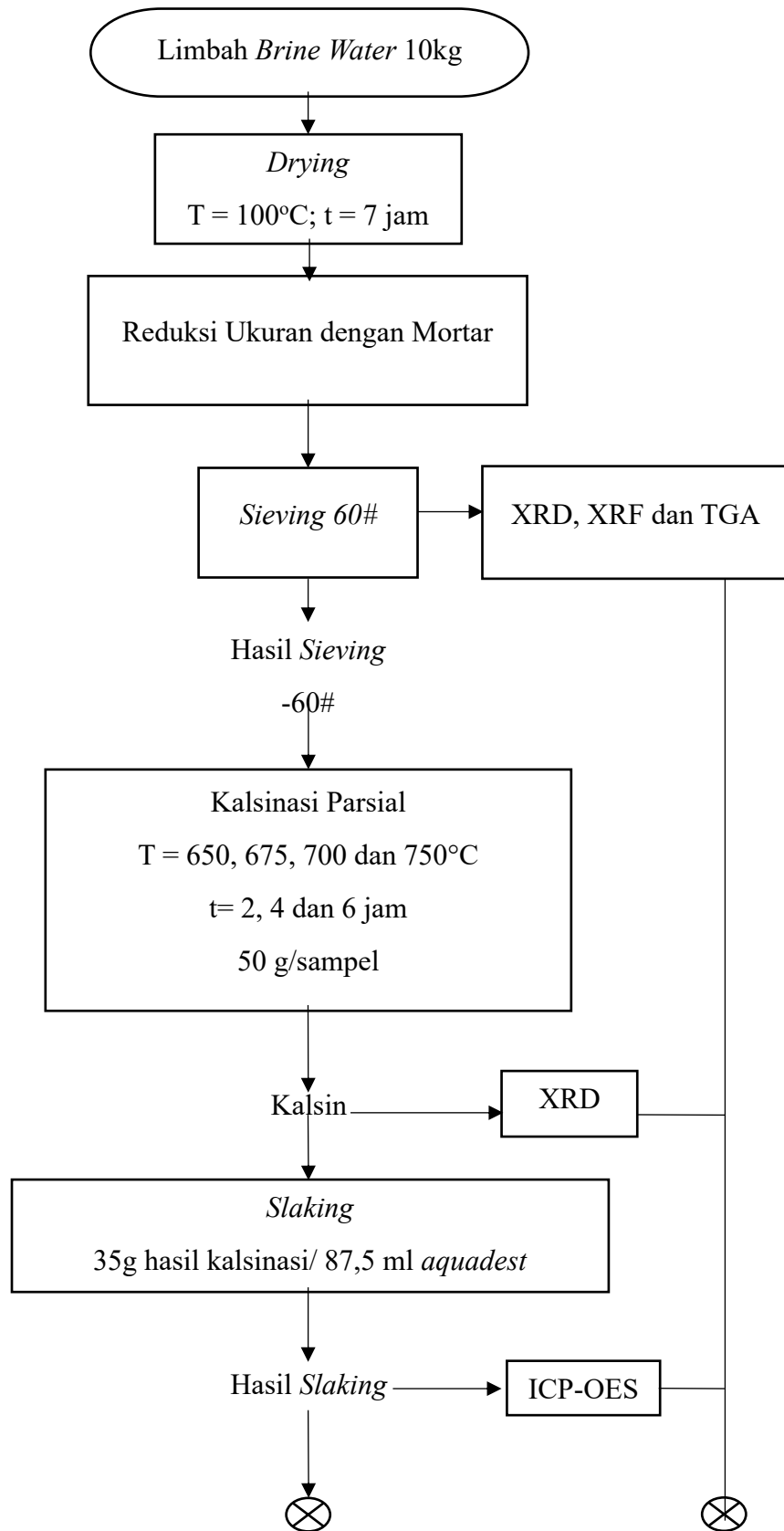


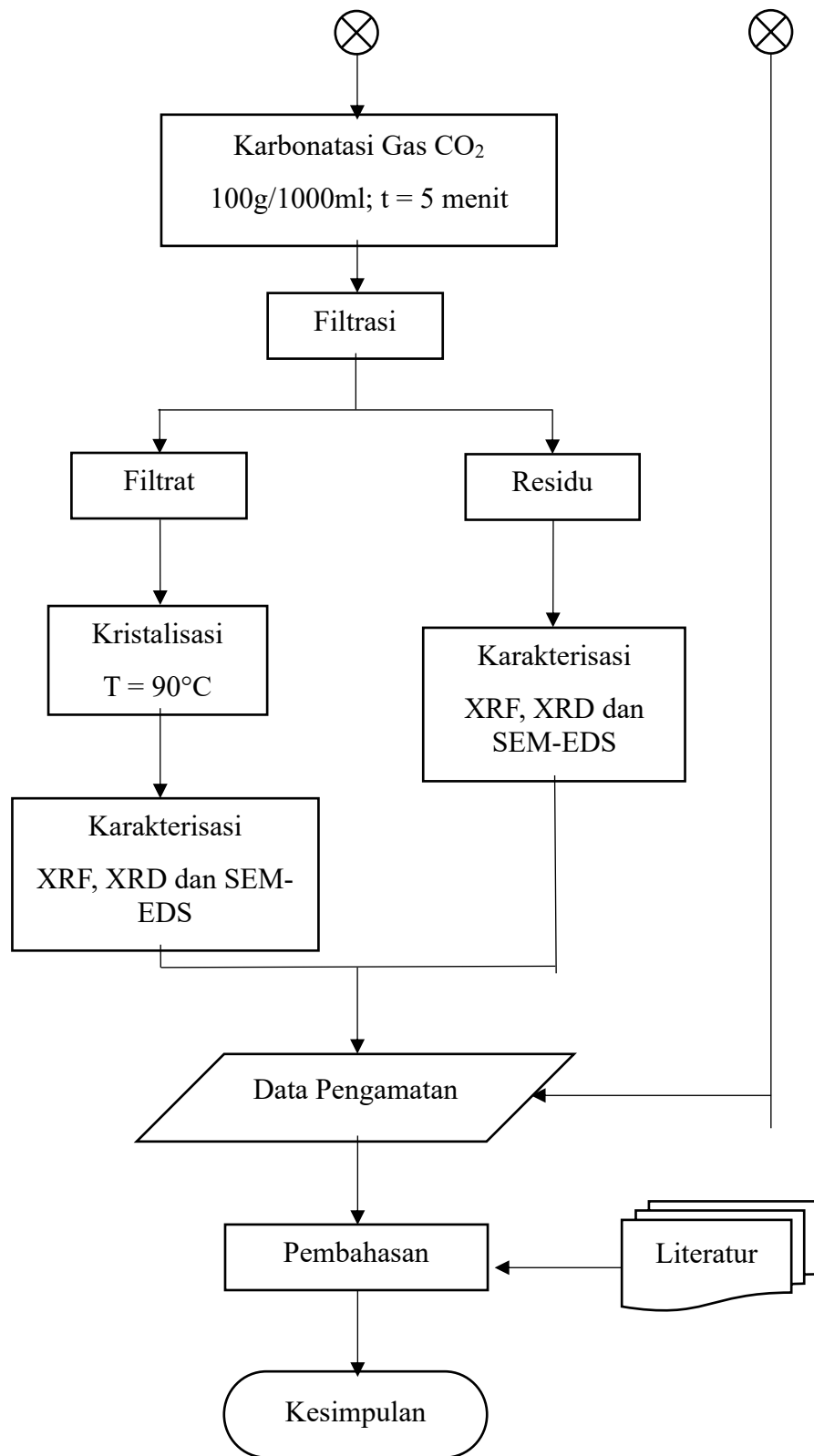
BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Diagram Alir Penelitian

Penelitian pemisahan logam magnesium magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang dengan metode kalsinasi parsial dilakukan dalam beberapa proses dimulai dari preparasi limbah hasil pengolahan *brine water* yang bertujuan mereduksi ukuran dan penghilangan kandungan air. Proses selanjutnya adalah karakterisasi sampel awal hasil dari preparasi dikarakterisasi dengan metode DTA-TGA, XRD dan XRF untuk mengetahui kandungan dan keadaan awal sampel. Setelah itu, dilakukan karakterisasi DTA-TGA, XRD dan XRF dilanjutkan proses kalsinasi parsial, dan hasilnya dari kalsinasi parsial tersebut akan dilakukan karakterisasi XRD. Setelah proses kalsinasi parsial dilakukan proses *salking* dan hasilnya dikarakterisasi ICP-OES. Tahap berikutnya dilakukan penambahan gas CO₂ atau karbonatasi pada hasil *salking* yang mana hasil dari karbonatasi akan dilakukan filtrasi. Residu hasil filtrasi dilakukan karakterisasi XRF sedangkan filtratnya dilakukan proses kristalisasi. Kristal yang dihasilkan dikarakterisasi dengan metode XRD dan XRF. Sampel limbah *brine water* pada penelitian ini merupakan sampel limbah hasil pengolahan litium. Diagram alir penelitian pemisahan logam magnesium magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang menggunakan metode kalsinasi parsial ditunjukkan pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat yang Digunakan

Adapun alat-alat yang digunakan mencakup alat-alat yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada Tabel 3.1 dan alat-alat karakterisasi yang dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Alat-alat yang Digunakan dalam Penelitian

No	Nama Alat	No	Nama Alat
1.	Ayakan #60	14.	Mortar
2.	Botol plastik 100ml	15.	<i>Muffle furnace</i>
3.	Batang pengaduk	16.	Neraca digital
4.	<i>Bulb</i>	17.	Oven
5.	Cawan porselin	18.	pH meter
6.	Corong	19.	Pipet tetes
7.	Erlenmeyer 1000 mL	20.	Pipet volume
8.	Gelas beker 100, 250, 500 2000 mL	21.	Sarung tangan latex
9.	Gelas ukur 10,50,100.1000mL	22.	Sarung tangan tahan panas
10.	<i>Hot plate</i>	23.	<i>Magnetic bar</i>
11.	Kaca arloji	24.	Spatula
12.	Kertas saring	25.	Tang penjepit
13.	Labu ukur 50,100mL	26.	Termometer

Tabel 3.2 Alat-alat Karakterisasi yang Digunakan dalam Penelitian

No	Nama Alat
1.	Alat Karakterisasi DTA-TGA NETZSCH STA 449F3
2.	Alat Karakterisasi ICP-OES merek Agilent
3.	Alat Karakterisasi XRD PANanalytical ARIES
4.	Alat Karakterisasi XRF Rigaku Next CG1291
5.	Alat Karakterisasi SEM-EDS JSM-IT200

3.2.2 Bahan-bahan yang Digunakan

Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini berupa bahan baku dan bahan pendukung lainnya ditunjukkan pada Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Bahan-bahan yang Digunakan dalam Penelitian

No	Nama Bahan
1.	Asam Klorida (HCl) p.a 97%
2.	Asam Nitrat (HNO ₃) p.a 65%
3.	Aquades
4.	Gas CO ₂
5.	Kertas Saring
6.	Limbah <i>Brine Water</i>

3.3 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian yang dilakukan dalam pemisahan logam magnesium dari limbah *brine water* Gunung Panjang menggunakan metode kalsinasi parsial melalui

beberapa tahapan proses diantaranya proses preparasi sampel, kalsinasi parsial, *slaking*, karbonatasi dan kristalisasi. Penelitian dilakukan di Pusat Penelitian Metalurgi dan Material-Badan Riset dan Inovasi Negara (BRIN) Serpong.

3.3.1 Preparasi Sampel

Pada penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah limbah *brine water* yang berasal dari sumber mata air panas Ciseeng Gunung Panjang, Kabupaten Bogor. Bahan baku penelitian ini merupakan limbah hasil penelitian yang dilakukan Lalasari, dkk (2017) ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Limbah Hasil Pengolahan *Brine Water*

Tahap preparasi sampel merupakan proses awal yang dilakukan pada penelitian ini, berfokus untuk menghilangkan air dan memperkecil ukuran. Penghilangan kadar air berfungsi agar air tidak ikut terkalsinasi dan mempermudah dalam pengecilan ukuran. Limbah *brine water* berbentuk seperti *clay* yang mana jika masih terkandung air di dalamnya akan

menyebabkan sampel menempel pada *siever*. Pengecilan ukuran bertujuan untuk mendapatkan ukuran yang optimal 60 *mesh* berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Sulistiyono, 2013. Untuk mendapatkan ukuran yang sesuai, limbah *brine water* diperkecil ukurannya menggunakan *mortar* lalu dilanjutkan dengan *sieving* menggunakan *screen* ukuran 60#. Limbah *brine water* yang sudah mencapai ukuran -60# selanjutnya akan dilakukan karakterisasi DTA-TGA, XRD dan XRF. Proses pengecilan ukuran ditunjukkan pada Gambar 3.3.

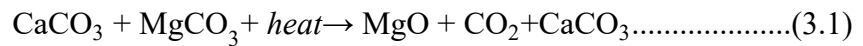


Gambar 3.3 Proses Reduksi Ukuran Sampel

3.3.2 Tahapan Kalsinasi Parsial

Proses kalsinasi pada limbah *brine water* bertujuan untuk mendekomposisi $MgCO_3$ menjadi MgO . Kalsinasi parsial menurut H. Gelai et.all, (2007) yaitu kalsinasi separuh atau tidak seluruh unsur terkalsinasi, misalnya pada penelitian ini yang mana unsur magnesium akan terkalsinasi dan kalsium tidak terkalsinasi. Sesuai penelitian H. Gelai et.all, (2007) salah satu keuntungan kalsinasi parsial dapat memisahkan MgO dengan CaO lebih

awal. Reaksi kalsinasi parsial diharapkan terbentuk MgO sedangkan CaO diharapkan tidak terbentuk. Persamaan reaksi kalsinasi parsial dapat dituliskan sebagai berikut:



Kalsinasi parsial pada limbah *brine water* mengacu pada penelitian yang dilakukan Sulistoyono, (2013) tentang kalsinasi mineral dolomit Lamongan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pembentukan MgO mulai terbentuk pada temperatur 700°C, sedangkan ketika temperatur 900°C proses kalsinasi telah terjadi secara sepenuhnya. Oleh sebab pada penelitian saat ini variasi proses kalsinasi pada temperatur 650, 675, 700 dan 750°C. Rentan waktu lamanya kalsinasi adalah 2, 4, dan 6 jam. Hasil kalsinasi parsial selanjutnya dilakukan XRD untuk mengetahui pembentukan fasa MgO dan CaCO₃. Proses kalsinasi parsial ditunjukkan pada Gambar 3.4



Gambar 3.4 Tahapan Proses Kalsinasi Parsial

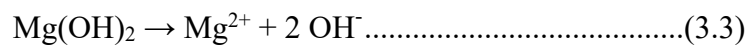
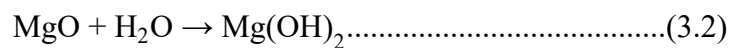
3.3.3 Tahapan Proses *Slaking*

Proses *slaking* merupakan proses pembentukan magnesium hidroksida dari reaksi magnesium oksida dengan air. Proses *slaking* merupakan tahapan proses yang sering dilewatkan pada proses pembuatan magnesium dan kalsium karbonat dari limbah *brine water*, hal ini karena proses tersebut hanya menambahkan air pada hasil kalsinasi. Proses *Slaking* ditunjukkan pada Gambar 3.5.



Gambar 3.5 Tahapan Proses *Slaking*

Proses *slaking* terhadap proses kalsinasi dilakukan dengan melarutkan hasil kalsinasi dengan air. Persamaan reaksi dalam proses *slaking* adalah sebagai berikut:



Rasio penambahan air mulai dari 35 g kalsin dengan 87,5 ml *aquadest*. Lalu dilakukan proses pengukuran pH pada larutan yang diambil dari proses *slaking*, jika pH larutan tinggi maka terbukti terbentuk larutan $\text{Mg}(\text{OH})_2$

karena ion Mg^{2+} meningkatkan pH dari netral menjadi sekitar 13. Pengujian ICP-OES dilakukan terhadap larutan hasil proses *slaking* untuk mengetahui kadar Ca dan Mg.

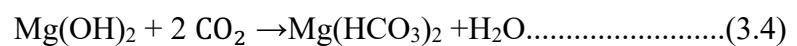
3.3.4 Tahapan Proses Karbonatasi

Proses karbonatasi merupakan proses terbentuknya larutan magnesium bikarbonat yang berasal dari magnesium hidroksida hasil proses *slaking* dengan penambahan gas CO_2 [1]. Proses karbonatasi ditunjukkan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Tahapan Proses Karbonatasi

Berikut merupakan reaksi proses karbonatasi dengan tujuan untuk membentuk magnesium bikarbonat:

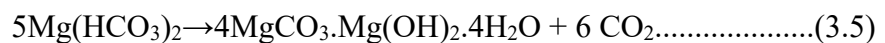


Pada tahapan ini magnesium bikarbonat dalam bentuk larutan dapat dipisahkan dengan padatan $CaCO_3$ yang tidak beraksi, disebabkan oleh

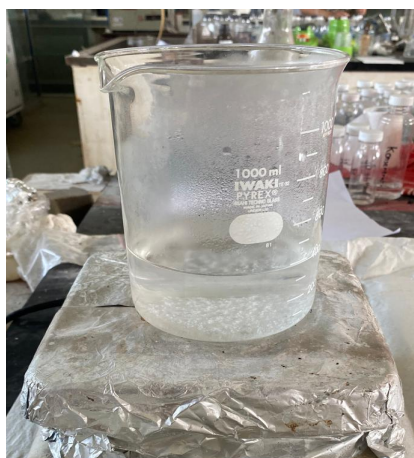
kelarutan magnesium hidroksida dalam air rendah yaitu nilai KSP untuk magnesium hidroksida 9×10^{-12} maka pada proses ini larutan magnesium hidroksida yang digunakan cukup encer yaitu dengan konsentrasi larutan 9,09%. Pada penelitian ini digunakan adalah konsentrasi larutan magnesium hidroksida yang rendah yaitu 100 g / 1.000 ml. Penambahan magnesium hidroksida dari hasil *slaking* dilakukan dalam bentuk bubuk lumpur bukan dalam bentuk padatan yang kering.

3.3.5 Tahapan Proses Kristalisasi

Setelah terbentuk larutan magnesium bikarbonat maka proses selanjutnya adalah proses kristalisasi dengan cara pemanasan hingga terbentuk kristal *basic hydromagnesit*. Adapun reaksi pengendapan adalah sebagai berikut:



Proses Kristalisasi dilakukan menggunakan *hotplate* dengan temperatur 90 dan agitasi menggunakan *magnetic bar* dengan kecepatan 40-50 RPM. Proses kristalisasi ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Tahapan Proses Kristalisasi

Kristal yang hasil proses kristalisasi yaitu *basic hydromagnesit* selanjutnya akan dikeringkan untuk menghilangkan air yang ada dalam material tersebut sehingga dihasilkan magnesium karbonat.

3.4 Karakterisasi

3.4.1 Karakterisasi DTA-TGA (Differential Thermal Analysis /Thermogravimetry Analysis)

Karakterisasi DTA-TGA merupakan analisis yang menggunakan perbedaan temperatur sampel dan referensi untuk menganalisis perubahan sifat fisik dan kimia. Analisis DTA didasarkan pada perubahan kandungan panas akibat perubahan temperatur dan titrasi termometrik. Pengujian DTA-TGA dilakukan dengan standar ASTM C1113-99. Alat Karakterisasi DTA-TGA ditunjukkan pada Gambar 3.8



Gambar 3.8 Alat Karakterisasi DTA-TGA [27]

Spesimen limbah *brine water* dipersiapkan dengan ukuran -60# untuk dilakukan karakterisasi. Selanjutnya mengukur perbedaan temperatur antara sampel dan referensi yang dihubungkan secara berlawanan dengan

termokopel. Berikutnya sampel dipanaskan dengan temperatur 1000°C dan mengalami dekomposisi. Selanjutnya akan diperoleh data temperatur terjadinya reaksi pada sampel.

3.4.2 Karakterisasi ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry*)

Karakterisasi ICP-OES merupakan karakterisasi yang berfungsi untuk mengetahui kadar logam multi-unsur pada sampel cairan. Prinsip kerja ICP-OES adalah menembakan plasma yang di dalam plasma terdapat atom dalam keadaan terionisasi. ICP-OES dilakukan berdasarkan standar ASTM D 8088-16. Alat karakterisasi ICP-OES ditunjukkan pada Gambar 3.9.



Gambar 3.9 Alat Karakterisasi ICP-OES

Spesimen limbah *brine water* dicampur dengan *aqua regia* untuk melarutkan logam-logam pada sampel. Menurut Setyoningrum T. S. 2020 [17] *aqua regia* adalah larutan yang terbuat dari campuran asam klorida (HCl) dan asam nitrat (HNO₃) dengan perbandingan 3:1. Sampel yang telah dilakukan *aqua regia* diencerkan 10, 100 dan 1000 kali pengenceran. Lalu, disiapkan larutan standar multi dan Mn 5ppm yang berfungsi untuk

melakukan kalibrasi pada alat ICP-OES. Selanjutnya mesin ICP-OES dinyalakan sesuai indikator pada tabung dan sampel dimasukkan ke dalam *nebulizer*. Selanjutnya akan memperoleh data karakterisasi ICP-OES yang memperlihatkan logam-logam yang terkandung dalam larutan dalam satuan *part per milion* (PPM).

3.4.3 Karakterisasi XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD berfungsi untuk mendeteksi dan menganalisis struktur kristal pada suatu material. ASTM F3419-22 merupakan standar XRD yang digunakan pada penelitian ini. Prinsip kerja XRD memanfaatkan interaksi antara sinar-X dengan atom yang dalam sebuah sistem kristal. Ketika sinar-X bertemu dengan struktur kristal dari sampel, sinar tersebut akan mengalami difraksi. Ini berarti sinar-X akan dan dibiaskan oleh bidang kristal. Alat Karakterisasi XRD ditunjukkan pada Gambar 3.10



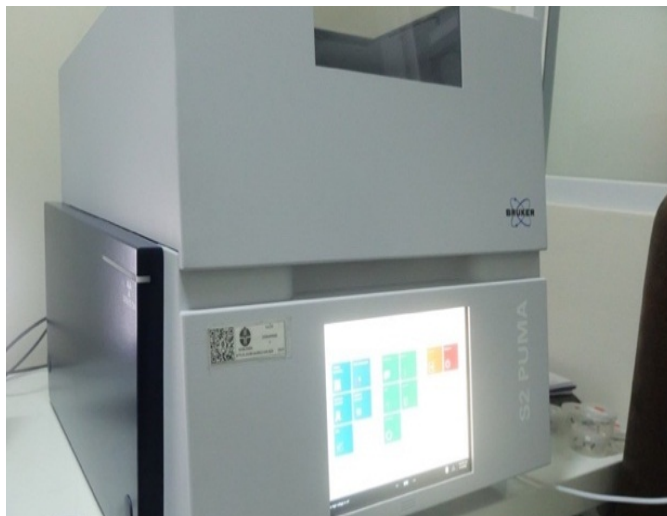
Gambar 3.10 Alat Karakterisasi XRD

Prosedur karakterisasi XRD adalah sampel diletakkan di dalam perangkat XRD yang dilengkapi dengan sinar-X. Sampel yang telah

diletakkan dalam XRD selanjutnya ditembakkan sinar-X yang berinteraksi dengan atom pada mineral yang akan menghasilkan pola difraksi yang berbeda. Selanjutnya data hasil karakterisasi akan dianalisis menggunakan *software High Score Plus* (HSP) 2012 dan selanjutnya hasil HSP dibuat grafik pada *software origin*.

3.4.4 Karakterisasi XRF (*X-Ray Fluorescence*)

Karakterisasi XRF berfungsi untuk mengetahui komposisi kimia dan logam apa saja yang terkandung pada sampel. Prinsip kerja XRF adalah menembakkan sinar-X sehingga atom dapat menghasilkan fluoresensi. Standar pengujian XRF yang digunakan adalah ASTM E1621. Alat Karakterisasi XRF ditunjukkan pada Gambar 3.11.



Gambar 3.11 Alat Karakterisasi XRF

Prosedur karakterisasi XRF diawali dengan mempersiapkan sampel. Berikutnya sampel diletakan di *holder* lalu bagian atas dan bawah sampel ditutup menggunakan plastik transparan. Sampel dimasukkan ke dalam mesin

XRF untuk dilakukan karakterisasi. Selanjutnya data hasil karakterisasi diperoleh dalam bentuk tabel yang menampilkan persentase kandungan logam pada sampel.

3.4.5 Karakterisasi SEM-EDS (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*)

Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan salah satu karakterisasi yang bertujuan untuk mengetahui struktur morfologi permukaan suatu bahan dengan pembesaran, sedangkan *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (EDS) merupakan untuk menganalisis komposisi kimia pada dari sampel yang telah dilakukan pengamatan SEM. ASTM E1382-97 merupakan standar pengujian yang dilakukan pada penelitian ini. Pada penelitian ini sampel kristal filtrat karbonatasi dan residu karbonatasi merupakan sampel yang dilakukan analisis SEM-EDS sebanyak 1 gram. Karakterisasi SEM-EDS dilakukan di Laboratorium Polimer - BRIN Serpong. Alat karakterisasi SEM-EDS ditunjukkan pada Gambar 3.12.



Gambar 3.12 Alat Karakterisasi SEM-EDS [28]

3.5 Keterangan Sampel

Berikut ini merupakan keterangan sampel yang terdapat pada hasil dan pembahasan dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3.4 Keterangan Sampel Kalsinasi

Waktu Kalsinasi (jam)	650°C	675°C	700°C	750°C
Temperatur (°C)				
2 jam	K-A1	K-A2	K-A3	K-A4
4 jam	K-B1	K-B2	K-B3	K-B4
6 jam	K-C1	K-C2	K-C3	K-C4