

## BAB III

### METODA PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan terhadap briket batubara karbonisasi yang berasal dari Rangkasbitung Jawa Barat sesuai metode ASTM, yaitu analisa proksimat yang meliputi penentuan kadar air, kadar zat terbang, kadar abu dan karbon tetap, analisa ultimate untuk menentukan kadar C, H, O dan N, serta analisa nilai kalor, kadar sulfur, komposisi abu dan kekuatan briket.

#### 3.1. Alat dan Bahan yang digunakan

##### 3.1.1. Alat yang digunakan

- Drying Oven Fisher Scientific Model 496
- Desikator
- Furnace Fisher Scientific Model 495 A
- Erlenmeyer
- Corong
- Hot plate dan stirer
- Pipet volume
- Parr-1341 Oxygen Bomb Calorimeter
- Ultimate Analyzer Leco CHN - 1000
- Stopwatch
- Kaca pembesar
- Labu takar
- Cawan platinum
- Cawan porselin

- Beaker glass
- Spektrofotometer Serapan Atom 5100 PC
- Seperangkat alat uji tekan
- Neraca Analitis
- Blender
- Pan
- Pipet tetes
- Spatula
- Saringan 200 mesh
- Saringan 60 mesh

**3.1.2. Bahan yang digunakan :**

- Sampel briket batubara
- Indikator MO
- Larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,0709 N
- Larutan  $\text{BaCl}_2$
- $\text{NH}_4\text{OH}$
- Kertas saring
- Larutan HCl 5%
- HCl p.a
- Lithium borat
- Lanthanumklorida 10 %
- Larutan stok Aluminium (1000 ppm Al)
- Larutan stok Kalsium (1000 ppm Ca)
- Larutan stok Besi (1000 ppm Fe)
- Larutan stok Magnesium (1000 ppm Mg)
- Larutan stok Kalium (1000 ppm K)
- Larutan stok Silikon (1000 ppm Si)

- Larutan stok Natrium (1000 ppm Na)
- Larutan stok Titanium (1000 ppm Ti)

### 3.2. Pembuatan Reagen

1.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,0709 N  
Ditimbang 3,76 gr  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan dilarutkan dalam 1 liter air
2.  $\text{BaCl}_2$  10 %  
Ditimbang 10 gr  $\text{BaCl}_2$  dilarutkan dalam 100 ml air
3. Indikator MO  
Dilarutkan 0,02 gr MO dalam 100 ml air panas dan disaring.
4.  $\text{AgNO}_3$   
Ditimbang 3,4 gr  $\text{AgNO}_3$  dilarutkan dalam 1 liter air

### 3.3. Cara kerja :

#### 3.3.1. Analisa Proksimat

##### 1. Analisa kadar air

- Sampel digerus dan disaring dengan saringan 60 mesh
- Ditimbang sampel masing-masing 1 gram dan ditempatkan pada 3 crusibel
- Dipanaskan dalam oven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 1 jam ( pemanasan dilakukan sampai berat konstan ).
- Didinginkan dalam desikator

- Ditimbang sampai selisih penimbangan mencapai 0,1 % per jam.

Rumus :

$$\% \text{ Kadar air} = ( A - B ) / C \times 100 \%$$

Dimana :

A = berat sebelum pemanasan (gr)

B = berat setelah pemanasan (gr)

C = berat sampel (gr)

## 2. Penentuan kadar zat terbang

- Sampel digerus dan disaring dengan saringan 60 mesh
- Ditimbang sampel masing - masing 1 gram dan di tempatkan pada 3 crusibel dan ditutup
- Dipanaskan pada suhu 950°C selama 7 menit
- Didinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang.

Rumus

$$\% \text{ Kehilangan berat} = ( A - B ) / C \times 100 \%$$

$$= E$$

$$\text{Kadar zat terbang} = E - D$$

Dimana :

A = berat sebelum pemanasan (gr)

B = berat setelah pemanasan (gr)

C = berat sampel (gr)

D = kadar air

### 3. Penentuan kadar abu

- Ditimbang masing-masing 1 gram sampel batubara lolos saringan 60, dimasukkan dalam 3 crusibel yang telah diketahui beratnya
- Dipanaskan pada suhu 750° C selama 3 jam.
- Didinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang.

Rumus :

$$\% \text{ Kadar abu} : A / C \times 100 \%$$

dimana :

A = berat abu (gr)

C = berat sampel (gr)

### 4. Penentuan kadar karbon tetap

Untuk mengetahui kandungan karbon tetap dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\% \text{ Karbon tetap ( FC \% )} = 100 \% - \% \text{ zat terbang} \\ - \% \text{ abu} - \% \text{ air}$$

#### 3.3.2. Analisa Ultimat

##### 1. Analisa Kadar C, H, O dan N

- Ditimbang kurang lebih 0,2 gram sampel dalam aluminium foil
- Dimasukkan dalam holder
- Ditunggu selama 5 menit
- Hasil akan keluar melalui printer

## 2. Penentuan kadar sulfur

- Setelah gas dikeluarkan dari OCB, kemudian dicuci bersih instrumen OCB dan tempat sampel dengan aquades.
- Ditambah 1 tetes indikator MO, kemudian dinetralisir dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , dicatat volume yang dibutuhkan.
- Ditambah 1 ml larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat, dipanaskan hingga mendidih, kemudian disaring.
- Dicuci endapan dan kertas saring dengan air panas dan ditambahkan air panas sampai volume 250 ml.
- Dinetralisir dengan HCl pekat 3 - 4 tetes
- Diuapkan sampai volume 200 ml diatas hot plate.
- Ditambahkan 10 ml larutan  $\text{BaCl}_2$  dan diaduk.
- Diuapkan sampai volume 75 ml, kemudian didinginkan
- Disaring endapan dengan kertas saring bebas abu dan dicuci dengan air panas sampai bebas ion klorida.
- Endapan dan kertas saring bebas abu dipindahkan ke dalam cawan porselin yang sudah diketahui beratnya.
- Dipanaskan dalam furnace pada suhu  $925^\circ\text{C}$  selama 7 menit.

- Didinginkan dalam desikator, kemudian ditimbang.

### 3.3.3. Penentuan nilai kalor

- Ditimbang 1 gram sampel batubara lolos saringan 60 mesh, kemudian dibentuk pellet dengan pellet press dan ditimbang lagi.
- Pellet diletakkan pada crus besi dan dimasukkan dalam Bomb Pembakar Oksigen.
- Kawat pembakar 10 cm disentuhkan pada pellet.
- Tabung Bomb Pembakar Oksigen diisi dengan gas oksigen sampai tekanannya 25 atm dan dimasukkan dalam oval bucket yang telah diisi dengan 2 kg aquadest.
- Dipasang 2 kabel ignition dan ditutup dengan penutup Bomb Pembakar Oksigen.
- Dipasang thermometer dan karet pemutar pada roda pemutar.
- Dihidupkan roda pemutar selama 5 menit, kemudian dicatat suhunya.
- Pada 5 menit pertama ditekan tombol Parr Bomb Ignition Unit sampai lampu menyala. Bila lampu mati berarti kawat telah terbakar.
- Dicatat perubahan suhu tiap menit sampai menit ke 18.

- Setelah menit ke 18 tercapai hentikan pengadukan dan didiamkan selama 5 menit.
- Kemudian OCB diangkat dan gasnya dikeluarkan perlahan-lahan.

### 3.3.4. Penentuan Komposisi Abu

#### *Pembuatan larutan sampel*

- Disiapkan abu lolos saringan 200 mesh
- Ditimbang 0,1 gram dan ditempatkan pada cawan platinum
- Ditambahkan lithium borat 0,5 gram, di campur. Di tambahkan lagi 0,5 gram lithium borat ditutupkan pada campuran tersebut
- Dipanaskan pada suhu  $1000^{\circ}\text{C}$  selama 15 menit
- Diangkat cawan platina tersebut dan dicuci bagian bawahnya, kemudian dimasukkan dalam beaker glas
- Ditambahkan 150 ml HCl dan dipanaskan diatas hot plate sambil diaduk konstan sampai larut.
- Diencerkan sampai volumenya 200 ml dengan HCl.
- Untuk penentuan Ca dan Mg pada saat pengenceran ditambahkan 10 ml lanthanumklorida 10 %



### ***Analisa dengan AAS***

#### **1. Analisa SiO<sub>2</sub>**

- Dibuat suatu deret larutan standar silikon dengan konsentrasi 10 - 50 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel kemudian diperiksa dengan AAS dengan menggunakan nyala N<sub>2</sub>O - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 251,6 nm

#### **2. Analisa Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

- Dibuat suatu deret larutan standar aluminium dengan konsentrasi 10 - 30 ppm.
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan AAS dengan menggunakan nyala N<sub>2</sub>O - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 309,2 nm.

#### **3. Analisa Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

- Dibuat suatu deret larutan standar besi dengan konsentrasi 2 - 10 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan AAS dengan menggunakan nyala udara - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 248,3 nm

#### **4. Analisa CaO**

- Dibuat suatu deret larutan standar kalsium dengan konsentrasi 1 - 10 ppm.
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan AAS dengan nyala udara - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 422,7 nm.

**5. Analisa MgO**

- Dibuat suatu deret larutan standar magnesium dengan konsentrasi 0,5 - 2 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan AAS dengan nyala udara - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 285,2 nm.

**6. Analisa Na<sub>2</sub>O**

- Dibuat suatu deret larutan standar natrium dengan konsentrasi 0,5 - 2 ppm
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan menggunakan AAS dengan nyala udara - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 589,0 nm.

**7. Analisa K<sub>2</sub>O**

- Dibuat suatu deret larutan standar kalium dengan konsentrasi 0,5 - 2 ppm.
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan AAS dengan menggunakan nyala udara - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 766,5 nm

**8. Analisa TiO<sub>2</sub>**

- Dibuat suatu deret larutan standar titanium dengan konsentrasi 2 - 10 ppm.
- Larutan standar dan larutan sampel diperiksa dengan AAS dengan menggunakan nyala N<sub>2</sub>O - C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pada 364,3 ppm

### 3.3.5. Analisa Kekuatan

- Briket diletakkan pada pusat alat tekan
- Alat pengukur kekuatan berikut mata tumpunya, diletakkan tepat ditengah-tengah briket pada posisi vertikal
- Kemudian alat ditekan sehingga briket mulai retak.
- Dicatat tekanan pada saat briket mulai retak
- Sebelumnya alat harus diset pada kondisi normal.

