

**BAB III**  
**METODOLOGI PENELITIAN**

Salah satu upaya untuk meningkatkan kualitas felspar antara lain dengan menurunkan kandungan mineral besi oksida. Dalam penelitian ini dilakukan penurunan kadar besi oksida dari mineral felspar dengan metode *flotasi menggunakan dua media cairan pemisah*, untuk mengetahui komposisi jenis mineral dilakukan analisis terhadap sampel dengan difraksi sinar-x (XRD) dan analisis kimia terhadap sampel baik dari bahan asal maupun hasil pengolahan. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Pengolahan Mineral dan Laboratorium Kimia Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral, Bandung.

**3.1 Peralatan dan Bahan**

**3.1.1 Peralatan**

- Neraca elektrik merk Mettler tipe AT - 200
- Difraktometer sinar X merk philips tipe PW 3710 BASED
- Rod mill buatan Denver
- pH meter merk Horiba tipe F - 14
- Stirrer yang dilengkapi pengontrol kecepatan
- Rot tap
- Oven

- AAS varian techron AA-5
- Hot plate
- Beaker teflon 150 mL
- Alat - alat gelas
- Botol - botol 50, 100, dan 250 mL
- Kwas

### 3.1.2 Bahan - bahan

- HF, HCl, NaOH, Asam Oleat,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ , semuanya berkualitas p a
- Aquades
- Minyak kerosin murni dari Pertamina
- Kertas saring whatman no. 40 dan 42

### 3.2 Persiapan Sampel

Sampel yang digunakan diambil dari daerah Kebon Dalem Kabupaten Banjarnegara, Jawa Tengah. Pengambilan sampel dilakukan pada tanggal 15 Maret 1997, sampel di daerah tersebut memiliki penampakan fisik ; berupa batuan berpasir dan berwarna krem.

#### 3.2.1 Preparasi Sampel Felspar

Preparasi sampel felspar dilakukan agar mineral felspar dapat dipisahkan dari pengotornya sesuai dengan

yang diinginkan, hal ini dilakukan karena sampel felspar berbentuk batuan berpasir dan kemungkinan mengandung lempung. Tahap - tahap preparasi sampel adalah sebagai berikut :

#### 1. Pencucian

Pencucian dilakukan dengan air bersih dimaksudkan untuk menghilangkan atau mengurangi sebanyak mungkin lempung yang ada, namun demikian air kotor hasil cucian yang diperkirakan mengandung lempung tersebut di tampung, untuk dianalisa lebih lanjut.

#### 2. Pengeringan

Semua sampel yang dicuci dikeringkan pada panas matahari atau dikeringkan dalam oven pengering.

#### 3. Penggilingan

Penggilingan dilakukan dengan rod mill buatan Denver, menggunakan tiga jenis media batang baja bergaris tengah  $\frac{3}{4}$  inchi,  $\frac{1}{2}$  inchi, dan  $\frac{2}{3}$  inchi. Masing - masing panjangnya 30 cm dengan berat 9 kg untuk menggiling 1 kg batuan berukuran lolos 10 mesh, dengan kecepatan putar 50 rpm, waktu putaran 5 - 10 menit dan daya motor 0,5 HP.

#### 4. Pengayakan

Hasil giling selanjutnya di ayak dengan menggunakan ayakan (screen) standar (ASTM) nomor 200 dan 325 mesh. Fraksi - fraksi yang berukuran lolos 200 mesh dan tidak

lolos 325 mesh (-200 +325 mesh) digunakan untuk analisis kimia dan untuk pengolahan, sedangkan fraksi yang lolos 325 mesh digunakan dalam identifikasi jenis mineral yang dikandungnya.

### 3.3. Analisis Sampel Dengan Difraksi Sinar-x

Pengujian sampel dengan metoda difraksi sinar-x (XRD) bertujuan untuk mengidentifikasi jenis mineral felspar dan mineral ikutan yang terdapat dalam sampel bahan. Alat yang digunakan terdiri dari difraktometer philips PW 3710 BASED, radiasi Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ ) kondisi pengoperasian pada 40 kv dan 25 mA.

### 3.4 Analisis Kimia

Analisis kimia dilakukan dengan menggunakan alat AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer) varian techron AA-5. Analisis ini dimaksudkan untuk mengetahui kandungan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O dan Na<sub>2</sub>O yang terdapat dalam mineral felspar. Selain bahan asal yang dianalisa, analisis kimia juga dilakukan terhadap produk hasil uji pengolahan (konsentrat 1) untuk mengetahui seberapa jauh peningkatan kadar felspar dan penurunan kadar besi oksida yang dihasilkan.

**Prosedur Kerja :**

- Sampel lolos ayakan 200 mesh ditimbang 0,2 g, dimasukkan ke dalam beaker teflon
  - Ke dalamnya ditambahkan 10 mL HF dan 5 mL HNO<sub>3</sub> kemudian dikeringkan di atas hot plate sampai kering
  - Kurang lebih 3 mL HClO<sub>4</sub> dan 1 mL HNO<sub>3</sub> ditambahkan kemudian larutan diuapkan sampai hampir kering
  - Ke dalamnya ditambahkan 5 mL HNO<sub>3</sub> dan diuapkan sampai volume larutan ± 3 mL
  - Ditambahkan 6 - 7 mL aquadest, dan dipanaskan lagi sampai hampir mendidih
  - Setelah dingin larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan hingga tanda batas (larutan induk)
- Analisis unsur Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, K<sub>2</sub>O, dan Na<sub>2</sub>O pengenceran 20 X
- Larutan induk dipipet 5 mL dan dimasukkan ke labu ukur 100 mL, ditambahkan larutan Li<sup>+</sup> 20 mL dan 10 mL Sr<sup>2+</sup> 3 % setelah itu diencerkan hingga tanda batas.
  - Larutan siap dianalisa

**3.5 Pemisahan Besi Oksida dengan Metode Flotasi**

**Kondisi Percobaan**

**Bahan ;**

- Pengatur pH : asam klorida dan natrium hidroksida
- Kolektor : asam oleat

- Depresan : ammonium sulfat

- Fasa minyak : minyak kerosin

Kondisi Tetap ;

- Ukuran umpan : -200 +325 mesh

- Rasio volume minyak : aquades : (1:6)

- Kecepatan putar pengaduk : 1200 rpm<sup>(17)</sup>

- Dosis kolektor : 10 g/L

- Padatan umpan : 2,5 g

Kondisi Berubah ;

- pH

- Konsentrasi asam oleat

- Konsentrasi ammonium sulfat

- Waktu pengadukkan

Prosedur Kerja

- Sampel sebanyak 2,5 gram dimasukkan ke dalam beaker gelas 400 mL, ditambahkan 212,5 mL aquades dan 5 mL ammonium sulfat.

- Pengaturan pH

- Ke dalamnya ditambahkan kolektor asam oleat dengan dosis 10 g/L.

- Larutan diaduk dan ditambahkan 37,5 mL minyak kerosin.

- Campuran dikocok dengan alat stirrer selama 2 - 10 menit dan dimasukkan ke dalam corong pemisah,

didiamkan selama 20 menit. Terjadi dua lapisan, lapisan atas merupakan larutan minyak ada bintik-bintik coklat dan merah bata (kotor). Lapisan bawah merupakan larutan putih (agak bening) dan ada endapan.

- Lapisan bawah dipisahkan dari lapisan atas.
- Larutan pada lapisan bawah didekantasi, endapan dicuci (berulang-ulang) sehingga baunya hilang kemudian didekantasi.
- Endapan dikeringkan di oven kemudian ditimbang (konsentrat 1).
- Larutan agak bening (bawah) disaring dengan kertas saring whatman nomor 42 dan residu dikeringkan di oven dan ditimbang (konsentrat 2).
- Larutan atas disaring dengan kertas saring whatman nomor 40 dan residu dikeringkan di oven dan ditimbang (residu kotor).