

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan analisa terhadap gambut sesuai metode ASTM yaitu metode analisa proksimat, ultimatif, analisa komposisi abu, nilai kalor dan titik leleh abu . Sampel gambut diperoleh dari daerah Rasau Jaya Pontianak, Kalimantan Barat.

3.1. Alat dan bahan yang digunakan

3.1.1. Alat yang digunakan :

- Crus porselin
- Spatula
- Drying Oven Fisher Scientific Model 496
- Furnace Fisher Scientific Model 495 A
- Desikator
- Blender
- Neraca Analitis
- Cawan platinum
- Gelas Ukur
- Pipet Volume
- Labu Takar
- Corong
- Pipet Tetes
- Hot plate + stirer
- Saringan 60 dan 200 mesh
- Ultimate Analyzer LECO CHN-1000
- Parr - 1341 Oxygen Bomb Calorimeter
- Ash Fusion Determinator LECO AF-600

- Atomic Absorption Spectrofotometer Perkin Elmer 5100 PC

3.1.2. Bahan yang digunakan :

- Na_2CO_3 0,0709 N
- BaCl_2 10 %
- Larutan AgNO_3
- Aquades
- Lithiumborat
- HCl 5 % v/v
- HCl p.a
- NH_4OH
- Indikator MO
- Kertas saring tak berabu
- Lantanumklorida 10 %
- Indikator Metil Orange
- Larutan standar Si 1000 ppm
- Larutan standar Al 1000 ppm
- Larutan standar Fe 1000 ppm
- Larutan standar Ca 1000 ppm
- Larutan standar Na 1000 ppm
- Larutan standar K 1000 ppm
- Larutan standar Mg 1000 ppm
- Larutan standar Ti 1000 ppm

3.2. Preparasi reagen :

1. Na_2CO_3 0,0709 N

Ditimbang 3,76 gram Na_2CO_3 dan dilarutkan dalam

1 liter air.

2. BaCl₂ 10 %

Ditimbang 10 gram BaCl₂ dan dilarutkan dalam 100 ml air.

3. Indikator MO

Dilarutkan 0,02 gram MO dalam 100 ml air panas dan disaring.

4. Larutan AgNO₃

Ditimbang 3,4 gram AgNO₃ dan dilarutkan dalam 1 liter air.

3.3. Cara kerja

3.3.1. Analisa Proksimat

1. Kadar air

A. Kadar air pada temperatur kamar.

- Ditimbang 100 - 300 gram sampel dan disebarluaskan pada pan datar yang telah diketahui beratnya.
- Dihaluskan dengan sendok/spatula.
- Dibiarkan pada temperatur kamar sampai beratnya konstan.
- Ditimbang dan dihitung % berat kehilangan airnya.

Rumus :

$$\% \text{ berat kehilangan air} = \frac{(A-B)}{A} \times 100 \%$$

dimana :

A = Berat sampel mula-mula (gram)

B = Berat sampel setelah dibiarkan (gram)

B. Kadar air pada temperatur 105 °C

- Sampel yang telah diketahui persen berat kehilangan air, dihaluskan dengan blender selama 1-2 menit. Sampel ini selanjutnya digunakan untuk analisa - analisa berikutnya.
- Ditimbang sampel yang setara dengan 10,0 gram sampel awal dengan menggunakan rumus

$$W \text{ (gram)} = [10 - (10,0 \times L)/100]$$

Dimana :

L = kehilangan air (%)

W = berat sampel ekivalen (gram)

- Diletakkan dalam cawan penguap yang telah diketahui beratnya. Dimasukkan kedalam oven dan dipanaskan pada temperatur 105 °C selama 16 jam.
- Dikeluarkan dari oven dan ditutup rapat
- Didinginkan dalam desikator dan ditimbang beratnya.
- Dihitung % air dengan menggunakan rumus :

$\% \text{ air} = (10,0 - B) \times 10,0$

dimana:

B = Berat sampel setelah dioven

(gram)

2. Analisa kadar abu

- Ditimbang 10 gram sampel halus dan dimasukkan kedalam cawan porselin
- Dimasukkan dalam furnace dan dinaikkan suhunya sampai 550°C.

- Dibiarkan dalam furnace sampai menjadi abu seluruhnya.
- Ditutup dan didinginkan dalam desikator lalu ditimbang.
- Dihitung kadarnya dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ abu} = (C \times 100)/A$$

dimana :

C = berat abu (gram)

A = berat sampel (gram)

3. Analisa Kadar zat organik

Untuk mengetahui kadar zat organik maka dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ zat organik} = 100,0 - (D + E)$$

Dimana :

D = kadar air (%)

E = kadar abu (%)

3.3.2. Analisa Ultimat

Analisa ultimat ini meliputi analisa kadar sulfur serta analisa kadar C, H, N dan O. Sulfur dianalisa dengan metode gravimetri sedangkan C, H, N, dianalisa dengan menggunakan alat ultimate analyzer. Untuk O diperoleh melalui perhitungan.

1. Analisa kadar sulfur

- Hasil pencucian dari bomb kalorimeter yang telah dinetralisir ditambah 1 ml NH₄OH pekat.
- Dipanaskan sampai mendidih lalu disaring dengan kertas saring.
- Endapan beserta kertas saring dicuci dengan air panas sampai volumenya 250 ml.
- Dinetralisir larutan tersebut dengan 3-4 ml HCl pekat.
- Diuapkan sampai volumenya 200 ml
- Diatur perlahan-lahan pendidihannya dan diaduk konstan sambil ditambahkan 10 ml BaCl₂ 10 %.
- Pemanasan dijaga jangan sampai mendidih sehingga volumenya 75 ml, kemudian dibiarkan endapan yang terjadi sampai dingin.
- Endapan disaring dengan kertas saring tak berabu dan dicuci dengan air panas sampai bebas ion klorida.
- Endapan dan kertas saring dipindahkan kedalam crus yang telah diketahui beratnya.
- Dipanaskan perlahan-lahan dan dinaikkan suhunya sampai 925°C.
- Setelah pembakaran selesai , crus

- Kadar sulfur dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\% \text{ sulfur} = (A \times 13,734)/B$$

dimana :

A = berat endapan (gram)

B = berat sampel (gram)

2. Analisa kadar C, H, N dan O

- Ditimbang lebih kurang 0,2 gram sampel dalam alumunium foil.
- Dimasukkan kedalam holder.
- Ditunggu selama sekitar 5 menit.
- Hasil analisa akan terlihat melalui printer.

3.3.3. Analisa nilai kalor

- Ditimbang 1 gram sampel, kemudian dibentuk menjadi pellet dengan menggunakan pellet press.
- Diletakkan dalam crus besi dan dimasukkan kedalam alat bomb pembakar oksigen (OCB).
- Diambil kawat sepanjang 10 cm , disentuhkan pada sampel
- Tabung OCB ditutup dan diisi dengan gas oksigen sampai tekanannya 25 atm
- Dimasukkan kedalam oval bucket (yang telah ditempatkan pada calorimeter jacket) yang telah diisi dengan 2 kg aquades.

- Dipasang 2 kabel ignition (anoda dan katoda) dan ditutup dengan penutup OCB.
- Dipasang termometer dan karet pemutar pada roda pemutar. Roda pemutar dihidupkan selama 5 menit agar suhu aquades pada OCB konstan.
- Setelah suhu dalam OCB konstan, dicatat suhunya dan diamati perubahan suhunya setiap 1 menit.
- Pada 5 menit pertama tekan tombol Parr Bomb Ignition Unit sampai lampu alarm menyala. Bila lampu alarm padam berarti kawat telah terbakar.
- Dicatat perubahan suhu setiap 1 menit sampai menit ke 18
- Setelah menit ke 18 tercapai, pengadukan dihentikan dan didiamkan selama 5 menit. Lalu OCB diangkat dan gasnya dikeluarkan perlahan-lahan.

3.3.4. Analisa komposisi abu

Pembuatan larutan sampel

- Disiapkan abu lolos saringan 200 mesh
- Ditimbang 0,1 gram dan ditempatkan pada cawan platinum
- Ditambahkan Lithium borat sebanyak 0,5 gram, dicampurkan agar merata
- Ditambahkan Lithium borat 0,5 gram,

- Dipanaskan pada suhu 1000° C selama 15 menit
- Diangkat cawan platina tersebut dan dicuci bagian bawahnya, kemudian dimasukkan dalam beaker glas
- Ditambahkan 150 ml HCl 5 % v/v dan dipanaskan diatas hot plate sambil diaduk konstan sampai larut. Pemanasan dijaga jangan sampai mendidih
- Ditepatkan volumenya sampai 200 ml dengan HCl 5 % v/v.
- Untuk analisa Ca dan Mg sewaktu pengenceran ditambahkan 10 ml larutan Lantanumklorida 10 % .

Analisa dengan SSA

1. Analisa SiO₂

- Dibuat suatu deret standar larutan silikon dengan konsentrasi 10 - 50 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel kemudian diperiksa dengan SSA dengan menggunakan lampu katoda silikon dalam nyala NzO - asetilen pada 251,6 nm.

2. Analisa Al₂O₃

- Dibuat suatu deret standar alumunium dengan konsentrasi 10 - 30 ppm

- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan SSA dengan menggunakan nyala N₂O - Asetilen pada 309,2 nm.

3. Analisa TiO₂

- Dibuat suatu larutan standar yang mengandung 2 - 10 ppm titanium
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan SSA dengan nyala N₂O - asetilen pada 364,3 nm.

4. Analisa Fe₂O₃

- Dibuat suatu deret standar yang mengandung besi 2 - 10 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan SSA dengan menggunakan nyala udara - asetilen pada 248,3 nm.

5. Analisa CaO

- Dibuat suatu deret standar yang mengandung kalsium 1 - 10 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan SSA dengan nyala udara - asetilen pada 422,7 nm

6. Analisa MgO

- Dibuat suatu deret standar yang mengandung magnesium 0,5 - 2 ppm

- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan SSA dengan nyala udara - asetilen pada 285,1 nm.

7. Analisa kadar Na₂O

- Dibuat suatu deret standar yang mengandung natrium 0,5 - 2 ppm
- Larutan standar dan sampel diperiksa dengan menggunakan SSA dengan nyala udara - asetilen pada 589,0 nm

8. Analisa K₂O

- Dibuat suatu deret standar yang mengandung kalium 0,5 - 2 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan SSA dengan nyala udara - asetilen pada 766 nm.

3.3.5. Analisa titik leleh abu

- Sampel yang lolos saringan No. 200 mesh diabukan dalam Furnace pada suhu 550°C selama 3 jam.
- Disiapkan kerucut abu sesuai dengan cetakan yang tersedia dan dibiarkan mengering.
- Dimasukkan sampel kedalam alat
- Suhu oprasi diprogram sesuai dengan yang diinginkan

- Diamati perubahan yang terjadi pada abu
- Karakteristik kelelahan abu akan keluar melalui printer.

