

## BAB III METODE PENELITIAN

Pada penelitian ini dilakukan *leaching slag* titanium menggunakan HCl. Proses *leaching* dilakukan dengan beberapa variasi, diantaranya adalah variasi suhu, waktu dan konsentrasi. Setelah proses *leaching* dilakukan beberapa proses lanjutan, yaitu *digesting*, *leaching* H<sub>2</sub>O, penambahan reduktor, kristalisasi, kalsinasi dan karakterisasi. Beberapa aspek yang terdapat dalam metode penelitian adalah waktu dan tempat penelitian, alat bahan dan instrumentasi serta prosedur penelitian. Semua proses akan digambarkan secara lengkap pada bagan alir.

### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada 18 April – 31 Februari 2018 di Laboratorium Pengolahan Mineral dan di Laboratorium Metalurgi PUSLITBANG *tekMIRA* Bandung. Seluruh pengujian sampel dilakukan di Laboratorium Mineral Basah dan Laboratorium Fisika PUSLITBANG *tekMIRA*

### 3.2 Bahan, Alat dan Instrumentasi

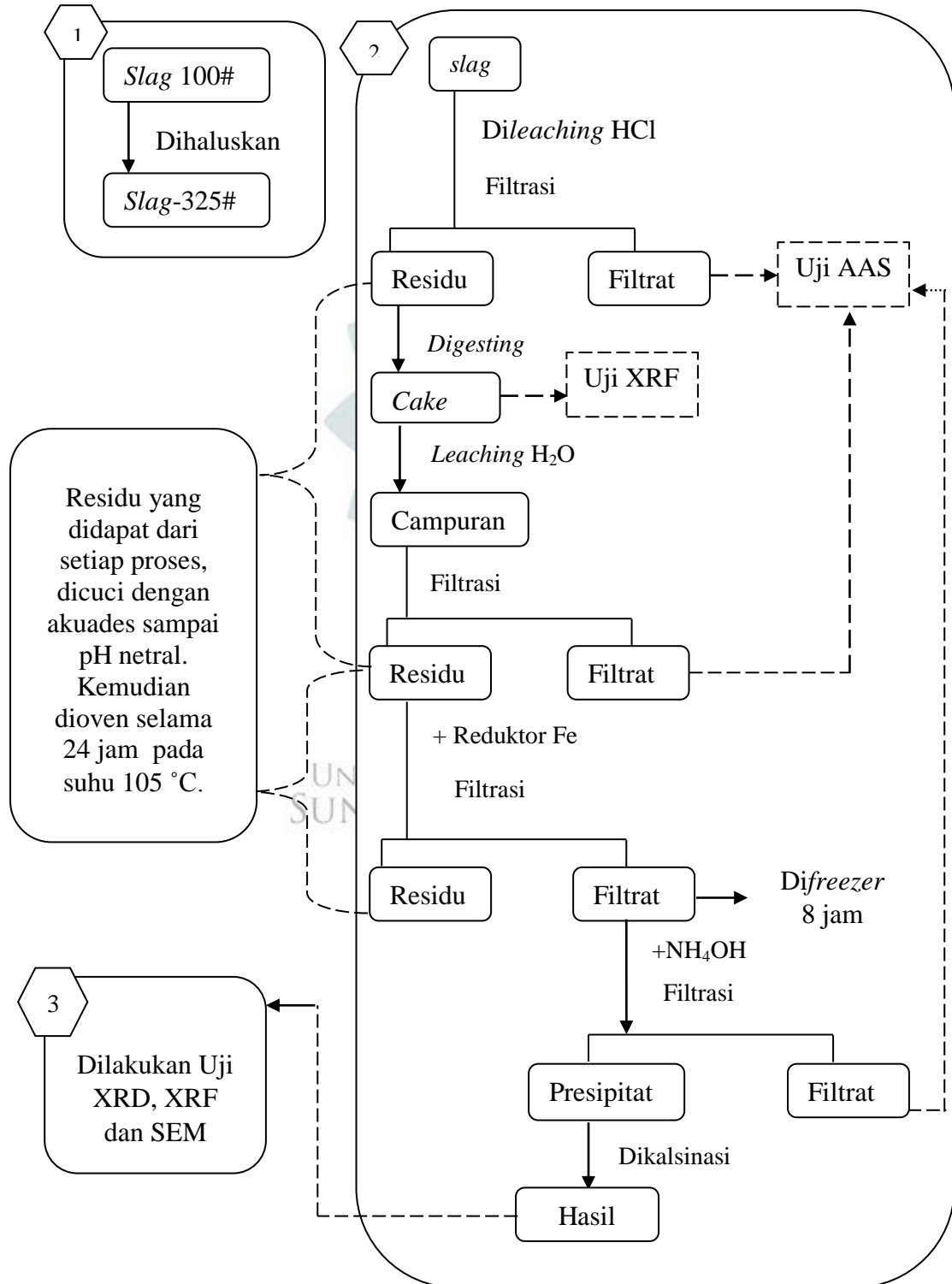
Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian adalah *slag* titanium, HCl 33%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, kertas saring Whatmann no.42, akuades, NH<sub>4</sub>OH 32%, reduktor Fe.

Alat-alat yang akan digunakan meliputi labu ukur 1000 mL, corong *Buchner*, tabung reaksi, rak tabung, batang pengaduk, gelas kimia 100 – 1000 mL, labu erlenmeyer, corong, pipet ukur 25 mL, labu leher tiga 1000 mL, termometer, kondensor, *Hot plate + stirrer*, pipet tetes, *magnetic stirrer*, botol semprot, kaca arloji, *freezer*, lumpang alu, gelas ukur 10 – 250 mL, cobek, statif dan penjepit, botol kaca 35 mL, pH universal, *furnace*, kompresor, *aluminium foil*, *vibrating cup mill*, *screening -325 mesh*, *sieve shaker*, kuas.

Instrumen yang digunakan adalah Shimadzu XRD-7000 *X-ray Diffractometer* MAXima\_, Shimadzu XRF-1800 *Sequential X-ray Fluorescence Spectrometer*, XRF *portable* X-MET5100 OXFORD Instrumen, untuk menganalisis logam – logam pada larutan digunakan AAS Varian AA 240 FS, SEM JEOL JSM 6360 LA dan Neraca Analitik Mettler Toledo XP204.

### 3.3 Prosedur

Pada penelitian ini terdiri dari 3 tahapan percobaan yaitu: preparasi sampel, perlakuan sampel dan karakterisasi. **Gambar III.1** menunjukkan skema alur penelitian secara umum.



**Gambar I.1**Rancangan alur penelitian

### 3.3.1 Preparasi Sampel

*Slag* titanium ukuran partikel 100 *mesh* diayak menggunakan *screening-325 mesh*, untuk *slag* yang tidak lolos ayakan digerus menggunakan *vibrating cup mill* dan diayak kembali. *Slag* titanium -325 *mesh* disampling dengan metode *coning quartering*, sampling ini bertujuan untuk menghomogenkan logam – logam mineral yang terdapat di dalam *slag*. *Slag* yang telah homogen ditimbang sebanyak 300 gram, kemudian *slag* dikarakterisasi dengan menggunakan XRF.

### 3.3.2 Perlakuan Sampel

*Slag* dibagi kedalam 5 plastik sampel, setiap plastik berisi 300 gram *slag* yang telah dipreparasi. Pada proses *leaching* dilakukan beberapa variasi, diantaranya adalah variasi suhu, waktu dan konsentrasi. Untuk variasi suhu *leaching* dilakukan dari 70, 75, 80, 85, 90 °C, untuk variasi waktu *leaching* dilakukan dari 1, 2, 3, 4, 5 jam dan untuk variasi konsentrasi larutan dilakukan dari 3, 4, 5, 6, 7 N. Pengenceran larutan dilakukan dari larutan induk HCl 33% yang diencerkan dalam 1000 mL.

#### 3.3.2.1 *Leaching*

Untuk proses *leaching* setiap sampel diberi kode (L1, L2, L3, L4, L5). Setiap kode mewakili variasi yang dilakukan, Secara lengkap akan ditunjukkan **Tabel I.1**.

**Tabel I.1** Data variasi sampel

Kode sampel	Suhu (°C)	Waktu (jam)	Konsentrasi (N)
L1	70	1	3
L2	75	2	4
L3	80	3	5
L4	85	4	6
L5	90	5	7

Larutan konsentrasi 3, 4, 5, 6, 7 N dimasukkan kedalam labu leher tiga 1000 mL yang telah diisi pengaduk magnetik. Larutan dituangkan dengan perlahan dan pengaduk magnetik mulai diatur pada 100 rpm selama 5 menit.

Kemudian *slag* dituangkan ke dalam labu leher tiga dalam keadaan larutan sedang mengaduk. *Slag* yang telah bercampur kemudian diatur temperaturnya, waktu *leaching* dihitung saat suhu berada tepat pada temperatur yang dituju. Sebagai contoh, untuk sampel L1 suhu campuran pada saat proses *leaching* harus berada tepat 70 °C.

Ketika proses *leaching* sedang berlangsung, dilakukan sampling sebanyak lima kali, untuk setiap variabel. Sampling ini bertujuan untuk melihat kinetika reaksi yang terjadi. Sampling dilakukan dengan menggunakan pipet volum 20 mL dibantu dengan *ball* pipet. Kemudian campuran yang telah dipipet dituangkan dalam keadaan panas ke dalam tabung reaksi yang telah dipasang corong dan kertas saring, tabung reaksi disusun di dalam rak tabung. Untuk setiap variabel, berbeda waktu samplingnya, untuk lebih rinci akan ditunjukkan pada **Tabel I.2**.

**Tabel I.2** Data waktu sampling *leaching* HCl

Kode sampel	Waktu (menit)				
SL1	15	30	40	60	75
SL2	15	30	60	90	120
SL3	15	30	60	120	180
SL4	30	60	120	180	240
SL5	60	120	180	240	300

Setelah dilakukan sampling, filtrat hasil sampling diuji AAS. Ketika proses *leaching* berakhir campuran kemudian difiltrasi dengan menggunakan corong *Buchner*, pompa vakum dan kertas saring whatmann no.42. Filtrat yang didapat diuji AAS untuk mengetahui kandungan Ti, Fe, Al, Ca, Mg, Cl<sup>-</sup>.

Residu yang didapat pada hasil *leaching* kemudian dicuci dengan akuades sampai pH netral, kemudian dioven pada suhu 105 °C selama 24 jam. Residu kering kemudian diuji XRF.

### 3.3.2.2 *Digesting*

Residu yang digunakan untuk proses *digesting* merupakan residu dengan hasil TiO<sub>2</sub> tertinggi dari 5 proses *leaching* yang telah dilakukan yaitu L5. Untuk sampel L5 dibagi menjadi 5 bagian yang dituliskan sebagai (D1, D2, D3, D4, D5).

Untuk mengoptimasi kadar  $\text{TiO}_2$  dan menghilangkan Fe yang masih tersisa, maka dilakukan *leaching* kembali dengan konsentrasi larutan HCl 7N selama 5 jam. Kemudian dilakukan uji XRF.

Residu yang telah diketahui kuantitas setiap unsurnya, kemudian dilakukan proses *digesting*. Proses *digesting* dilakukan dengan variasi konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang akan dilambangkan dengan (D1, D2, D3, D4, D5) dimulai dari konsentrasi 77, 82, 87, 92 dan 97% pada suhu  $200\text{ }^\circ\text{C}$  selama 1 jam. Setelah 1 jam, campuran menjadi *cake* atau berbentuk padatan melekat pada dasar labu leher tiga. Untuk *cake* yang terbentuk kemudian dilakukan *leaching*  $\text{H}_2\text{O}$ , akuades yang ditambahkan sebanyak 1000 mL, waktu yang digunakan pada saat *leaching*  $\text{H}_2\text{O}$  juga variatif dimulai dari 1 jam, 2 jam, 3 jam, 4 jam, 5 jam. Saat proses *leaching*  $\text{H}_2\text{O}$  berlangsung, dilakukan juga sampling sebanyak lima kali, untuk waktu sampling akan ditunjukkan pada pada **Tabel I.3**.

**Tabel I.3** Data waktu sampling *leaching*  $\text{H}_2\text{O}$

Kode sampel	Waktu (menit)				
SD1	15	30	40	60	75
SD2	15	30	60	90	120
SD3	15	30	60	120	180
SD4	30	60	120	180	240
SD5	60	120	180	240	300

Setelah dilakukan sampling, filtrat hasil sampling diuji AAS. Campuran kemudian difiltrasi. Filtrat akhir proses yang didapat juga diuji AAS untuk mengetahui kadar Ti, Fe, Al, Ca, Mg,  $\text{SO}_4^-$  yang terkandung, untuk residunya dicuci sampai pH netral dan dioven pada suhu  $105^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Residu kering kemudian diuji XRF.

### 3.3.2.3 Reduksi

Setelah proses *digesting*, Filtrat yang diperkirakan mengandung banyak  $\text{TiO}_2$  kemudian ditambahkan reduktor Fe. 5 filtrat yang didapat diberi kode (R1, R2, R3, R4, R5). Untuk filtrat R1, R2, R3, R4, R5, masing – masing diberi reduktor sebanyak 5 gram. Penambahan reduktor Fe dilakukan pada gelas kimia 1500 mL yang telah dimasukkan pengaduk magnetik, pengadukan dilakukan

selama 1 jam. Campuran kemudian difiltrasi, untuk Filtrat dilakukan uji AAS dan untuk endapan Fe tidak dilakukan pengujian.

#### 3.3.2.4 Kristalisasi

Filtrat yang telah direduksi kemudian dikristalisasi dengan cara didinginkan di dalam *freezer* selama 12 jam. Kristal yang terbentuk kemudian disaring menggunakan kertas saring.

#### 3.3.2.5 Presipitasi

Filtrat yang diberi kode (P1, P2, P3, P4, P5) yang telah direduksi kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  32% sampai pH 9, 10, 11, 12, 13. Endapan yang terbentuk ini dicuci dengan akuades dan dioven pada suhu  $105\text{ }^\circ\text{C}$  selama 8 jam. Filtrat yang didapat kemudian diuji AAS. Sedangkan, Endapan atau residu yang telah kering dilakukan kalsinasi.

#### 3.3.2.6 Kalsinasi

Residu yang didapat dari proses presipitasi kemudian diletakkan pada cobek yang terbuat dari tanah liat dan dikalsinasi pada suhu  $900\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Pada proses kalsinasi, diberi kode (K1, K2, K3, K4, K5).

Residu yang telah dikalsinasi lalu digerus menggunakan lumpang alu sampai ukuran partikel berukuran  $-200\text{ mesh}$  dan untuk residu yang telah halus dilakukan pengujian XRF, XRD, dan SEM.

### 3.4 Karakterisasi

Instrumen yang digunakan pada saat karakterisasi adalah AAS, XRD, XRF dan SEM. Untuk residu dengan kode sampel (L1, L2, L3, L4, L5), (D1, D2, D3, D4, D5), (R1, R2, R3, R4, R5) dilakukan uji XRF. Kemudian untuk filtrat dengan kode sampel (L1, L2, L3, L4, L5), (D1, D2, D3, D4, D5) dan (P1, P2, P3, P4, P5) dilakukan uji AAS. Dan untuk sampel dengan kode (K1, K2, K3, K4, K5) dilakukan pengujian XRD, XRF dan SEM.