

## B A B III

### METODOLOGI PENELITIAN

Dalam melakukan analisa karakteristik briket batubara untuk rumah tangga, standar penelitian yang dipakai adalah *The American Society for Testing and Materials (ASTM)*.

Adapun analisa tersebut meliputi :

1. Analisa Proksimat meliputi :
  - analisa kadar air
  - analisa kadar zat terbang
  - analisa kadar abu
  - analisa karbon tetap
2. Analisa Ultimat
3. Analisa Nilai Kalor
4. Analisa Komposisi Abu

#### 3.1. Bahan dan Alat

- A. Bahan-bahan yang digunakan
  1. Briket batubara
  2. Aquades
  3. Larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,0709 N
  4. Larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat
  5. Aqua Bromata
  6. Larutan  $\text{BaCl}_2$  10 %
  7. Gas oksigen

8. Kawat platina
9. Larutan HCl pekat
10. Indikator MO
11. Larutan HCl 5 %
12. Larutan Stok Natrium 1000 ppm
13. Larutan Stok Kalium 1000 ppm
14. Larutan Stok Kalsium 1000 ppm
15. Larutan Stok Magnesium 1000 ppm
16. Larutan Stok Besi 1000 ppm
17. Larutan Stok Silika 1000 ppm
18. Larutan Stok Aluminium 1000 ppm

B. Alat-alat yang digunakan

1. Neraca
2. Krusibel
3. Ayakan no. 60
4. Desikator
5. Oven Fisher Scientific Model 495 A
6. Buret
7. Stopwatch
8. Pipet
9. Penjepit
10. Erlemeyer
11. Ultimate Analyzer Leco CHN-1000
12. Pellet press
13. Parr Bomb Calorimeter
14. Kertas saring
15. Tungku pemanas

16. Data logger
17. Furnace Fisher Scientific Model 496
18. Atomic Absorption Spektroskop Perkin Elmer 5100 PC

### **3.2. Analisa Proksimat (ASTM D 3172)**

Didalam analisa proksimat akan dilakukan penentuan kadar air, kadar zat terbang, abu dan karbon tetap dalam sampel batubara.

#### **3.2.1. Kadar air (Residual Moisture) (ASTM D 3173)**

Metode :

- Sampel digerus dan disaring dengan ayakan no. 60, kemudian ditimbang tiga kali masing-masing 1 gr dan ditempatkan pada 3 krusibel yang telah diketahui beratnya.
- Ketiga krusibel tersebut diletakkan ke dalam oven dan dipanaskan pada suhu 105 °C selama 1 jam.
- Setelah pemanasan selama 1 jam, sampel dikeluarkan dan didinginkan dalam desikator selama 20 menit lalu ditimbang.
- Diulangi kembali prosedur diatas sampai diperoleh selisih penimbangan 0,1 % perjam.

#### **3.2.2. Penentuan zat terbang (Volatile Matter)**

**(ASTM D 3175)**

Metode :

- Sampel batubara yang lolos ayakan no. 60 ditimbang dan ditempatkan dalam tiga krusibel

masing-masing 1 gram. Kemudian krusibel ditutup dan dimasukkan ke dalam oven, dipanaskan pada suhu  $950^{\circ}\text{C}$  selama 7 menit.

- Setelah 7 menit sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan dalam desikator hingga suhu kamar kemudian ditimbang beratnya.

v

### 3.2.3. Kadar abu (ASTM D 3174)

Metode :

- Sampel digerus dan disaring dengan ayakan no. 60, kemudian ditimbang dan ditempatkan dalam tiga krusibel masing-masing 1 gram.
- Ketiga krusibel dimasukkan dalam oven dan dipanaskan pada suhu  $750^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam.
- Setelah 3 jam pemanasan, diamati apakah telah terjadi penggabungan sempurna atau belum. Bila semua sampel telah menjadi abu, maka sampel didinginkan dalam desikator selama  $\pm 20$  menit sampai mencapai suhu kamar.
- Abu kemudian ditimbang.

### 3.2.4. Kandungan karbon tetap

Untuk menghitung kandungan karbon tetap atau Fixed Carbon dilakukan secara tidak langsung yaitu dengan pengurangan 100% terhadap jumlah kadar air, kadar zat terbang dan kadar abu.

### 3.3. Analisa Ultimat (ASTM D 3176)

Analisa Ultimat adalah analisa penentuan kadar (%) karbon, hidrogen, nitrogen oksigen dan sulfur yang terkandung didalam sampel batubara. Penentuan kadar karbon, hidrogen, dan nitrogen dilakukan dengan menggunakan alat Ultimate Analyzer. Untuk menghitung kadar oksigen dilakukan secara tidak langsung yaitu pengurangan 100% terhadap kadar karbon, kadar nitrogen, kadar hidrogen dan kadar sulfur. Sedangkan untuk menentukan kadar sulfur dilakukan dengan filtrasi endapan  $\text{BaSO}_4$  yang dihasilkan pada penentuan nilai kalori sampel.

#### 3.3.1. Penentuan kadar sulfur (ASTM D 3177)

Metode : (Dilakukan setelah selesai pembakaran dengan Bomb Calorimeter)

- Setelah gas dikeluarkan dari OCB semua instrumen OCB serta tempat sampel dicuci dan ditempatkan dalam erlenmeyer. Kemudian dinetralisir dengan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,0709 N dan sebagai indikator digunakan Metyl Orange. Volume  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang dibutuhkan dicatat.
- Hasil pencucian dari Bomb Calorimeter yang telah dinetralisir dengan natrium karbonat, kemudian ditambah dengan 1 ml  $\text{NH}_4\text{OH}$  pekat dan dipanaskan sampai mendidih kemudian disaring secepatnya dengan kertas saring. Endapan beserta kertas

saring dicuci dengan air panas dan ditambah air panas lagi sampai volumenya mencapai 250 ml.

- Kemudian larutan tersebut dinetralisir dengan larutan HCl pekat 3-4 ml dan ditambahkan 10 cc Bromine water jenuh lalu diupkan sampai volume tinggal 200 ml di atas hot plate.
- Setelah itu larutan distiring konstan sambil ditambahkan 10 ml  $\text{BaCl}_2$  10%.
- Pemanasan dijaga jangan sampai mendidih dan volume mencapai 75 ml.
- Setelah volume tersebut tercapai, larutan didinginkan. Endapan yang terjadi disaring dengan kertas saring bebas abu dan cuci endapan dengan air panas sehingga endapan bebas ion klorida.
- Endapan dan kertas saring diletakkan pada krus porselen yang telah diketahui beratnya dan dimasukkan ke dalam oven. Pemanasan dilakukan perlahan-lahan dijaga agar kertas saring tidak terbakar.

Suhu dinaikkan hingga  $925^{\circ}\text{C}$ . Endapan dipanaskan sampai berat menjadi konstan.

- Setelah pembakaran selesai krus beserta isinya didinginkan dalam desikator selama 15 menit.

Pembuatan Larutan 0,0709 N  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

- ditimbang 3,76 gram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  kemudian dilarutkan dalam 1 L aquades.

\* Pembuatan larutan  $\text{BaCl}_2$  10% :

- ditimbang 10 gram  $\text{BaCl}_2$  kemudian dilarutkan dalam 100 ml aquades.

\* Pembuatan larutan Metyl Orange :

- ditimbang 0,02 gram Metyl Orange lalu dilarutkan dalam 100 ml air panas dan disaring.

### 3.4. Analisa Nilai Kalor (ASTM D 3286)

Adalah penentuan banyaknya kalor yang dikandung oleh batubara dengan menggunakan alat Bomb Calorimeter.

Metode :

- Semua instrumen Bomb Calorimeter dicuci sampai tidak meninggalkan bau sebelum dilakukan analisa. Hal ini untuk menghindari kesalahan pada waktu analisa.

Sampel digerus lalu disaring dengan ayakan no. 60 dan ditimbang sebanyak 1 gram kemudian dibentuk Pellet dengan alat Pellet Pres.

- Pellet sampel diletakkan dalam krus besi dengan hati-hati. Kemudian krus besi tersebut dimasukan ke dalam Bomb Pembakar Oksigen (Oxygen Combustion Bomb/OCB).
- Lalu diambil kawat platina sepanjang 10 cm dan disentuhkan pada pellet/sampel.
- Tabung OCB ditutup dan diisi dengan gas oksigen dengan tekanan 25 atm, lalu dimasukkan ke dalam oval Bucket yang berisi 2 kg air.

- Kabel ignition anoda dan katoda dipasang, kemudian tabung OCB ditutup. Termometer dan karet pemutar dipasang kemudian dialiri listrik.
- Suhu pada termometer diamati dan dicatat waktunya dengan stopwatch.
- Pada 5 menit pertama, tombol parr Bomb Ignition unit ditekan sampai lampu alarm menyala yang menandakan bahwa kawat platina telah terbakar. Kemudian perubahan suhu dicatat tiap menit sampai menit ke-18.
- Setelah menit ke-18 tercapai, pengadukan dihentikan dan didiamkan selama 5 menit, kemudian OCB diangkat dan gasnya dikeluarkan secara perlahan-lahan.
- Kemudian tabung OCB dibuka dan kawat platina yang tidak terbakar diukur panjangnya.

### 3.5. Analisa Komposisi Abu (ASTM D 3682)

Analisa penentuan komposisi abu dari hasil pembakaran batubara dengan tujuan untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung oleh batubara. analisa ini dilakukan dengan menggunakan perangkat AAS (Atomic Absorption Spectrofotometer).

Preparasi :

1. ditimbang 0,1 gr sampel lolos ayakan no. 200 dan ditempatkan pada cawan platina kemudian ditambah dengan 0,5 gr  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (lithium tetraborat). Sampel dan lithium tetraborat

dicampur hingga rata. Kemudian ditambahkan 0,5 gr lithium tetraborat untuk untuk menutupi campuran tersebut.

2. Cawan berisi sampel dipanaskan pada suhu  $1000^{\circ} \text{C}$  selama 15 menit. Setelah 15 menit cawan diangkat dan didinginkan pada suhu kamar. Siapkan larutan HCl 5 %.
3. Kemudian bagian bawah cawan dicuci dengan air hangat, dan ditempatkan dalam beaker glass 250 ml. Ke dalam cawan Pt ditambahkan 150 ml larutan HCl 5%. stirrer magnetik dimasukkan ke dalamnya. Kemudian beaker glass diletakkan pada hot plate.
4. Larutan dipanaskan dibawah titik didih selama 30 menit. Kemudian beaker diangkat dari hot plate dan didinginkan pada suhu kamar.
5. Larutan dipindahkan ke dalam labu takar 250 ml. Cawan Pt dan beaker glass dicuci dengan larutan HCl secukupnya. Kemudian larutan sampel diencerkan dengan larutan HCl 5% sampai tanda batas.

#### **Pembuatan Larutan HCl 5%**

- Dipipet 25 ml HCl 37 % lalu dilarutkan dalam air didalam labu takar 500 ml sampai tanda batas.

#### **Penentuan konsentrasi logam Natrium**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 0,5 ppm ; 1,0 ppm ; 1,5 ppm ; 2,0 ppm ;

2,5 ppm .

- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala udara - asetilen pada panjang gelombang 589,0 nm.

#### **Penentuan konsentrasi logam Kalium**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 0,5 ppm ; 1,0 ppm ; 1,5 ppm; 2,0 ppm ; 2,5 ppm .
- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala udara - asetilen pada panjang gelombang 766,5 nm.

#### **Penentuan konsentrasi logam Kalsium**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 0,5 ppm ; 1,0 ppm ; 1,5 ppm; 2,0 ppm ; 2,5 ppm .
- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala udara - asetilen pada panjang gelombang 422,7 nm.

#### **Penentuan konsentrasi logam Magnesium**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 0,5 ppm ; 1,0 ppm ; 1,5 ppm; 2,0 ppm ; 2,5 ppm .
- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala udara - asetilen pada panjang gelombang 285,1 nm.

#### **Penentuan konsentrasi logam Besi**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 0,5 ppm : 1,0 ppm ; 1,5 ppm; 2,0 ppm ; 2,5 ppm .
- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala udara - asetilen pada panjang gelombang 248,3 nm.

#### **Penentuan konsentrasi logam Silika**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 10,0 ppm ; 15,0 ppm ; 20,0 ppm ; 25,0 ppm ; 30,0 ppm .
- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala  $N_2O$  - asetilen pada panjang gelombang 251,6 nm.

#### **Penentuan konsentrasi logam Aluminium**

- Disiapkan deret larutan standar dengan konsentrasi 10,0 ppm ; 15,0 ppm ; 20,0 ppm ; 25,0 ppm ; 30,0 ppm .
- Larutan standar dan larutan sampel dianalisa dengan nyala  $N_2O$  - asetilen pada panjang gelombang 589,0 nm.