

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian ini terdiri dari tahap pemisahan dan karakterisasi yang berlangsung dari bulan April sampai Juli 2024. Tahap pemisahan dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material Gedung B serta di Laboratorium Kimia Fisik dan Anorganik Gedung A, Departemen Kimia FPMIPA UPI. Karakterisasi *X-Ray Fluorescence* (XRF) dilakukan di Laboratorium Holcim Indonesia, karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) di Greenlabs Indonesia, serta karakterisasi *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dilaksanakan di Laboratorium Kimia Instrumen FPMIPA UPI dan di Greenlabs Indonesia.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

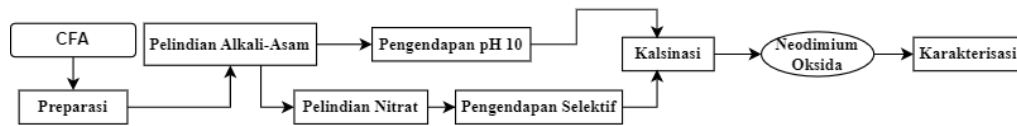
Pada penelitian ini alat yang digunakan dalam proses preparasi sampel dan proses pemisahan yaitu ayakan 100 mesh, nampan plastik besar, loyang aluminium, *magnetic stirrer bar*, gelas kimia (30 mL, 100 mL, 500 mL, 1 L, dan 2 L), botol semprot 500 mL, kaca arloji (15 cm dan 8 cm), cawan krus (30 mL dan 50 mL), cawan uap (75 mL dan 400 mL), mortal dan alu, labu ukur (100 mL dan 250 mL), labu erlenmeyer (100 mL dan 250 mL), corong buchner, labu erlenmeyer vakum 500 mL, batang pengaduk, spatula, neraca analitik, pH meter, B-ONE Digital Oven OV-30, Hot Stirrer C-MAGHS7, dan Furnace. Karakterisasi dilakukan dengan instrumen XRF, XRD, dan FTIR.

##### **3.2.2 Bahan**

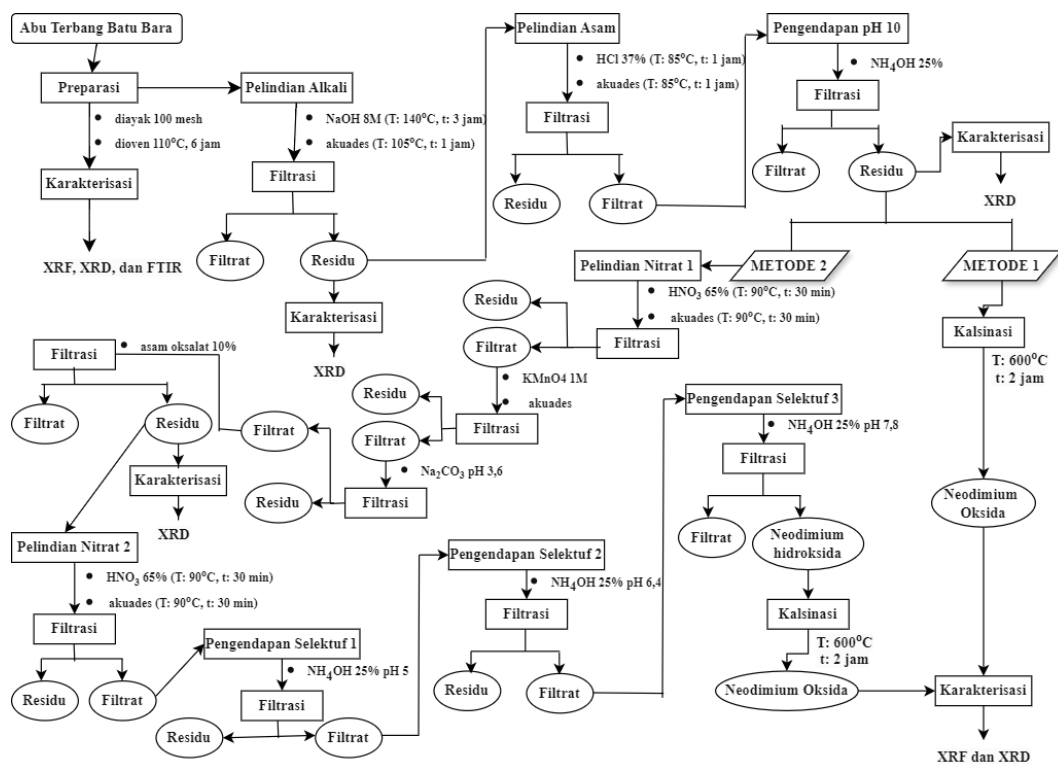
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu terbang batubara, NaOH 8M, aquades, HCl p.a (37%), NH<sub>4</sub>OH 25%, HNO<sub>3</sub> (65%), KMnO<sub>4</sub> 1M, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, dan C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 10%.

### 3.3 Alur Prosedur Penelitian

Secara umum, proses pemisahan dan karakterisasi neodimium dari abu terbang batubara (CFA) dapat dilihat pada **Gambar 3.1** dan alur prosedur penelitian dapat dilihat pada **Gambar 3.2**.



**Gambar 3.1** Prosedur Penelitian Secara Umum



**Gambar 3.2** Alur Prosedur Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi CFA

Sampel CFA yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari PT.TI. Sampel abu terbang batubara dilakukan pengayakan hingga ukuran 100 mesh. Kemudian, dikeringkan menggunakan oven pada suhu 110°C selama 6 jam untuk menghilangkan kristal air yang terkandung didalamnya. Sampel CFA sebelum

preparasi dikarakterisasi dengan XRF, serta sampel yang sudah dipreparasi dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

### **3.4.2 Pelindian Alkali**

Pada pelindian alkali mengikuti prosedur (Wai, 2018). Sampel CFA ditimbang sebanyak 200 g. Kemudian, ditambahkan 500 mL NaOH 8 M dan dipanaskan dengan suhu 140°C di *hotplate* yang disertai dengan pengadukan selama 3 jam. Setelah dilindi, tambahkan aquades dan dipanaskan pada suhu 105°C selama 1 jam. Setelah itu, campuran difiltrasi menghasilkan endapan berbentuk *slurry* yang kemudian dibilas dengan air panas dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam. Endapan hasil pelindian alkali dikarakterisasi dengan XRD.

### **3.4.3 Pelindian Asam**

Pada pelindian alkali mengikuti prosedur (Middleton et al., 2020 dan Wai, 2018). 150 gram endapan hasil pelindian alkali yang telah kering ditambahkan 300 mL HCl 37% dan dipanaskan pada suhu 85°C di *hotplate* selama 1 jam. Kemudian, diencerkan dengan aquades sambil dipanaskan pada suhu 85°C di *hotplate* selama 1 jam. Setelah itu, campuran difiltrasi dan filtrat diambil untuk proses selanjutnya.

### **3.4.4 Pengendapan NH<sub>4</sub>OH pada pH 10**

Pada pengendapan NH<sub>4</sub>OH pH 10 mengikuti prosedur (Novriyanisti et al., 2021). Filtrat hasil pelindian asam ditambahkan NH<sub>4</sub>OH 25% sampai pH 10. Kemudian, campuran difiltrasi lalu diambil endapan dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam. Endapan hasil pengendapan pH 10 dikarakterisasi dengan XRD.

### **3.4.5 Variasi Metode**

#### **3.4.5.1 Metode 1 (Kalsinasi)**

Pada metode 1 kalsinasi mengikuti prosedur (Rattanaphra et al., 2022). Endapan hasil pengendapan pH 10 dikalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam. Hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

### **3.4.5.2 Metode 2 (Pengendapan Selektif)**

#### **3.4.5.2.1 Pelindian Nitrat**

Pada metode pelindian nitrat mengikuti prosedur (Wai, 2018). 50 g endapan hasil pengendapan pH 10 ditambahkan dengan 100 mL HNO<sub>3</sub> 65% pada suhu 90°C selama 30 menit dan ditambahkan akuades pada suhu 90°C selama 30 menit. Kemudian, campuran difiltrasi dan filtratnya ditambahkan KMnO<sub>4</sub> 1 M dan ditambahkan aquades. Lalu campuran difiltrasi dan filtratnya ditambahkan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sampai pH 3,6. Kemudian, campuran difiltrasi dan filtratnya ditambahkan asam oksalat 10%. Setelah itu, endapan hasil pelindian nitrat dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C selama 1 jam. Endapan hasil pelindian nitrat dikarakterisasi dengan XRD.

#### **3.4.5.2.2 Pengendapan Selektif**

Pada metode pengendapan selektif mengikuti prosedur (Wai, 2018). 5 g endapan hasil pelindian nitrat ditambahkan dengan 10 mL HNO<sub>3</sub> 65% pada suhu 90°C selama 30 menit dan ditambahkan akuades pada suhu 90°C selama 30 menit. Kemudian, difiltrasi dan diambil filtratnya. Lalu ditambahkan NH<sub>4</sub>OH 25% sampai pH 5. Setelah itu, difiltrasi dan diambil filtratnya. Filtrat hasil pengendapan selektif 1, ditambahkan NH<sub>4</sub>OH 25% sampai pH 6,4. Setelah itu, difiltrasi dan diambil filtratnya. Kemudian, Filtrat hasil pengendapan selektif 2, ditambahkan NH<sub>4</sub>OH 25% sampai pH 7,8. Setelah itu, difiltrasi dan diambil endapannya. Tahap selanjutnya yaitu kalsinasi mengikuti prosedur (Rattanaphra et al., 2022). Endapan hasil pengendapan selektif 3, dikalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam. Hasil kalsinasi dikarakterisasi dengan XRD dan FTIR.

### **3.4.6 Prosedur Analisis Instrumen**

#### **3.4.6.1 Analisis Komposisi Material menggunakan XRF**

Analisis menggunakan instrumen XRF dilakukan untuk mengetahui komposisi senyawa dan unsur yang terkandung dalam sampel CFA. Dalam XRF melibatkan penembakan sinar x-ray primer ke sampel, di mana sinar tersebut berinteraksi dengan atom-atom dalam sampel, mengakibatkan keluarnya elektron

dari kulit dalam atom. Ketika elektron dari kulit bagian dalam ini terlepas, elektron dari tingkat energi yang lebih tinggi akan berpindah ke posisi kosong yang ditinggalkan, menghasilkan energi yang dilepaskan dalam bentuk sinar-x sekunder. Sinar-x sekunder ini kemudian dideteksi dan dianalisis, dengan energi dari setiap sinar-x berhubungan langsung dengan elemen tertentu, sehingga memungkinkan identifikasi dan kuantifikasi elemen-elemen dalam sampel.

#### **3.4.6.2 Analisis Fasa Kristal Menggunakan XRD**

Analisis XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal CFA dan LTJ. Dalam XRD, sinar-x dengan panjang gelombang tertentu diarahkan ke sampel, di mana sinar tersebut berinteraksi dengan atom-atom dalam sampel dan mengalami difraksi pada bidang-bidang kristal. Sinar-x yang terdifraksi kemudian dideteksi. Pola difraksi yang dihasilkan dianalisis untuk memperoleh informasi tentang struktur kristal sampel. Puncak-puncak yang dihasilkan dari analisis tersebut dibandingkan dengan standar dari *Crystallography Open Database* (COD) untuk mengidentifikasi jenis kristalin yang terbentuk.

#### **3.4.6.3 Analisis Gugus Fungsi Material menggunakan FTIR**

Analisis FTIR digunakan untuk mengidentifikasi dan menganalisis gugus fungsi berdasarkan interaksi molekul dengan radiasi inframerah. Dalam proses FTIR, sumber radiasi inframerah memancarkan gelombang yang kemudian berinteraksi dengan molekul-molekul dalam sampel, menyebabkan ikatan kimia tertentu bergetar. Penyerapan dan emisi radiasi inframerah ini bergantung pada jenis ikatan dan struktur molekul yang ada, di mana panjang gelombang tertentu dari radiasi inframerah akan diserap atau dipancarkan. Spektrum yang dihasilkan menunjukkan intensitas penyerapan atau emisi sebagai fungsi dari panjang gelombang, kemudian dianalisis untuk mengidentifikasi komponen kimia dan struktur molekul dalam sampel.