

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan di laboratorium kimia mineral / laboratorium geoteknologi, analisis proksimat dilakukan di laboratorium instrumen Pusat Penelitian Geoteknologi Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), karakterisasi UV-Vis dan analisis total sulfur dilakukan di laboratorium instrumen Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI). Karakterisasi FTIR dilakukan di laboratorium Kimia Instrumen, Jurusan Pendidikan Kimia, FPMIPA Universitas Pendidikan Indonesia. Analisis unsur C, H, dan N, karakterisasi SEM, analisis luas permukaan dilakukan di laboratorium pengujian tekMIRA Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara (tekMIRA).

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

##### **3.2.1 Alat**

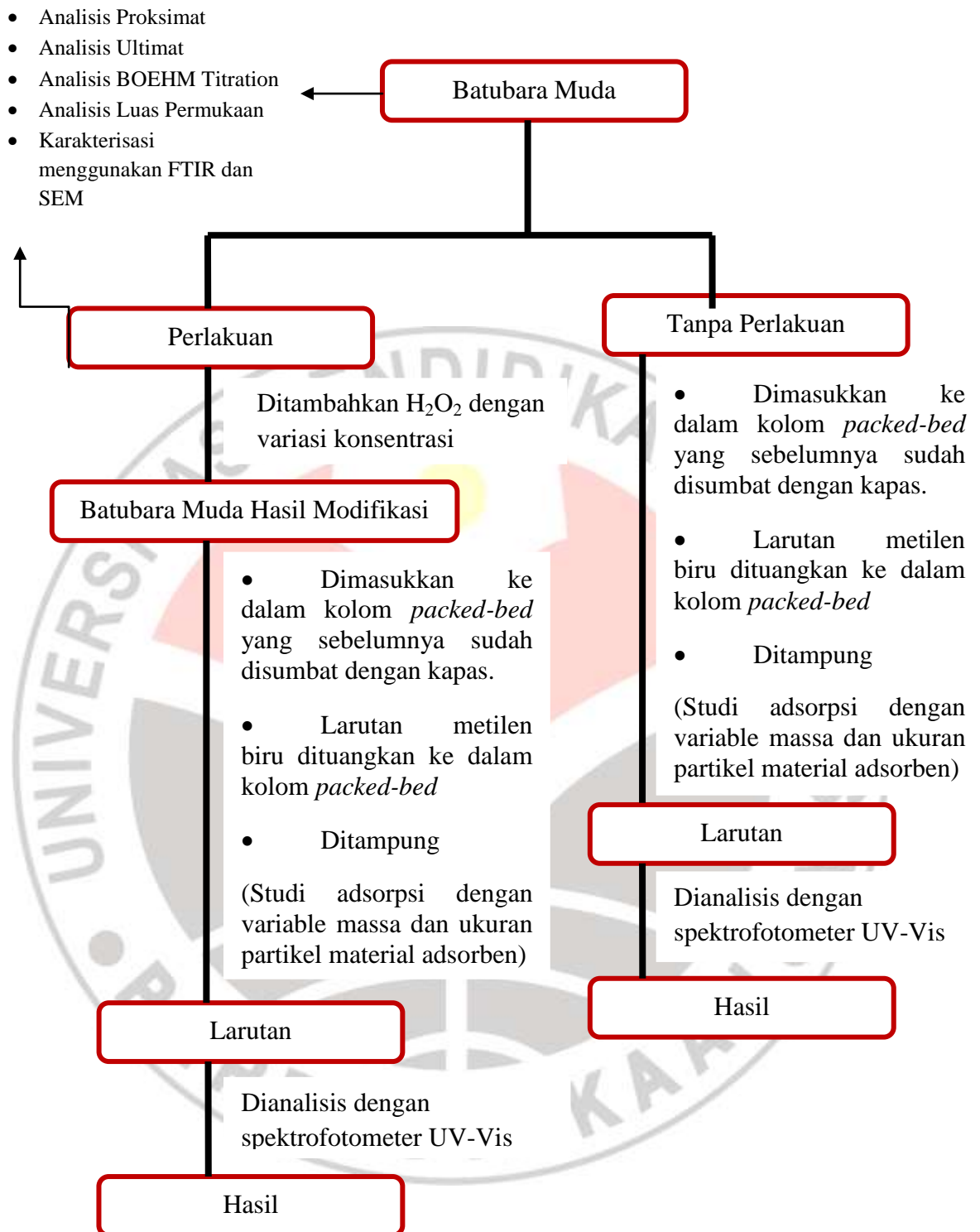
Alat-alat yang digunakan adalah : alat-alat gelas, neraca analitik, *magnetic stirrer* yang dilengkapi dengan pemanas, *shaker bath*, lumpang alu, *crusher*, kolom *packed-bed*, dan alat-alat analisis berupa FTIR Shimadzu 8400, spektrofotometer UV-Vis Shimadzu 1700, SEM, BET *surface area*, dan instrument untuk analisis unsur C, H, O, N, dan S.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan adalah : batubara muda asal Kalimantan, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, aquadest, NaOH, HCl, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, I<sub>2</sub>, KI, Metilen biru, kertas saring Whatmann, dan kapas.

#### **3.3 Desain Penelitian**

Desain penelitian dilakukan mengikuti alur penelitian seperti ditunjukkan pada Gambar 3.1



**Gambar 3.1** Tahapan Secara Umum Penelitian

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Preparasi Batubara Muda

Sampel batubara muda asal Kalimantan dihaluskan terlebih dahulu secara kasar kemudian dikeringkan dengan cara diangin-angin  $\pm$  selama 1 minggu. Setelah kering batubara dihaluskan menggunakan *crusher* kemudian disaring sehingga mendapatkan ukuran partikel sebesar 250-297  $\mu\text{m}$  dan 125-250  $\mu\text{m}$ . Kemudian dilakukan analisis proksimat menggunakan instrumen TGA 701, analisis *BOEHM Titration*, analisis luas permukaan, analisis unsur C, H, O, N, dan S, dan karakterisasi menggunakan FTIR dan SEM.

#### 3.4.2 Preparasi Batubara Muda Termodifikasi Hidrogen Peroksida

Larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan konsentrasi 30% diencerkan ke dalam dua konsentrasi yaitu sebesar 5% dan 10%.

Seberat 10 gram batubara muda ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia berukuran 250 mL. Lalu ke dalam gelas kimia ditambahkan larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan masing-masing konsentrasi yang telah dibuat tadi kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* tanpa proses pemanasan hanya diaduk saja hingga homogen. Proses pengadukan dilakukan selama  $\pm \frac{1}{2}$  jam. Setelah proses pengadukan selesai campuran disaring menggunakan kertas saring Whatmann berukuran 42 dan diambil residunya lalu dikeringkan cukup dengan cara diangin-angin saja.

Kemudian dilakukan analisis *BOEHM Titration*, analisis luas permukaan, analisis unsur C, H, O, N, dan S, uji nilai kalori, dan karakterisasi menggunakan FTIR dan SEM.

#### 3.4.3 Preparasi Larutan Metilen Biru

Contoh larutan limbah model yang digunakan adalah larutan metilen biru. Larutan induk disiapkan dengan konsentrasi 2000 ppm. Untuk menentukan panjang gelombang maksimum dan membuat kurva kalibrasi disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 0.5 ppm, 1 ppm, 1.5 ppm, 2 ppm, dan 2.5 ppm. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan pada rentang panjang gelombang 400-700 nm (jarak rentang 1 nm). Panjang gelombang maksimum metilen biru pada analisis ini berada pada 664 nm.

### 3.4.4 Uji Karakterisasi

#### 3.4.4.1 Analisis Proksimat

Analisis proksimat menggunakan instrumen TGA ini digunakan untuk diantaranya analisis kandungan lengas total (*total moisture*), analisis lengas bawaan (*moisture inherent*), analisis kandungan abu, penentuan *volatile matter*, penentuan karbon tertambat (*fixed carbon*) dalam satu waktu dengan kata lain analisis proksimat dengan menggunakan instrumentasi ini adalah analisis proksimat secara otomatis tidak manual.

Pastikan instrument TGA siap untuk menganalisis sampel. Pada menu utama klik F5 analyzer pada toolbar (jika sebelumnya data sampel belum dimasukkan, maka akan ditampilkan menu sample login. Furnace akan segera membuka, tempatkan sejumlah crucible kosong yang akan digunakan untuk analisa pada lubang–lubang carousel, ditambah satu crucible kosong (sebagai referensi) pada posisi home yang bertanda lubang kecil. Tekan tombol actuator (pada panel depan analyzer), furnace akan menutup dan sistem akan menginisialisasi dan menimbang semua crucible. Setelah selesai, furnace akan membuka kembali dan carousel akan menuju ke posisi crucible yang pertama, sistem siap menimbang sampel. Masukkan sampel sebanyak 1 scope ke dalam crucible pertama, tepat didepan instrumen (1 scope =  $\pm 1$  gram). Tekan tombol actuator, carousel akan berputar dan berhenti pada posisi crucible berikutnya. Setelah pengisian crucible yang terakhir, penekanan tombol actuator akan memulai analisis secara otomatis

*Catatan :*

Untuk step *volatile analysis* diperlukan crucible cover, jika sudah sampai pada step ini maka cover akan membuka dan mempersilahkan operator memasang crucible cover. Memasang crucible atau cover selalu menggunakan crucible tong. Begitu pula jika step ini selesai maka operator harus mengambil crucible cover. Gunakan sarung tangan yang disertakan untuk menghindari panas atau kontak dengan furnace. Setelah proses analisis selesai pastikan alat dimatikan dan semua regulator gas yang telah digunakan tertutup kembali.

#### 3.4.4.2 Analisis Titration BOEHM

Pertama-tama 1,5 gram sampel batubara muda dengan ukuran 125-250  $\mu\text{m}$  baik batubara tanpa perlakuan dan batubara muda dengan perlakuan ditimbang dan dicampur dengan 50 mL larutan NaOH,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , dan  $\text{NaHCO}_3$  dengan molaritas masing-masing 0,05 M untuk analisa reaksi basa dan 50 mL larutan HCl 0,05 M untuk reaksi asam. Setelah itu campuran ditempatkan ke dalam *shaker bath* dengan suhu kamar dan diaduk  $\pm 5$  jam dengan kecepatan pengadukan 200 rpm, kemudian disaring untuk memisahkan padatan batubara muda. Untuk analisa basa 10 mL dari filtrat NaOH dan  $\text{NaHCO}_3$  diambil dan ditambahkan 20 mL larutan HCl 0,05 M sedangkan untuk filtrat  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  diambil 10 mL dan dilakukan penambahan larutan HCl 0,05 M sebanyak 30 mL setelah itu tambahkan 2-3 tetes indikator PP. Kemudian masing-masing campuran dititrasi balik menggunakan NaOH 0,05 M. Untuk reaksi asam 10 mL filtrat HCl diambil dan ditambahkan 20 mL larutan NaOH 0,05 M dan 2-3 tetes indikator metil merah. Kemudian campuran dititrasi balik menggunakan larutan HCl 0,05 M.

#### 3.4.4.3 Analisis Iodine Number

Sample batubara muda dengan ukuran 125-250  $\mu\text{m}$  ditimbang seberat  $\pm 3$  gram kemudian tempatkan sampel ke dalam labu Erlenmeyer bertutup kaca. Kemudian tambahkan 10 mL larutan HCl 5% aduk sampai basah, setelah basah panaskan sampai mendidih dan biarkan sampai 30 detik. Dinginkan setelah itu tambahkan 50 mL larutan iodine, tutup kembali kemudian aduk cepat selama 30 menit. Larutan yang telah diaduk kemudian didekantasi selama 1 jam menggunakan sentrifugal. Setelah itu, pipet larutan sebanyak 10 mL kemudian titrasi menggunakan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sampai berwarna kuning pucat lalu tambahkan 3 tetes larutan amilum dan titrasi kembali sampai warna biru hilang.

#### 3.4.5 Studi Adsorpsi

Studi adsorpsi yang dilakukan pada penelitian ini hanya mempelajari variabel yang mempengaruhi kinerja adsorpsi yaitu ukuran partikel dan massa material adsorben.



### 3.4.5.1 Uji Kapasitas Adsorpsi Batubara Muda Tanpa Modifikasi

Dari larutan induk yang sebelumnya sudah disiapkan dengan konsentrasi 2000 ppm diencerkan ke dalam satu konsentrasi yang berbeda yaitu sebesar 800 ppm. Sample batubara muda tanpa perlakuan dengan ukuran 250-297  $\mu\text{m}$  ditimbang seberat 5 gram dan sample batubara muda tanpa perlakuan dengan ukuran sebesar 125-250  $\mu\text{m}$  ditimbang seberat 3 gram dan 5 gram. Kemudian batubara muda yang sudah ditimbang tersebut dimasukkan ke dalam kolom *packed-bed* dengan susunan dari atas ke bawah (kapas, batubara muda, kapas). Setelah itu sebanyak 500 mL larutan metilen biru dialirkan. Effluent yang keluar kemudian ditampung ke dalam botol tampung setiap 15 menit sekali kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664.

### 3.4.5.2 Uji Kapasitas Adsorpsi Batubara Muda Termodifikasi Hidrogen

#### Peroksida

Dari larutan induk yang sebelumnya sudah disiapkan dengan konsentrasi 2000 ppm diencerkan ke dalam satu konsentrasi yang berbeda yaitu sebesar 800 ppm. Sample batubara muda dengan perlakuan dengan ukuran 125-250  $\mu\text{m}$  ditimbang seberat 5 gram. Kemudian batubara muda yang sudah ditimbang tersebut dimasukkan ke dalam kolom *packed-bed* dengan susunan dari atas ke bawah (kapas, batubara muda, kapas). Setelah itu sebanyak 500 mL larutan metilen biru dialirkan. Effluent yang keluar kemudian ditampung ke dalam botol tampung setiap 15 menit sekali kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664.



**Gambar 3.2** Set Alat

Ghea Gristannia Grandistin, 2014

Karakterisasi Dan Uji Adsorpsi Batubara Muda Termodifikasi Hidrogen Peroksida Menggunakan Metode Kontinyu Terhadap Metilen Biru

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu