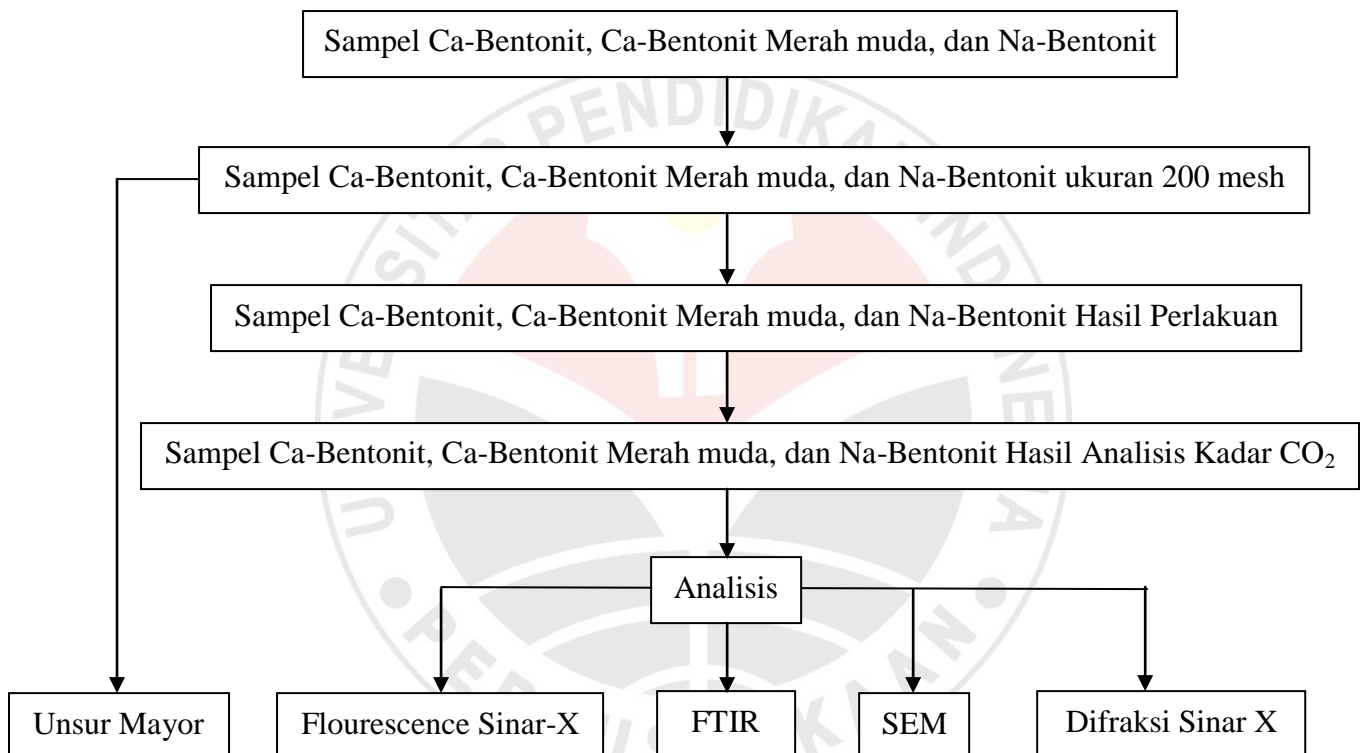


BAB III

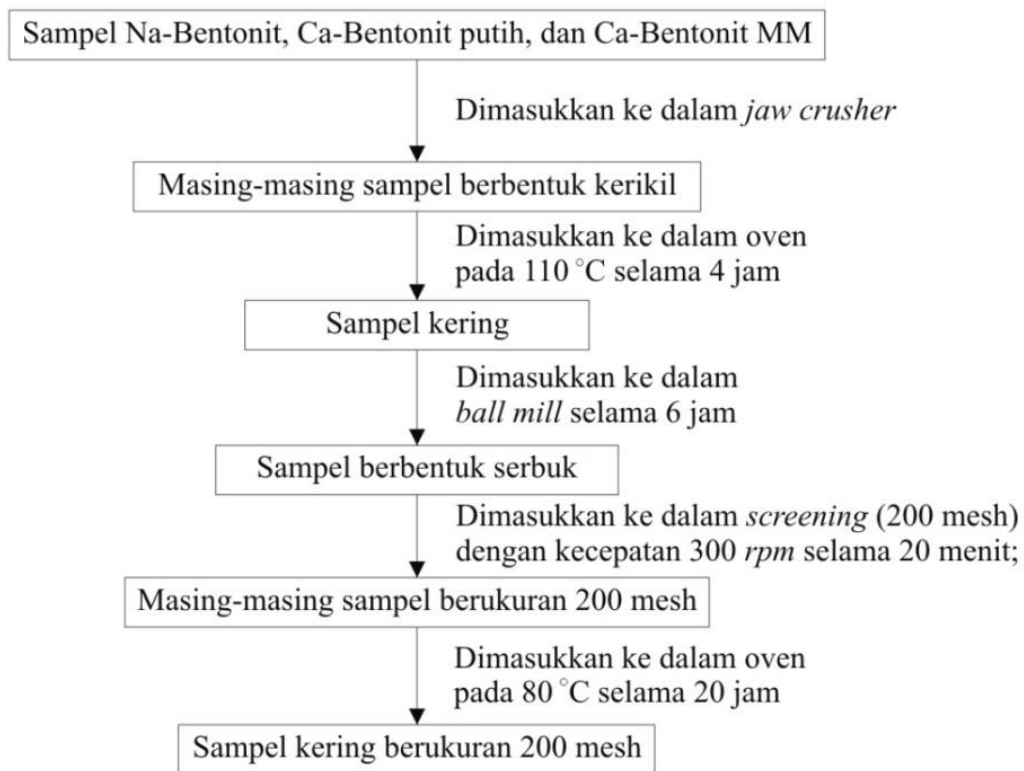
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Sistematika Penelitian

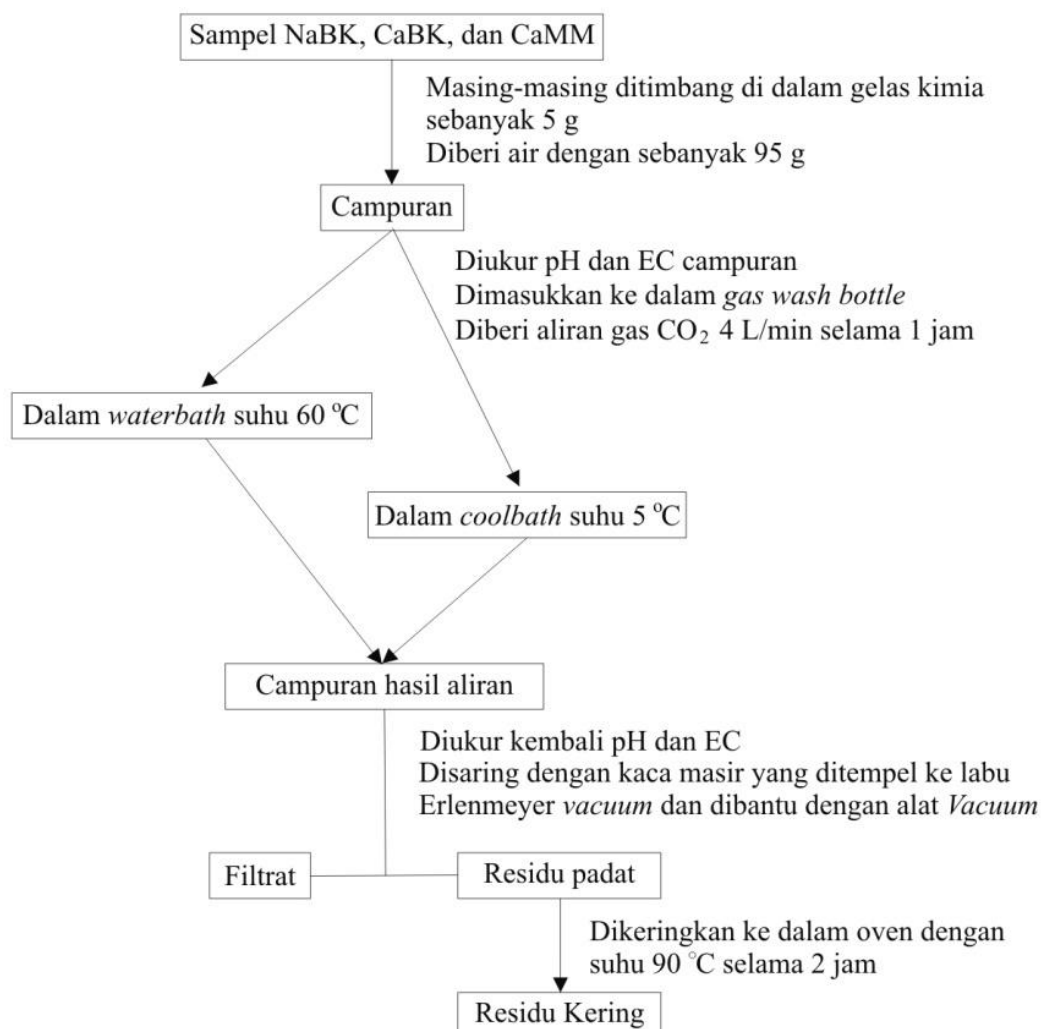
Penelitian yang dilakukan berdasarkan skema penelitian berikut ini:



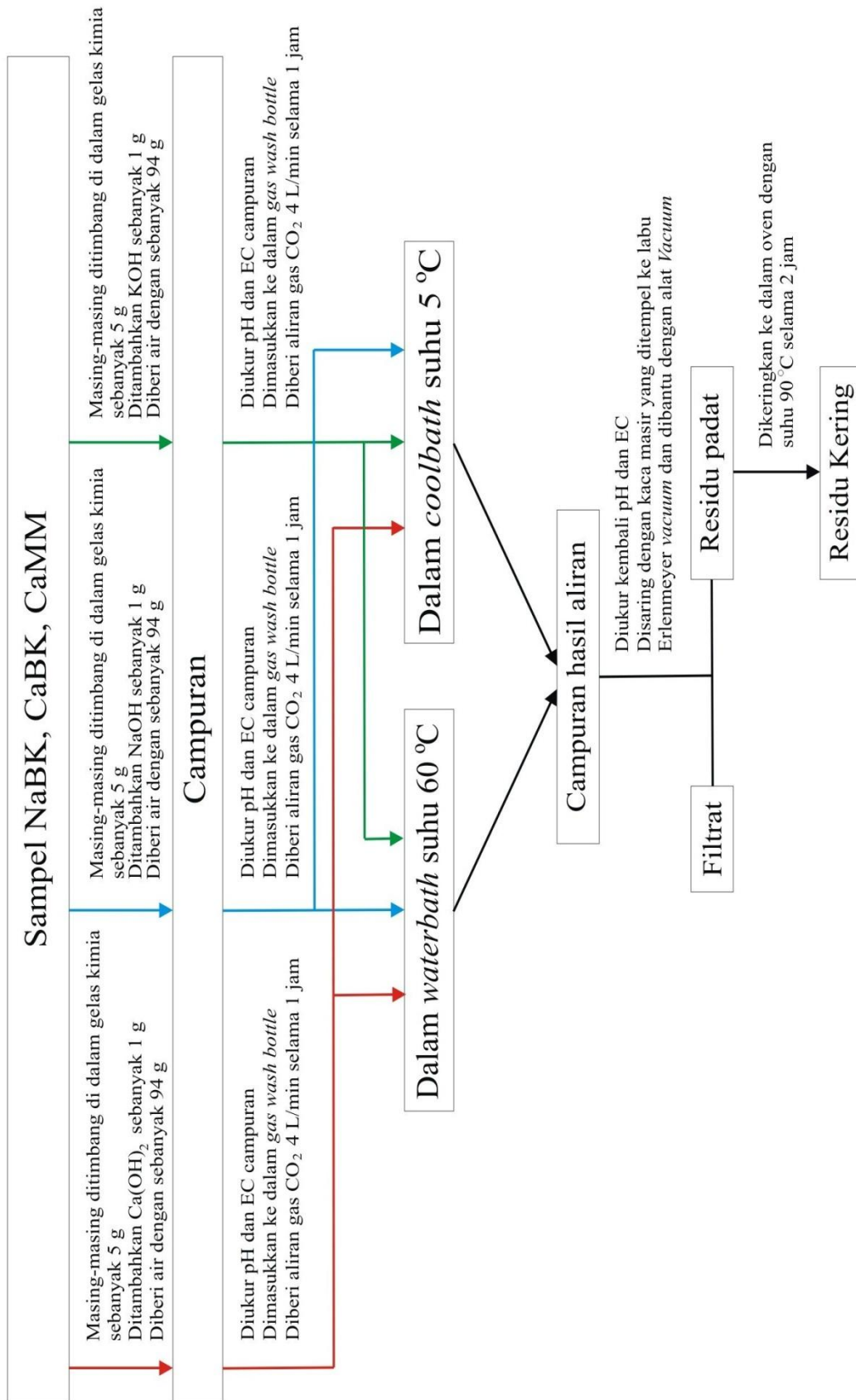
Gambar 3.1 Skema Penelitian



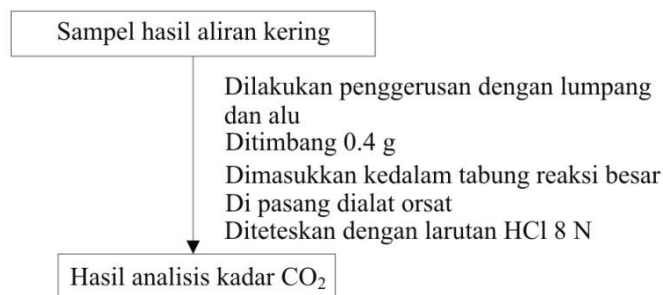
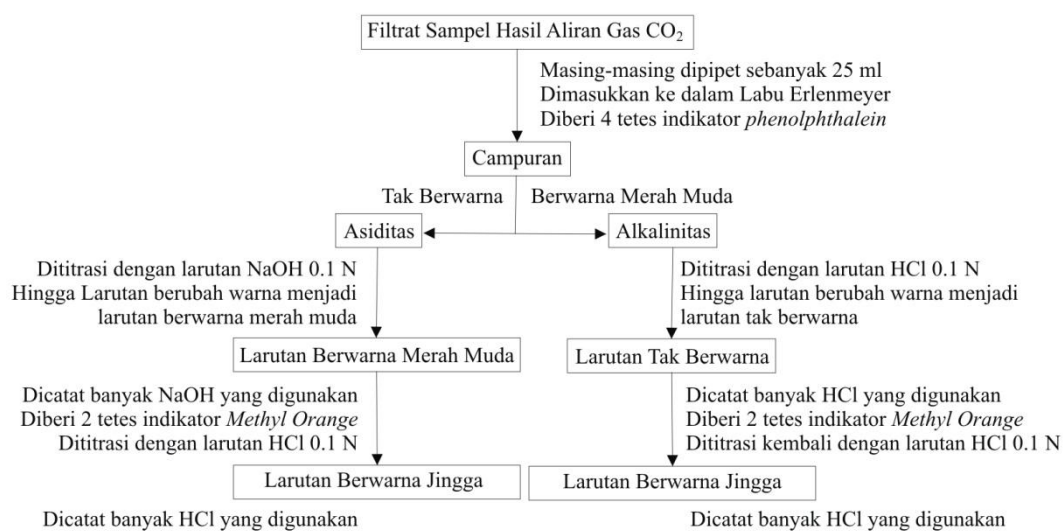
Gambar 3.2 Preparasi Sampel



Gambar 3.3 Proses Karbonasi Sampel



Gambar 3.4 Proses Karbonasi Dengan Penambahan Senyawa Basa

Gambar 3.5 Analisis Gas CO₂ Padatan Hasil AliranGambar 3.6 Analisis Gas CO₂ Cairan Hasil Aliran

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan adalah *jaw crusher*, *ball mill*, *screening* (ukuran 200 mesh), corong, *oven*, agat, kaca arloji, gelas kimia (ukuran 50, 100, 250, 500, 1000, 2000 mL), batang pengaduk, spatula, Neraca Sauter, pipet tetes, pipet seukuran (ukuran 20 mL), *ball filler*, kaca masir, *vaccum*, cawan platina, labu Erlenmeyer (ukuran 250 mL), *furnace*, kertas timbang, kertas Whatman no.41, kertas Whatman no.42, buret (ukuran 10, dan 50 mL),

klem dan statif, *gas wash bottle*, pH meter (ADWA, AD1000), EC meter (ADWA, AD3000), krustang, cawan porselen, dan desikator, *waterbath* (Memmert), *Coolbath* (Heto lab equipment, CB-2513), ORSAT, XRF (*NITON, XL3t*), FTIR (Shimadzu, FTIR-8400), SEM (JEOL, JSM-6360LA), XRD.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu: HCl (Merck[®], 37%), H₂C₂O₄·H₂O (Merck[®], 99,99%), akuades, kertas saring Whatman no. 41 (Merck[®]), kertas saring Whatman no. 42 (Merck[®]), NaB₄O₇·10H₂O (Merck[®], 99%), Ca(OH)₂ (Brataco), NaOH (Merck[®], 99%), KOH (Merck[®], 99%), indikator *methyl orange* (Merck[®]), indikator *phenolphthalein* (Merck[®]), H₂SO₄ (Merck[®], 96%), Gas CO₂, Bahan sampel batuan yang digunakan Na-Bentonit, Ca-Bentonit putih, dan Ca-Bentonit MM.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Preparasi Sampel

Preparasi sampel batuan yang lain dari bentuk bongkahan hingga berbentuk serbuk halus, proses yang dilakukan adalah sampel batuan tersebut dihaluskan hingga menjadi berbentuk serbuk yang berukuran 200 mesh. Sampel batuan Na-Bentonit, Ca-Bentonit, dan Ca-Bentonit Merah Muda yang selanjutnya diberi kode NaBK, CaBK, dan CaMM dihaluskan menggunakan alat *jaw crusher* dengan cara masing-masing sampel tersebut dimasukkan ke

alat selama 2 jam sehingga diperoleh sampel dalam bentuk kerikil. Kemudian sampel dimasukkan ke dalam oven selama 4 jam pada suhu 110 °C, setelah itu masing-masing sampel NaBK, CaBK, dan CaMM dimasukkan ke dalam alat *ball mill* selama 6 jam hingga sampel berbentuk serbuk. Setelah itu, sampel dimasukkan ke dalam *screening* dengan ukuran 200 mesh dengan kecepatan 300 rpm selama 20 menit, setelah itu semua sampel kembali dimasukkan ke dalam oven selama 1 hari dengan suhu 80 °C.

3.3.2 Pengaliran Gas CO₂

Pengaliran gas CO₂ terhadap sampel dalam penelitian ini dilakukan dengan cara CaBK, CaMM, dan NaBK di timbang sebanyak 5 g dengan penambahan air sebanyak 95 g kemudian masing-masing campuran diukur pH dan EC (*Electro Conductivity*) nya, setelah itu masing-masing campuran dimasukkan ke dalam tabung *gas wash bottle*. Campuran yang sudah berada di dalam *gas wash bottle* dimasukan ke dalam *waterbath* yang sudah diset dengan suhu 60 °C. Kemudian diberi aliran gas CO₂ sebesar 4 L/min selama 1 jam. Setelah diberi aliran, masing-masing sampel diukur kembali pH dan ECnya. Setelah itu disaring dengan menggunakan kaca masir yang dibantu dengan *vacuum*. setelah itu didapat 2 hasil penyaringan yang berupa filtrat (cairan) dan residu (padatan). Residu yang berupa padatan dikeringkan ke dalam oven dengan suhu 90 °C selama 2 jam, sedangkan filtrat hasil saringan yang berupa cairan dimasukkan ke dalam botol penyimpanan. Proses ini juga dilakukan pada suhu 5 °C dengan menggunakan *coolbath*.

3.3.3 Penambahan Senyawa Basa

Selain bahan dasar yang diberi aliran gas CO_2 , dilakukan juga percobaan dengan penambahan senyawa-senyawa basa, diantaranya dengan penambahan $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH , dan KOH , proses yang dilakukan pun sama dengan prosedur sebelumnya, masing-masing sampel CaBK , CaMM , dan NaBK ditimbang sebanyak 5 g kemudian diberi $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sebanyak 1 g, setelah itu baru diberi tambahan air sebanyak 94 g sehingga total berat campuran tetap 100 g. setelah ditimbang, campuran tersebut diukur pH dan EC nya. Kemudian campuran tersebut dimasukkan ke dalam *gas wash bottle*. Campuran yang sudah berada di dalam *gas wash bottle* dimasukan ke dalam *waterbath* yang sudah diset dengan suhu $60\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian diberi aliran gas CO_2 sebesar 4 L/min selama 1 jam. Setelah pengaliran dengan gas CO_2 campuran tersebut diukur kembali pH dan EC nya, lalu disaring dengan menggunakan kaca pasir dan dibantu dengan menggunakan *vacuum*, setelah itu didapat 2 hasil penyaringan yang berupa filtrat (cairan) dan residu (padatan). Residu yang berupa padatan dikeringkan ke dalam oven dengan suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam, sedangkan filtrat hasil saringan yang berupa cairan dimasukkan ke dalam botol penyimpanan. Prosedur selanjutnya dilakukan sama dengan sebelumnya hanya saja dilakukan dengan penambahan masing-masing senyawa basa yang lain yaitu NaOH , dan KOH . Proses penambahan semua senyawa-senyawa basa ini juga dilakukan pada suhu $5\text{ }^\circ\text{C}$ dengan menggunakan *coolbath* dengan prosedur yang sama.

3.3.4 Pengukuran Sampel Setelah Dialiri Gas

3.3.4.1 Padatan

Setelah proses pengaliran dan pengeringan selesai dilakukan, langkah selanjutnya adalah masing-masing sampel ditimbang sebanyak 0.4 g, kemudian sampel tersebut dimasukkan ke dalam tabung kimia yang besar, setelah itu tabung kimia tersebut dipasang dalam alat ORSAT dan dilanjutkan dengan pemberian tetesan HCl 8 N dengan menggunakan buret hingga sampel larut semua atau hingga sampel tidak menghasilkan gas. gas akan keluar dari batu gamping dan gas akan terukur di dalam ORSAT.

3.3.4.2 Cairan

Sampel cairan hasil saringan disimpan dibotol penyimpanan, metode pengukuran kadar CO₂ didalam cairan menggunakan cara titrasi asiditas dan alkalinitas. Langkah yang pertama kali dilakukan adalah memipet sampel sebanyak 25 ml. dengan menggunakan pipet seukuran 25 ml. kemudian sampel dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer, setelah itu sampel diberi 4 tetes larutan indikator phenolphthalein kemudian sampel diamati. Ketika sampel berubah warna menjadi merah muda maka sampel dilakukan proses titrasi alkalinitas, sedangkan ketika sampel tidak

terjadi perubahan warna maka dilakukan proses titrasi asiditas. Pada proses titrasi alkalinitas, sampel yang berwarna merah muda dititrasi dengan menggunakan larutan HCl 0.1 N hingga warna muda pada sampel hilang menjadi sampel yang tidak berwarna. Catat pemakaian larutan HCl yang digunakan. Setelah sampel menjadi larutan tak berwarna sampel diberi tambahan 2 tetes larutan indikator Methyl Orange, sampel akan berubah warna menjadi larutan berwarna orange/jingga pekat. Setelah sampel berubah warna, sampel kembali dititrasi dengan larutan HCl 0.1 N hingga sampel berubah warna kembali dari warna orange/jingga pekat menjadi berwarna kuning dan terakhir berubah menjadi warna jingga pucat. Setelah selesai titrasi catat pemakaian larutan HCl yang digunakan.

Proses Asiditas diawali dengan sampel yang sudah diberi 4 tetes larutan indikator phenolphthalein namun sampel tidak berubah warna. Sampel yang tak berwarna ini selanjutnya dititrasi dengan menggunakan larutan NaOH 0.1 N hingga larutan berubah warna dari sebelumnya merupakan larutan tak berwarna menjadi larutan berwarna merah muda. Catat pemakaian larutan NaOH yang digunakan. Setelah sampel sudah berubah warna menjadi merah muda, selanjutnya sampel diberi 2 tetes larutan indikator Methyl Orange

sehingga sampel akan berubah warna menjadi larutan berwarna orange/jingga pekat. Setelah berubah warna sampel selanjutnya dititrasi kembali dengan menggunakan larutan HCl 0.1 N hingga sampel berubah warna dari warna jingga pekat kemudian kuning lalu terakhir berwarna jingga pudar. Catat penggunaan larutan HCl yang telah digunakan.

3.4 Karakterisasi Sampel

Sampel yang sudah kering dilakukan karakterisasi dengan menggunakan beberapa alat diantaranya FTIR, SEM, XRD, dan XRF. Keberhasilan pembentukan senyawa karbonat dalam mineral ditunjukkan dalam FTIR dan XRD, sedangkan perubahan senyawa-senyawa kandungan sampel dapat dilihat dari uji XRF. Sedangkan SEM digunakan untuk melihat bentuk dari kristal hasil sebelum dan sesudah perlakuan sampel terhadap pemberian aliran gas CO₂.

3.5 Waktu dan Tempat Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai dari bulan Maret sampai dengan bulan September 2012 di Ruang Preparasi Batuan Mineral, Laboratorium Analisis Kimia Mineral, serta Laboratorium Pemanfaatan Bitumen dan Pengolahan Mineral Gd. 80 Kampus LIPI (Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia) Bandung. Pengambilan sampel Na-Bentonit, Ca-Bentonit putih, dan Ca-Bentonit MM dilakukan di Karangnunggal, Tasikmalaya. Analisis sampel hasil

penelitian dilakukan di empat tempat yaitu di Lab. Instrument Kimia UPI (FTIR), Laboratorium Kimia Mineral Tekmira (*Major Element* dan XRD), dan Laboratorium Pusat Survei Geologi (SEM), Laboratorium Analisis XRF Puslit Geoteknologi LIPI (XRF).

