

BAB III

METODE PENELITIAN

Penelitian ini didahului dengan perlakuan awal bahan baku untuk mengurangi pengotor yang terkandung dalam abu batubara. Penentuan pengaruh parameter proses dilakukan dengan cara memvariasikan setiap parameter yang dipelajari dan menentukan nilai konsentrasi natrium silika yang terbentuk serta persen pemungutan silika. Pada kondisi parameter proses yang optimum, penelitian dilanjutkan untuk mendapatkan massa endapan silika (SiO_2) melalui reaksi natrium silikat dengan asam sulfat.

3.1 Parameter dan Rancangan Percobaan

Rancangan penelitian dibagi menjadi 2 bagian, yaitu; Percobaan Pendahuluan dan Percobaan Penentuan Parameter Proses Optimum. Kedua tahapan penelitian ini akan dilakukan untuk 2 (dua) jenis abu batubara yaitu abu batubara dari boiler tungku *pulverized* (Abu 1) dan abu batubara dari boiler tungku *chain grate* (Abu 2).

3.1.1 Percobaan Pendahuluan

Percobaan pendahuluan dilakukan untuk menentukan pengaruh konsentrasi larutan NaOH dalam persen pemungutan silika, sehingga didapatkan konsentrasi larutan NaOH yang optimum. Konsentrasi larutan NaOH yang akan divariasikan adalah 1 M dan 6 M. Kondisi operasi yang diterapkan untuk percobaan pendahuluan Abu 1 adalah:

a. waktu reaksi : 7 jam

- b. kecepatan pengadukan : 800 rpm
- c. suhu : 90 °C
- d. rasio mol NaOH/SiO₂ : 0,5

Percobaan dengan Abu 2 dilakukan dengan konsentrasi NaOH yang akan divariasikan adalah 0,5; 0,8; 1; 1,4; 1,6; 2; 4; dan 5 M. Kondisi operasi yang diterapkan untuk percobaan pendahuluan Abu 2 adalah:

- a. waktu reaksi : 5 jam
- b. kecepatan pengadukan : 800 rpm
- c. suhu : 50 °C
- d. rasio mol NaOH/SiO₂ : 0,5

3.1.2 Percobaan Penentuan Parameter Proses Optimum

Parameter proses yang akan dipelajari dalam percobaan penentuan parameter proses optimum adalah; rasio molar NaOH/SiO₂, kecepatan pengadukan, diameter partikel, dan suhu. Rancangan percobaan untuk *fly ash* boiler tungku *pulverized* (Abu 1) disajikan di Tabel 3.1. Sedangkan rancangan percobaan untuk campuran *fly ash* dan *bottom ash* boiler tungku *chain grate* (Abu 2) disajikan di Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Rancangan Penentuan Parameter Proses Optimum Abu 1

Percobaan	Waktu (jam)	Pengadukan (rpm)	Suhu (°C)	NaOH/SiO ₂
RUN 1	7	800	90	1
RUN 2	7	800	90	2
RUN 3	7	800	90	3
RUN 4	7	800	90	4
RUN 5	7	800	40	optimum
RUN 6	7	800	50	optimum
RUN 7	7	800	60	optimum
RUN 8	7	800	70	optimum
RUN 9	7	800	80	optimum
RUN 10	7	650	optimum	optimum
RUN 11	7	400	optimum	optimum
RUN 12	7	350	optimum	optimum
RUN 13	7	250	optimum	optimum
RUN 10	3	800	optimum	optimum
RUN 11	4	800	optimum	optimum
RUN 12	5	800	optimum	optimum
RUN 13	9	800	optimum	optimum

kondisi operasi yang diatur tetap:

- a. konsentrasi NaOH : nilai optimum dari hasil percobaan pendahuluan
- b. tekanan : 1 atmosfer
- c. ukuran abu : 200 mesh
- d. kadar air abu : tertentu

Tabel 3.2 Rancangan Penentuan Parameter Proses Optimum Abu 2

Percobaan	Diameter abu	Waktu	Suhu (°C)	NaOH/SiO ₂
RUN 1	D1	5	50	1
RUN 2	D1	5	50	2
RUN 3	D1	5	50	3
RUN 4	D1	5	50	4
RUN 5	D1	5	60	optimum
RUN 6	D1	5	70	optimum
RUN 7	D1	5	80	optimum
RUN 8	D1	5	90	optimum
RUN 9	D1	5	95	optimum
RUN 10	D1	3	optimum	optimum
RUN 11	D1	4	optimum	optimum
RUN 12	D1	7	optimum	optimum
RUN 13	D1	9	optimum	optimum
RUN 14	D2	optimum	optimum	optimum
RUN 15	D3	optimum	optimum	optimum

kondisi operasi yang diatur tetap:

- konsentrasi NaOH : nilai optimum dari hasil percobaan pendahuluan
- kecepatan pengadukan : nilai optimum dari hasil percobaan sebelumnya
- tekanan : 1 atmosfer
- kadar air abu : tertentu

3.2 Bahan Kerja dan Peralatan Penelitian

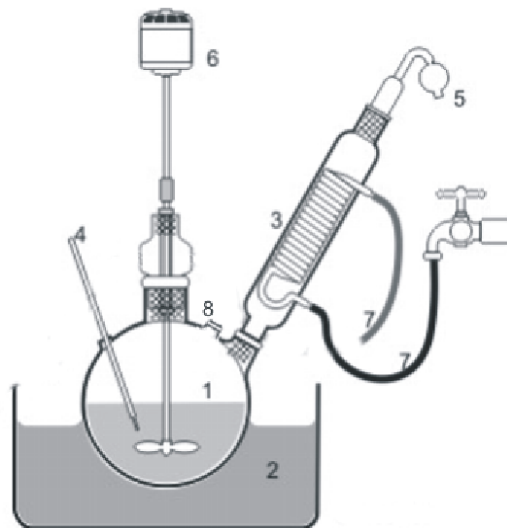
Bahan kerja yang digunakan untuk penelitian disajikan dalam Tabel 3.3. Sedangkan peralatan utama yang digunakan dalam penelitian ini disajikan di Tabel 3.4.

Tabel 3.3 Bahan Kerja

No	Bahan	Wujud	Sumber	Keterangan
1	<i>fly ash</i> batubara PLTU	serbuk	boiler tungku <i>pulverized</i> PT Indorama	Bahan kerja
2	<i>Fly ash+ bottom ash</i> industri	padatan	boiler tungku <i>chain grate</i> PT Garuda MS	Bahan kerja
3	NaOH	granular	PT Brataco	Kemurnian 98% densitas 2,13 g/cm ³
4	H ₂ SO ₄	Larutan	PT Brataco	Penetralan, 1 M
5	H ₂ C ₂ O ₄	Larutan	Laboratorium TK	Standar primer

Tabel 3.4 Peralatan Utama Penelitian

No	Peralatan	Spesifikasi
1	Reaktor labu gelas leher empat	1.000 mL dan kondensor (Gambar 3.1)
2	Pengaduk	Kecepatan maksimum 2.000 rpm
3	seperangkat penyaring buchner	
4	grinding dan ayakan	
5	Termometer	Suhu maksimal 250 °C
6	Penangas parafin	Suhu maksimal 150 °C, daya 1.000 W
7	Neraca analitis	Tipe PM 4600 FNR 34108 08204 Maksimum 1.300 gram Ketelitian 0,01 gram
8	pH meter	METHROM 632, Elektrode gelas



keterangan

1. Reaktor
2. Penangas parafin
3. Kondensor
4. Termometer
5. Tabung CaCl_2
6. Motor pengaduk
7. Selang silikon
8. Lubang pengambil sampel

Gambar 3.1 Reaktor Labu Leher Empat Berpengaduk

3.3 Prosedur Penelitian

Untuk mencapai tujuan penelitian akan dilakukan 3 (tiga) tahapan penelitian, yaitu: perlakuan awal bahan baku, pemungutan kembali silika, dan pembentukan SiO_2 padatan.

a) Perlakuan Awal Bahan Baku

Perlakuan awal bahan baku dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor fraksi magnetik dan senyawa oksida yang larut dalam air seperti Na_2O , CaO , dan K_2O . Tahapan penelitian dimulai dengan pengadaan abu batubara dari dua sumber, yaitu fly ash dari boiler tungku *pulverized* dan campuran fly ash dan bottom ash dari boiler tungku *chain grate*. Fly ash dari boiler tungku *pulverized* PLTU merupakan jenis abu yang terbanyak dihasilkan, sedangkan dari boiler industri tekstil dihasilkan fly ash dan bottom ash dalam kondisi tercampur. Abu batubara dari boiler tungku *chain grate* mempunyai ukuran besar dan tidak

seragam sehingga dilakukan pengecilan ukuran dengan grinding yang dilanjutkan dengan analisis ayakan untuk menentukan distribusi diameter abu batubara.

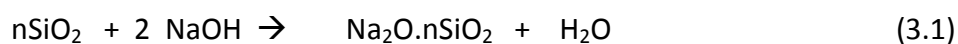
Abu batu bara mengandung beberapa pengotor yang harus dipisahkan sebelum dilakukan pemungutan kembali silika. Abu batubara mengandung pengotor yang merupakan fraksi magnetik (Fe_2O_3) yang akan dipisahkan dengan metode pemisahan secara magnetik. Abu ditimbang dan diletakkan dalam kertas selanjutnya diberi gaya magnet dari bawah kertas. Abu yang tertarik magnet akan dipisahkan dan ditimbang.

Pencucian abu batubara dilakukan untuk mengurangi kandungan oksida seperti Na_2O , CaO , dan K_2O . Pencucian dilakukan dengan penambahan air dengan perbandingan 4 : 1 terhadap massa abu batubara disertai pengadukan selama 10 menit. Pemisahan abu batubara tercuci dilakukan dengan filtrasi secara vakum sehingga didapatkan residu abu batubara. Pencucian akan diulang hingga pH larutan mendekati 7 atau netral. Residu abu batubara akan dikeringkan selama 3 jam sebelum digunakan untuk percobaan. Pengeringan ini dimaksudkan untuk mendapatkan nilai kadar air abu yang seragam di setiap percobaan yang dilakukan. Analisis abu setelah mengalami perlakuan awal yang dilakukan meliputi ukuran butiran dan komposisi kimia abu.

b) Pemungutan Kembali Silika

Proses pemungutan kembali dilakukan dengan memasukkan residu abu batubara ke dalam reaktor gelas 1 L yang sudah berisi larutan NaOH. Perbandingan volume larutan NaOH terhadap massa abu mengikuti perbandingan ratio mol reaktan NaOH terhadap SiO_2 yang akan dipelajari. Reaktor leher 4 dilengkapi dengan sistem *condensor reflux*, pengadukan, dan pemanasan dengan penangas minyak parafin. Larutan NaOH dipanaskan terlebih dulu sampai suhu yang dikehendaki sebelum dicampur dengan abu batubara.

Proses reaksi dilakukan pada kondisi tekanan atmosferik dengan suhu dan kecepatan pengadukan tertentu. Reaksi pembentukan natrium silikat yang terjadi adalah:



Reaksi tersebut akan menghasilkan senyawa $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ yang larut dalam larutan produk reaksi dan senyawa pengotor dan sisa reaktan yang berupa endapan. Selama proses reaksi akan diaduk dan diamati kecepatan pengadukan, suhu, dan pH produk reaksi.

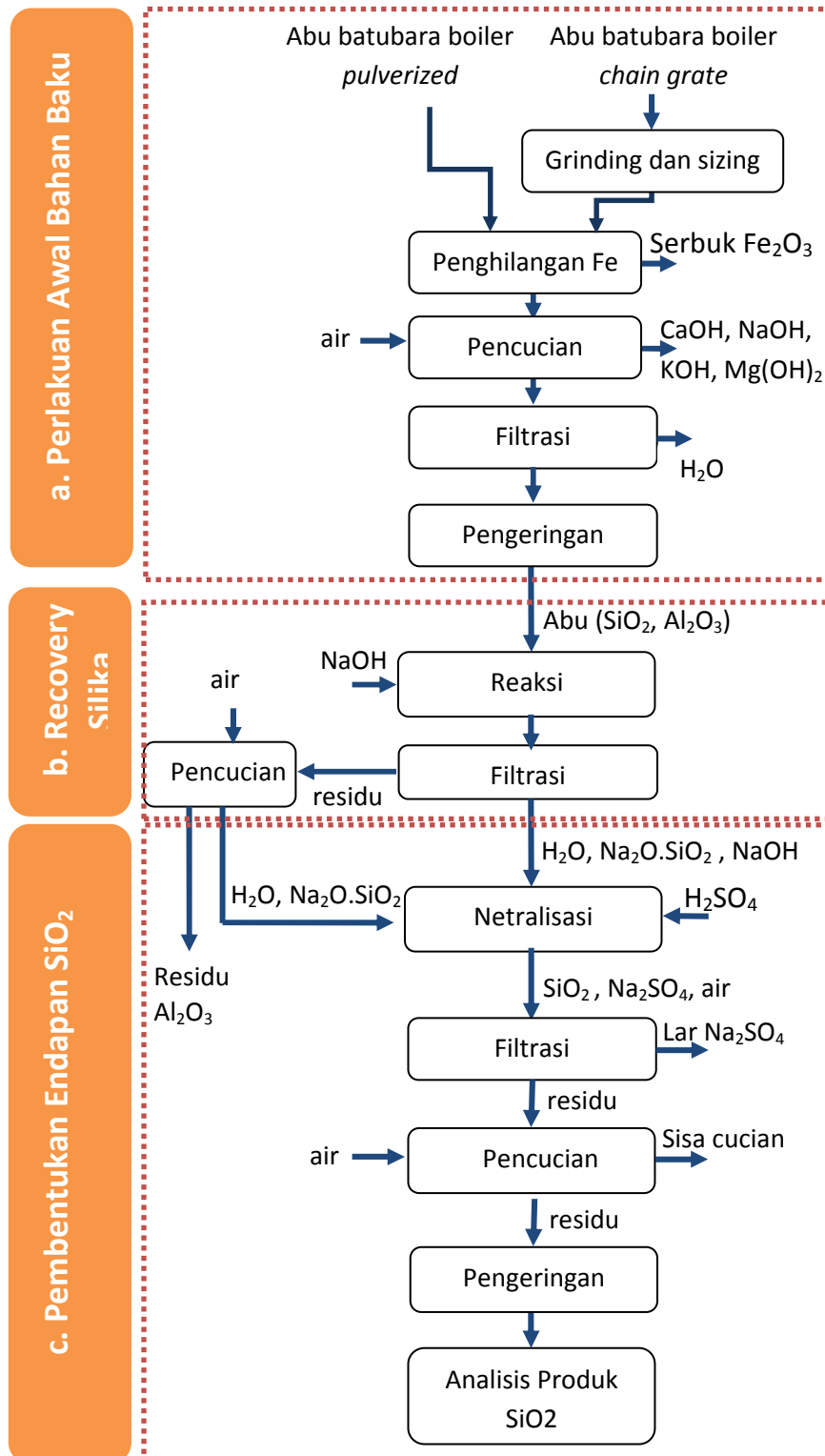
Campuran produk reaksi didinginkan dan disaring di filter vakum. Residu yang dihasilkan merupakan senyawa tidak bereaksi dan pengotor lainnya akan dilakukan pencucian. Filtrat yang terpisahkan dari penyaring buchner merupakan larutan sodium silikat. Sebagian volume filtrat diambil dan diencerkan untuk dilakukan analisis konsentrasi silika dengan metode spektrofotometri. Persen pemungutan (recovery) silika didapatkan dari perbandingan jumlah mol silika di produk cairan terhadap jumlah mol silika di bahan baku abu batubara.

c) Pembentukan Endapan SiO_2

Larutan produk reaksi akan dinetralisasi dengan penambahan H_2SO_4 1 M agar terjadi reaksi penetralan menurut persamaan reaksi:



Larutan natrium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$) dinetralkan dengan asam sulfat sampai tercapai pH 7 (netral). Silika yang dihasilkan merupakan endapan yang selanjutnya dipisahkan dengan cara penyaringan, dibilas dengan air panas, dan dikeringkan. Pengujian kandungan silika dalam produk padatan dilakukan dengan metode SNI 13-3608-1994 seperti pada saat uji silika dalam abu batubara. Tahapan percobaan disajikan di Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Bagan Alir Rancangan Percobaan

3.4 Prosedur Analisis

Metode analisis parameter proses dan kualitas produk dalam penelitian ini disajikan di Tabel 3.5.

Tabel 3.5 Metode Pengujian

No	Parameter	Metode / Peralatan
1	Komposisi abu batubara	SNI 13-3608-1994/AAS
2	Bentuk partikel	Scanning Electron Microscopic JEOL JSM 6360LA
3	Ukuran abu batubara	Analisis ayakan
4	Massa abu batubara	Neraca analitis
5	Suhu	Termometer
6	pH campuran reaksi	pH meter METHROM 632
7	SiO ₂ di produk padatan	SNI 13-3608-1994/ AAS
8	SiO ₂ di produk cairan	SMEWW 4500 SiO ₂ / Spektrofotometer HACH
9	Konsentrasi NaOH	Titration asam oksalat

3.5 Hasil yang Ingin Diperoleh

Hasil yang ingin diperoleh selama penelitian ini adalah:

- parameter rasio molar, kecepatan pengadukan, diameter partikel, dan suhu yang optimum dalam pemungutan silika menjadi natrium silikat
- pengaruh jenis abu batubara (dari boiler tungku *chain grate* dan boiler tungku *pulverized*) terhadap pemungutan silika
- persen pemungutan Natrium silikat dalam larutan produk
- kadar silika dalam padatan produk