH secara perlahan, sambil dihomogenkan dengan diaduk dan dipanaskan pada suhu 140°C, dengan waktu pencucian selama 3 jam (perhatikan dan kontrol temperature dengan menambahkan akuades perlahan). Setelah 3 jam campuran diencerkan dengan akuades pada suhu 105°C selama 1 jam, kemudian lakukan penyaringan dengan penyaringan dengan kertas whatman 40 dilakukan pada suhu 80°C, bilas kembali residu dengan akuades panas. Pencucian dengan alkali ini bertujuan untuk menghilangkan pengotor.

3.4.3 Pelindian Asam Klorida

Residu hasil penyaringan dari tahap pelindian kemudian dilakukan pengeringan dengan oven pada suhu 100°C selama 1-2 jam, setelah residu dalam bentuk kering dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan dilarutkan dengan HCl 37% diatas hotplate pada suhu 79°C selama 1 jam. Larutan diencerkan dengan akuades panas dan sambil dipanaskan diatas hotplate selama 1 jam. Kemudian larutan asam yang ada diendapkan dengan ammonium hidroksida hingga berlebih atau tercium bau menyengat lakukan pengecekan pH pada sampel. Hidroksida logam tanah jarang dikeringkan dalam oven pada suhu 100-105°C selama 1-2 jam, yang akan dihasilkan hidroksida logam dalam bentuk padatan kering.

3.4.4 Pelindian Asam Nitrat

Sampel yang telah menjadi hidroksida logam tanah jarang dengan pelarutan asam dilanjutkan dengan pelindian kembali dengan menimbang sampel sebanyak 50 gram dan dimasukkan kedalam larutan asam nitrat 50% dengan perbandingan hidroksida logam tanah jarang dan asam nitrat sebesar 1:2. Campuran dipanaskan diatas *hotplate* dengan suhu 90°C

hingga larut sempurna. Larutan kemudian didinginkan dan ditambahkan dengan akuades hingga 300 mL. Larutan diendapkan dengan ammonium hidroksida pada pH-3,8, dan lakukan penyaringan, dilanjutkan dengan pengerigan residu didalam oven pada suhu 100°C selama 1-2 jam. Filtrat hasil penyaringan diendapkan Kembali denngan ammonium hidroksida pada pH-11, saring kembali dan residu dikeringkan pada oven dengan suhu 100-200°C selama 1-2 jam.

Larutan asam nitrat 7 N dimasukkan ke dalam gelas kimia berisi 10 gram REE-OH ditambahkan perlahan ke dalam larutan asam sambil diaduk dengan suhu kamar dan pada kecepatan pengadukan 500 rpm selama 30 menit. Ketika reaksi selesai, larutan disiapkan untuk mendapatkan volume total 200 ml.

3.4.5 Ekstraksi dengan D2EHPA dan Stripping

Larutan D2EHPA sebanyak 100 mL dan larutan REE-OH masukkan kedalam corong pisah dan diaduk selama 5-10 menit, kemudian didiamkan, dan dipisahkan. Larutan yang ada di dalam corong pisah ditambahkan dengan hidrogen peroksida 3% sebanyak 100 mL atau dengan perbandingan 1:1 larutan organik dengan hidrogen peroksidanya. Proses stripping ini dilakukan sebanyak 2 kali. Hasil pengendapan dimasukkan ke dalam gelas kimia dengan menambahkan ammonium hiroksida atau asam oksalat 10% dan dipanaskan diatas hotplate

3.4.6 Kalsinasi dan Hasil Akhir

Endapan hasil dari proses stripping pada 3.4.5 kemudian disaring dan dicuci dengan air panas hingga pH-7, endapan dikeringkan dalam oven dengan suhu 100-105°C selama 1-2 jam yang kemudian dilakukan kalsinasi pada suhu 600-700°C selama 1 jam.

3.5 Karakterisasi

3.5.1 Karakterisasi XRF

Instrumen XRF digunakan pada karakterisasi awal CFA, dimana sampel abu layang batubara di preparasi dengan cara membuat pelet seberat 0,2 gram. Kemudian lakukan standarisasi instrumen, dan atur parameter seperti tegangan tabung (kV), arus, dan waktu pengukuran dengan jenis sampel dan elemen target. Sampel yang telah dipreparasi dan dilakukan kalibrasi, sampel ditempatkan pada holder atau chamber, dan pastikan posisi sampel sudah tepat atau tidak bergeser selama pengukuran, lalu mulai pengukuran yang menunjukkan persentase atau ppm suatu senyawa dari sampel yang diukur.

3.5.2 Karakterisasi XRD

Instrumen XRD digunakan untuk karakterisasi sampel awal CFA, hasil pelindian alkali NaOH 8M, pelindian asam menggunakan HCl, serta penggunaan ekstrak D2EHPA. dari keempat sampel tersebut telah dilakukan pengeringan sampel melalui tahapan oven dan kalsinasi menggunakan tanur. Setelah dilakukan preparasi instrumen XRD diatur dengan memastikan sumber Cahaya berfungsi dengan baik, dan pastikan bahwa tabung sinar-X harus terisi dengan bahan tembaga (Cu), setelah itu masuk kedalam pengukuran sampel. Sampel dimasukkan kedalam instrumen dan pastikan sampel berada pada posisi yang tepat agar mendapatkan hasil yang akurat, lalu dilakukan pengolahan data, dan dilakukan validasi dengan melihat dari *figure of merite* (FoM) untuk melihat fasa dan bentuk kristal pada senyawa Ce yang diinginkan.

3.5.3 Karakterisasi FTIR

Instrumen FTIR digunakan untuk mengkarakterisasi sampel awal dan hasil akhir dari ekstraksi cerium dari CFA. Preparasi sampel dilakukan dengan mengeringkan sampel yang akan dikarakterisasi dengan oven dan juga kalsinasi pada suhu 1000°C, lalu ditimbang sampel setelah preparasi seberat 1-2 mg, dan dicampurkan dengan KBr sekitar 100-200 mg dengan rasio sampel berbanding KBr sebesar 1:100, lalu dicampurkan sampel tersebut dengan menggunakan mortar dan alu, kemudian sampel tersebut dibuat menjadi pelet. Siapkan instrumen FTIR dengan menghidupkannya dan pastikan telah terkalibrasi, lalu tempatkan pelet kedalam holder atau *sample compartment*. Lakukan pengukuran lalu dilakukan analisis data.