

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu, Lokasi, dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Hidro-Elektro Metalurgi, Badan Riset dan Inovasi Nasional (BRIN) Pusat Riset Teknologi Mineral – Lampung Selatan, yang berlangsung dari bulan Januari hingga Oktober 2025

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-Alat yang Digunakan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian yang terdiri dari alat-alat karakterisasi, alat-alat proses, dan alat-alat pendukung selama penelitian masing-masing dapat dilihat pada Tabel 3.1, Tabel 3.2, dan Tabel 3.3.

Tabel 3. 1 Alat-Alat Karakterisasi yang Digunakan Dalam Penelitian

No.	Nama Alat
1.	<i>Orion Star T900 Series Automated Titration</i>
2.	<i>PANalytical Epsilon 4 XRF</i>
3.	<i>PANalytical X'Pert3 Powder XRD</i>
4.	<i>ThermoFischer Scientific iCAP RQplus ICP-MS</i>
5.	<i>Thermo Scientific Quattro FESEM</i>

Tabel 3. 2 Alat-Alat Proses yang Digunakan Dalam Penelitian

No.	Nama Alat	No.	Nama Alat
1.	<i>Davis Tube Tester</i> OTB-602		<i>Muffle Furnace</i> Nabertherm
2.	<i>Disc Mill Retch</i> RS 200	6.	<i>Oven</i> LDO – 250N
3.	<i>Divider Sampling</i> PT 100	7.	<i>Sieve Shaker Retch</i>
			<i>Klopfsiebmaschine</i> AS 200 tap
4.	<i>Hot Plate</i> IKA C-MAG HS 7	8.	<i>V-Shaped Laboratorium Mixer</i>

Tabel 3. 3 Alat-Alat Pendukung yang Digunakan Dalam Penelitian

No.	Nama Alat	No.	Nama Alat
1.	Ayakan 200# dan 325#	14.	Krusibel Grafit
2.	Baskom Kotak	15.	Kuas
3.	Bata Tahan Api	16.	Labu Ukur 100 dan 1000 ml
4.	Batang Pengambil <i>Stirrer Bar</i>	17.	Media Pendingin
5.	Botol Semprot	18.	<i>Mesin Polishing Grinding</i>
6.	Cawan Keramik 50 ml	19.	<i>Mounting Cup</i>
7.	Corong	20.	Neraca Digital Analitik
8.	Desikator	21.	Palu
9.	Erlenmeyer 250 ml	22.	Pipet <i>Pump</i>
10.	<i>Face Shield</i>	23.	Pipet Tetes
11.	Gelas Beker 100 dan 300 ml	24.	Pipet Ukur 2 ml
12.	Kertas Saring	25.	Piring Keramik
13.	Kertas Timbang	26.	Sarung Tangan <i>Safety</i>

Tabel 3.3 Lanjutan

No.	Nama Alat	No.	Nama Alat
27.	<i>Shield Quartz</i>	29.	<i>Stirrer Bar</i>
28.	Spatula	30.	Tang Krusibel

3.2.2 Bahan-Bahan yang Digunakan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian dapat dilihat pada Tabel

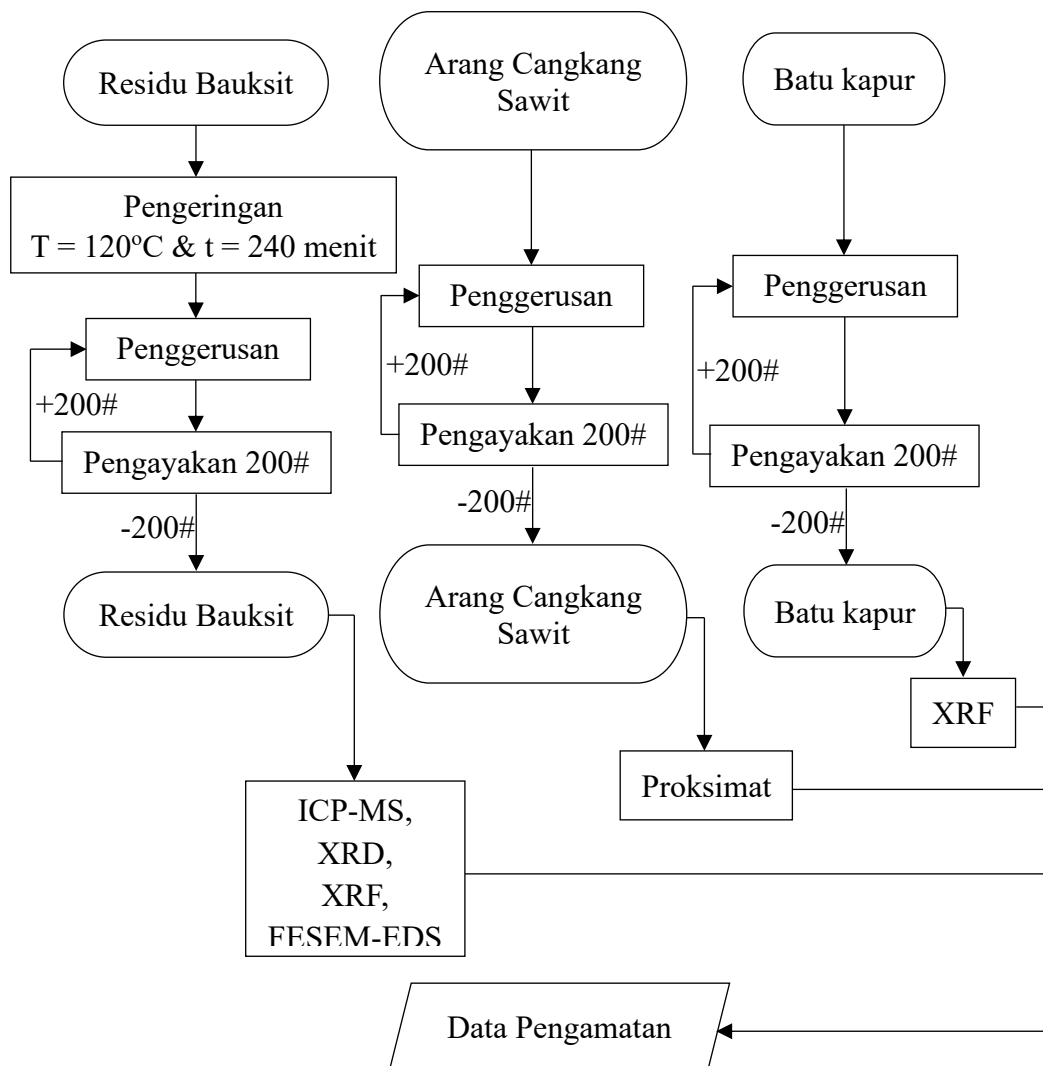
3.4.

Tabel 3. 4 Bahan-Bahan yang Digunakan Dalam Penelitian

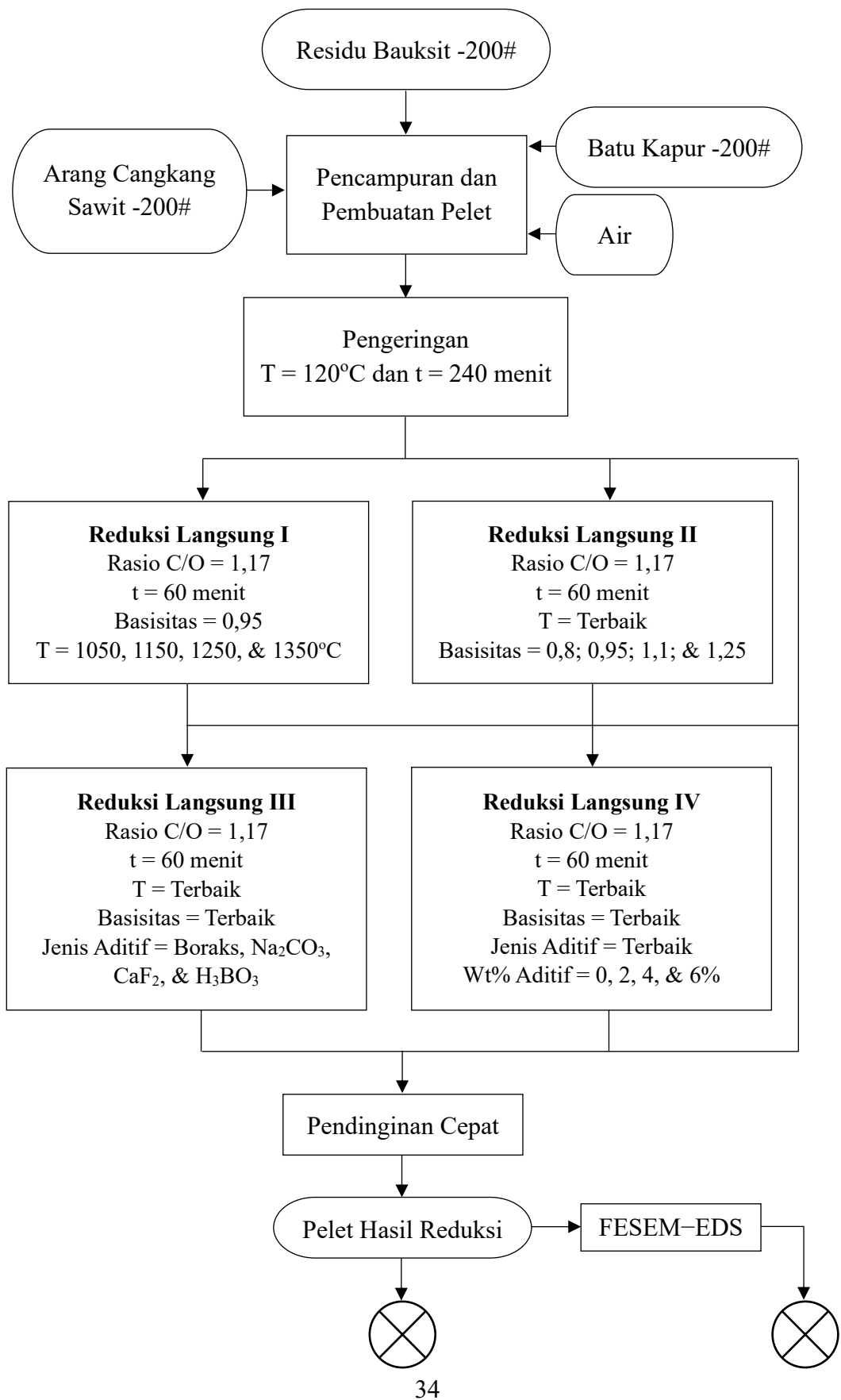
No.	Nama Bahan	No.	Nama Bahan
1.	Amplas	11.	Besi (III) Klorida Hexahidrat ($(\text{FeCl}_3)_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
2.	Aquades	12.	<i>Clarocit Powder</i>
3.	Arang Cangkang Sawit	13.	<i>Clarocit Liquid</i>
4.	Asam Borat (H_3BO_3)	14.	Kalium Dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)
5.	Asam Fosfat (H_3PO_4) 85%	15.	Kalsium Fluorida (CaF_2)
6.	Asam Klorida (HCl) 37%	16.	Merkuri (II) Klorida (HgCl_2)
7.	Asam Sulfat (H_2SO_4) 98%	17.	Natrium Karbonat (Na_2CO_3)
8.	<i>Barium Diphenylamine Sulphonate Indicator</i>	18.	Natrium Sulfat (NaSO_4)
9.	Batu Kapur	19.	Residu Bauksit
10.	Boraks ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)	20.	Timah (II) Klorida (SnCl_2)

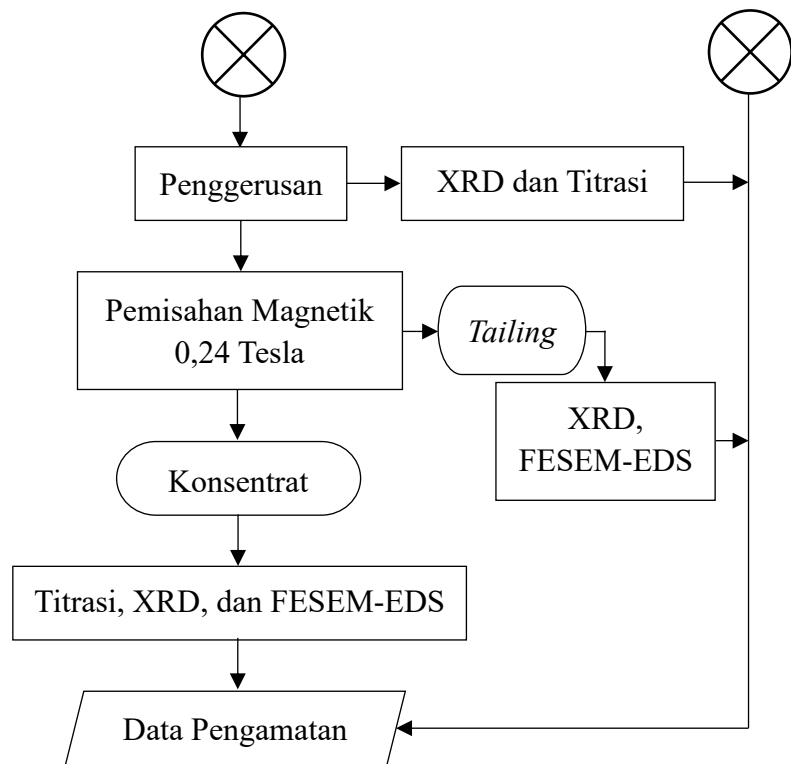
3.3 Diagram Alir Penelitian

Penelitian ekstraksi logam besi dari residu bauksit dengan proses reduksi langsung dan pemisahan magnetik. Proses reduksi langsung dilakukan dengan memvariasikan temperatur reduksi langsung, basisitas, jenis aditif, dan persen berat aditif. Diagram alir prosedur penelitian yang dilakukan ini terbagi menjadi dua tahapan, yaitu preparasi bahan, proses reduksi langsung dan pemisahan magnetik yang dapat dilihat pada Gambar 3.1 dan Gambar 3.2.



Gambar 3. 1 Diagram Alir Preparasi Bahan





Gambar 3. 2 Diagram Alir Proses Reduksi Langsung dan Pemisahan Magnetik

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi Bahan Utama

Bahan utama yang digunakan terdiri dari residu bauksit, arang cangkang sawit dan batu kapur. Residu bauksit dikeringkan menggunakan *oven* pada temperatur 120°C selama 240 menit. Residu bauksit yang telah kering, arang cangkang sawit, dan batu kapur dilakukan proses penggerusan untuk mereduksi ukuran partikel menggunakan *disc mill* dan dilanjutkan proses pengayakan menggunakan alat *sieve shaker* dan ayakan ukuran 200# sehingga diperoleh ukuran yang seragam yaitu -200#. Proses penggerusan dan pengayakan pada residu bauksit, arang cangkang sawit, dan batu kapur dapat dilihat pada Gambar 3.3.



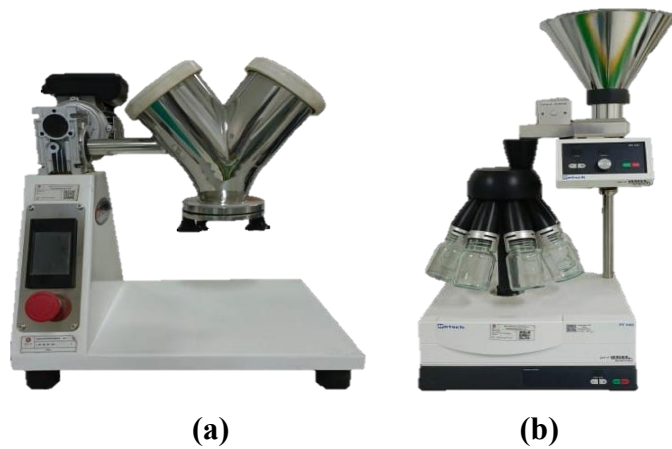
(a)



(b)

Gambar 3. 3 Proses (a) Penggerusan dan (b) Pengayakan

Setelah didapatkan serbuk residu bauksit dan batu kapur dengan ukuran -200#, masing-masing serbuk residu bauksit dan batu kapur dihomogenisasi secara terpisah menggunakan *V-Shaped Laboratory Mixer* selama 5 menit bertujuan menghasilkan campuran yang seragam dengan distribusi ukuran partikel atau komposisi yang merata. Selanjutnya, masing-masing serbuk residu bauksit dan batu kapur dilakukan proses *sampling* menggunakan *divider sampling* yang bertujuan untuk mendapatkan sampel yang representatif dari keseluruhan dari residu bauksit dan batu kapur. Masing-masing bahan dilakukan karakterisasi, yaitu residu bauksit menggunakan XRD, XRF, dan ICP-MS, sedangkan batu kapur dilakukan karakterisasi menggunakan XRD dan XRF, serta arang cangkang sawit dilakukan analisis proksimat. Proses homogenisasi dan *sampling* dapat dilihat pada Gambar 3.4.



Gambar 3. 4 Proses (a) Homogenisasi dan (b) *sampling*

3.4.2 Pembuatan Pelet

Residu bauksit, arang cangkang sawit, dan batu kapur yang telah dilakukan pengayakan, kemudian dilakukan pencampuran dengan basis residu bauksit 40 gram. Setelah itu, ditambahkan air sebagai pengikat dalam pembuatan pelet. Pembuatan pelet dilakukan secara manual dengan konsep aglomerasi yang akan membentuk seperti bola-bola kecil dengan ukuran diameter 10-20 mm yang dapat dilihat pada Gambar 3.5. Selanjutnya pelet yang sudah selesai dibentuk, dilakukan pengeringan di dalam *oven* pada temperatur 120°C selama 240 menit.



Gambar 3. 5 Hasil Pembuatan Pelet

3.4.3 Reduksi Langsung

Pelet yang telah kering dimasukkan ke dalam krusibel grafit yang dilapisi *shield quartz*, lalu krusibel grafit dimasukkan ke dalam *muffle furnace* dan ditutup. Selanjutnya, ditekan tombol *on* pada *furnace* dan temperatur *furnace* diatur. Tahapan pertama pada proses reduksi langsung yaitu dilakukan variasi temperatur. Pengaturan temperatur dilakukan secara bertahap, yaitu temperatur dinaikkan hingga temperatur variasi yaitu 1050°C, 1150°C, 1250°C, dan 1350°C dan ditahan selama 60 menit dengan laju kenaikan temperatur 5°C/menit. Tahapan kedua, dilakukan variasi basisitas yaitu 0,8; 0,95; 1,1; dan 1,25 [50]. Perhitungan basisitas dapat dihitung dengan perbandingan antara CaO terhadap penjumlahan SiO₂ dan Al₂O₃ yang terkandung dalam residu bauksit dan batu kapur. Perhitungan untuk variasi basisitas menghasilkan massa batu kapur yang berbeda-beda yang dapat dilihat pada Lampiran Bagian A. Tahapan ketiga, dilakukan juga variasikan zat aditif yaitu Na₂B₄O₇·10H₂O, NaCO₃, CaF₂, dan H₃BO₃ dengan persen aditif sebanyak 2% dari massa residu bauksit yang digunakan. Tahapan keempat persen massa zat aditif (0, 2, 4, dan 6%) [58].



Gambar 3. 6 Proses Reduksi Langsung

Setelah selesai proses reduksi langsung, krusibel dikeluarkan menggunakan tang penjepit dan didinginkan secara cepat menggunakan media air. Sampel hasil reduksi dikeluarkan dari media air dan dikeringkan dalam *oven* hingga kering. Proses reduksi langsung dapat dilihat pada Gambar 3.6. dan pelet hasil reduksi langsung dapat dilihat pada Gambar 3.7. Kemudian, pelet hasil reduksi ditimbang dan diambil satu bagian untuk dilakukan analisa SEM-EDS, lalu sisanya digerus menggunakan *disc mill* dan diambil sebanyak 4 gram untuk analisa XRD dan 2 gram untuk uji derajat metalisasi Fe, serta sisanya dilanjutkan untuk proses pemisahan magnetik.



Gambar 3. 7 Pelet Hasil Reduksi Langsung

3.4.4 Pemisahan Magnetik

Pemisahan magnetik merupakan sebuah metode konsentrasi yang didasarkan pada sifat kemagnetan suatu material sehingga dapat menaikkan kadar mineral berharga. Pada penelitian ini sampel yang sudah digerus dan diayak menggunakan ayakan 200# dapat dilakukan pemisahan magnetik basah. Metode pemisahan magnetik basah efektif untuk partikel berukuran

halus (<1 mm) karena air dapat mencegah aglomerasi, mengurangi gesekan antar partikel, dan meminimalkan kehilangan mineral magnetik akibat terbawa aliran. Proses dilakukan dalam kondisi basah dengan menggunakan air sebagai media pembawa partikel, sehingga mineral dicampur dalam bentuk *slurry* sebelum dialirkan melalui medan magnet. Selama proses berlangsung, *Davis Tube* diatur pada sudut kemiringan 30° , sementara laju aliran air dikontrol melalui keran air pada kondisi yang sesuai agar partikel atau sampel yang dimasukkan dapat mengalir secara kontinu tanpa mengalami hambatan. Partikel yang dilewati pemisahan magnetik basah akan terpisah menjadi dua, yaitu partikel magnetik (konsentrat) akan tertahan oleh medan magnet dan non-magnetik (*tailing*) akan terbawa aliran air. Konsentrat yang dihasilkan perlu dikeringkan di dalam *oven* dan *tailing* akan disaring dan dikeringkan dalam *oven*. Proses ini dilakukan menggunakan alat *Davis Tube* dengan intensitas medan magnet yang rendah, yaitu 2400 Gauss [55]. Proses pemisahan magnetik basah dapat dilihat pada Gambar 3.8.



Gambar 3. 8 Proses Pemisahan Magnetik Basah

3.4.5 Karakterisasi

a. ICP-MS

Sampel yang dilakukan karakterisasi ICP-MS dalam penelitian ini yaitu sampel residu bauksit. Prosedur karakterisasi ICP-MS diawali dengan preparasi sampel, yaitu residu bauksit dengan ukuran -325# ditimbang sebanyak 1 gram dan ditambahkan larutan asam dengan rasio 3:1:1 untuk 6 ml larutan HCL 37%, 3ml larutan HNO₃ 65%, dan 3 ml larutan HF 48%, lalu sampel dilakukan proses destruksi di dalam mesin *microwave*. Kemudian, sampel hasil destruksi dikeluarkan dan dilakukan proses penguapan HF di atas *hot plate* pada temperatur 140°C. Selanjutnya dilakukan proses pengenceran untuk menyesuaikan dengan batas deteksi alat. Proses pengenceran ini dilakukan menggunakan larutan standar, yaitu larutan HNO₃ untuk mendeteksi kandungan LTJ di dalam residu bauksit. Setelah itu, proses karakterisasi dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam *nebulizer* pada alat ICP-MS. Standar pengujian yang digunakan ICP-MS pada penelitian ini adalah ISO 17294-2:2016. Uji ICP-MS yang digunakan dapat dilihat pada Gambar 3.9.



Gambar 3. 9 Alat Uji ICP-MS

b. XRD

Dalam karakterisasi XRD sampel yang diuji adalah serbuk residu bauksit, serbuk pelet hasil reduksi, konsentrat, dan *tailing* yang sudah dihancurkan dan diayak dengan ukuran -325#. Sampel dimasukkan ke dalam *holder* yang telah dibersihkan menggunakan *ethanol*, kemudian sampel dilakukan pemadatan agar sampel dapat mengisi seluruh rongga *holder* dan ditutup menggunakan *disc*. Setelah itu, sampel ditembakkan oleh sinar-X dengan sudut bervariasi. Sampel diputar untuk memastikan bahwa semua orientasi kristal terpapar. Sebagian besar sinar akan melewati atau dihamburkan secara acak. Sebagian lainnya mengalami difraksi yang terekam oleh detektor. Data dari detektor diolah untuk menghasilkan pola difraksi dalam bentuk grafik intensitas vs sudut 2θ . Sampel hasil pengujian XRD diperlukan perangkat lunak *HighScore plus* dan *Origin* untuk analisis lanjutan dan interpretasi pola agar dapat melihat senyawa-senyawa yang terbentuk. Standar yang digunakan pada karakterisasi ini sesuai dengan standar alat *PANalytical X'Pert3 Powder* XRD yang ditunjukkan pada Gambar 3.10.



Gambar 3. 10 Alat Uji XRD

c. XRF

Pada penelitian ini, alat uji XRF digunakan untuk menentukan komposisi unsur pada sampel residu bauksit dan batu kapur. Sampel dimasukkan ke dalam *cup holder* yang telah dilapisi *mylar plastic film*. Kemudian, sampel diratakan pada seluruh permukaan *plastic film* hingga tertutup sempurna. Lalu, *Cup holder* ditutup dan sampel dimasukkan ke alat uji XRF. Standar yang digunakan pada karakterisasi ini sesuai dengan standar alat *PANalytical Epsilon 4* XRF yang ditunjukkan pada Gambar 3.11.



Gambar 3. 11 Alat Uji XRF

d. FESEM-EDS

Prosedur karakterisasi SEM-EDS diawali dengan preparasi sampel, yaitu pelet hasil reduksi. Pertama sampel pelet hasil reduksi dilakukan proses *mounting*. Proses *mounting* dilakukan dengan menaruh sampel ke dalam *cup mounting*, lalu campurkan *clarocit powder* dan *clarocit liquid* dengan perbandingan 20:12 di dalam *cup*. Setelah itu, diaduk selama 90 detik dan dituangkan campuran ke dalam *cup mounting* yang berisikan sampel, serta tunggu selama 20-30 menit agar cetakan mengeras dengan sempurna. Tahapan berikutnya yaitu proses *polishing* menggunakan amplas berukuran

180#, 500#, 1200#, dan 4000#. Proses *mounting* dan *polishing* dapat dilihat pada Gambar 3.12. Setelah itu, sampel dilakukan karakterisasi sesuai dengan standar alat *Thermo Scientific Quattro* FESEM-EDS yang ditunjukkan pada Gambar 3.13.



(a)



(b)

Gambar 3. 12 Preparasi Sampel (a) Proses *Mounting* dan (b) Proses *Polishing*



Gambar 3. 13 Alat Uji FESEM-EDS

e. Analisis Proksimat

Analisis proksimat adalah metode analisis kimia yang digunakan untuk menentukan komposisi dasar suatu bahan bakar padat atau reduktor. Dalam

penelitian ini reduktor yang digunakan adalah arang cangkang sawit. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui kadar air (*moisture*), kadar abu (*ash content*), kadar zat terbang (*volatile matter*), dan kadar karbon (*fixed carbon*). Standar pengujian yang dilakukan, yaitu ASTM D 3173-02 (kadar air), ASTM D 3174-02 (kadar abu), dan ASTM D 3175-02 (zat terbang), serta ASTM D 3172-02 (kadar karbon) secara triplo.

1) Kadar Air

Analisa kadar air arang cangkang sawit dilakukan dengan standar ASTM 3173-02. Sampel yang digunakan berukuran 250 μm . Prosedur analisa kadar air terdiri dari tiga langkah, yaitu:

- a) Sampel dikeringkan di dalam *oven* selama 30 menit dan ditimbang. Sampel seberat 1 gram diambil dan diletakkan dalam cawan, kemudian cawan ditutup dan ditimbang.
- b) Cawan diletakkan di dalam oven yang telah dipanaskan (105°C - 120°C). *Oven* ditutup dan dipanaskan selama 60 menit. Setelah itu, *oven* dibuka dan cawan didinginkan di dalam desikator. Cawan segera ditimbang setelah mencapai temperatur ruangan.
- c) Hasil analisis kadar air dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Kadar Air, \%} = [(A - B)/A] \times 100 \dots\dots\dots(3.1)$$

Keterangan,

A = berat sampel yang digunakan (gram)

B = berat sampel setelah pemanasan (gram)

2) Kadar Abu

Analisa kadar abu arang cangkang sawit dilakukan dengan standar ASTM 3174-02. Sampel yang digunakan berukuran 250 µm. Prosedur analisa kadar air terdiri dari empat langkah, yaitu:

- a) Sebanyak 1 gram sampel dimasukkan ke dalam cawan, kemudian ditimbang dan ditutup. Cawan diletakkan dalam *furnace* dalam keadaan dingin, lalu dipanaskan pada temperatur 500°C selama 60 menit.
- b) Sampel dipanaskan hingga mencapai temperatur 700–750°C selama 60 menit, kemudian pemanasan dilanjutkan hingga 120 menit.
- c) Cawan dipindahkan keluar dari *furnace*, didinginkan, dan ditimbang.
- d) Hasil analisis kadar abu dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Kadar Abu, \%} = [(A-B)/C] \times 100 \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan,

A = berat cawan, tutup, dan abu (gram)

B = berat cawan kosong dan tutup (gram)

C = berat sampel yang digunakan (gram)

3) Zat Terbang

Analisa zat terbang arang cangkang sawit dilakukan dengan standar ASTM 3175-02. Sampel yang digunakan berukuran 250 µm. Prosedur analisa kadar air terdiri dari empat langkah, yaitu:

- a) Sampel seberat 1 gram ditimbang dalam cawan, kemudian cawan ditutup dan dimasukkan ke dalam *furnace*, dengan temperatur dijaga pada $950 \pm 20^{\circ}\text{C}$.
- b) Setelah pemanasan selama tepat 7 menit, cawan dipindahkan keluar dari *furnace* dan didinginkan.
- c) Cawan ditimbang setelah dingin.
- d) Hasil analisis zat terbang dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Weight Loss, \%} = [(A - B) / A] \times 100 \dots\dots\dots(3.3)$$

Keterangan,

A = berat sampel yang digunakan (gram)

B = berat sampel setelah pemanasan (gram)

Kemudian, dihitung persen zat terbang dengan persamaan:

$$\text{Zat Terbang, \%} = C - D \dots\dots\dots(3.4)$$

Keterangan,

C = *weight loss* (%)

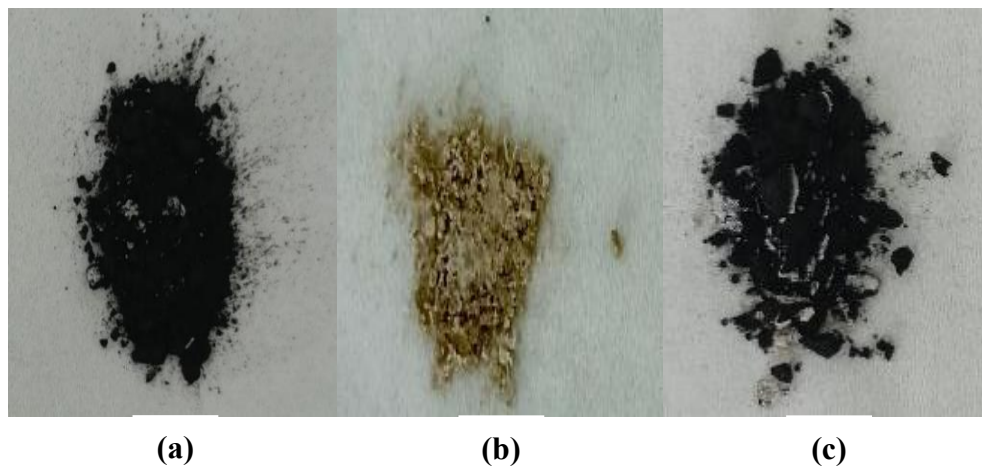
D = kadar air (%)

4) Kadar karbon

Analisa kadar karbon dalam arang cangkang sawit dilakukan dengan standar ASTM D 3172-02 dengan perhitungan dari data kadar air, kadar abu, dan zat terbang. Perhitungan kadar karbon sebagai berikut:

$$\text{Kadar Karbon, \%} = 100\% - [\text{kadar air (\%)} + \text{kadar abu (\%)} + \text{zat terbang (\%)}] \dots\dots\dots(3.5)$$

Perhitungan kadar karbon yang dihasilkan dapat menentukan massa arang cangkang sawit sebagai reduktor pada proses reduksi oksida besi berdasarkan stoikiometri. Adapun gambar sampel hasil analisis proksimat yang terdiri dari sampel analisis kadar air, kadar abu, dan zat terbang dapat dilihat pada Gambar 3.14.



Gambar 3. 14 Sampel Hasil Analisa Proksimat: (a) Kadar Air, (b) Kadar Abu, dan (c) Zat Terbang

f. Uji Derajat Metalisasi Fe

Uji derajat metalisasi Fe dilakukan untuk mengetahui efektivitas proses reduksi pada residu bauksit untuk mengubah senyawa oksida besi (Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , dan FeO) menjadi Fe metal (Fe^0). Metode pengujian derajat metalisasi Fe diawali dengan menghitung kadar Fe total dan Fe metal dengan cara titrasi. Pengujian Fe total dengan cara titrasi mengacu pada standar IS : 1493 (Part I) – 1981 sedangkan pengujian Fe metal mengacu pada standar IS 15774 : 2007.

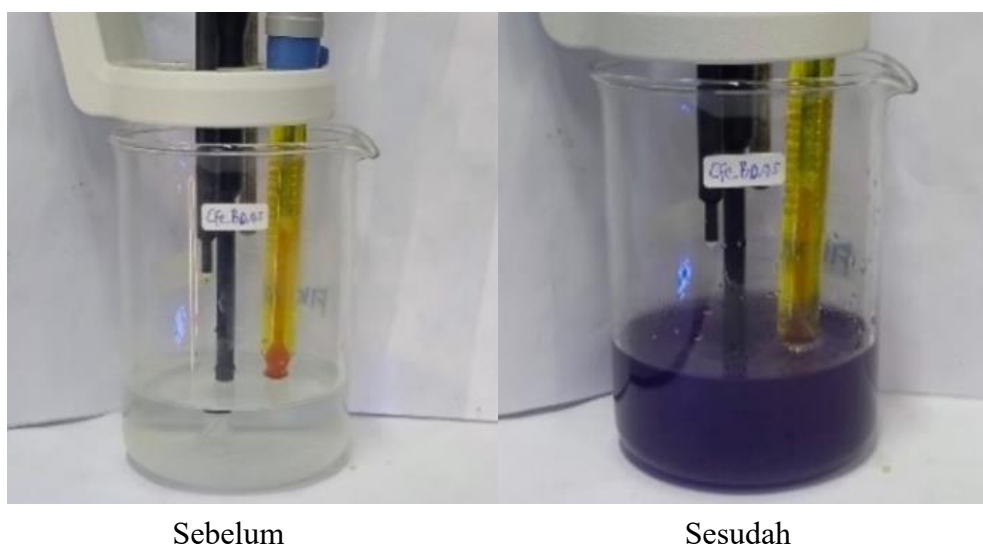
Adapun rangkaian proses uji Fe total dan Fe metal dapat dilihat pada Gambar 3.15 dan Gambar 3.16.

1) Uji Fe Total

Sebelum melakukan pengujian Fe total, terdapat beberapa bahan yang perlu disiapkan, seperti larutan *sodium diphenylamine sulphonate indicator* dan larutan standar. Pembuatan larutan *sodium diphenylamine sulphonate indikator*, yaitu 0,32 gram *barium diphenylamine sulphonate* dilarutkan dengan 100 ml aquades panas dan ditambahkan 0,5 gram Na_2SO_4 . Lalu, diaduk dan endapan barium sulfat disaring. Filtrat disimpan di dalam botol berwarna gelap. Sedangkan, untuk membuat larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, yaitu 4,903 gram kalium dikromat dilarutkan dengan aquades panas sebanyak 1000 ml. Lalu, diaduk dan disimpan untuk digunakan sebagai larutan standar. Adapun gambar perubahan warna sebelum dan sesudah proses titrasi yang dapat dilihat pada Gambar 3.15. Setelah semua bahan siap, berikut adalah langkah-langkah uji Fe total dengan cara titrasi:

- a) Sampel diambil sebanyak 0,1 gram yang telah digerus dan dimasukkan ke dalam gelas beker 100 ml.
- b) Sebanyak 25 ml HCl pekat ditambahkan ke dalam gelas beker yang berisikan 0,1 gram sampel.
- c) Larutan dalam gelas beker diaduk dan dipanaskan hingga mendidih. Setelah itu sampel disaring untuk memisahkan antara residu dan filtrat.

- d) Sebanyak 10-12 tetes larutan SnCl_2 10% ditambahkan pada filtrat hingga warna larutan berubah dari warna kuning menjadi warna bening.
- e) Aquades panas sebanyak 75 ml ditambahkan pada filtrat dan didinginkan hingga temperatur kamar.
- f) Filtrat ditambahkan 1,5 ml HgCl_2 10% ke dalam larutan dan dibiarkan hingga terbentuk endapan putih
- g) Filtrat ditambahkan 5 ml H_3PO_4 dan dibiarkan selama 1 menit.
- h) Filtrat diteteskan sebanyak 2 tetes menggunakan larutan *sodium diphenylamine sulphonate indicator*.
- i) Larutan dititrasi menggunakan larutan standar $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,1 N hingga warna larutan berubah menjadi warna violet atau ungu.
- j) Volume titran yang digunakan hingga warna larutan berubah dicatat dan dihitung perolehan Fe total pada sampel.



Gambar 3. 15 Proses Uji Fe Total Sebelum dan Sesudah Proses Titrasi

2) Uji Fe Metal

Sebelum melakukan pengujian Fe metal, perlu menyiapkan beberapa bahan seperti, larutan *sodium diphenylamine sulphonate indikator*, larutan standar $K_2Cr_2O_7$, dan larutan $FeCl_3$ 10%. Pembuatan larutan $FeCl_3$ 10%, yaitu melarutkan 100 gram besi (iii) klorida hexahidrat ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) dengan aquades hingga 1 liter. Adapun gambar perubahan warna sebelum dan sesudah proses titrasi yang dapat dilihat pada Gambar 3.16. Setelah semua bahan siap, berikut adalah langkah-langkah uji Fe metal dengan cara titrasi:

- a) Sampel diambil sebanyak 0,1 gram yang telah digerus dan dimasukkan ke dalam gelas beker 100 ml.
- b) Sebanyak 20 ml larutan $FeCl_3$ 10% ditambahkan ke dalam gelas beker yang berisi 0,1 gram sampel. Kemudian diaduk selama 60 menit dan disaring menggunakan kertas saring, serta cuci residu dengan HCl pekat.
- c) Filtrat dipindahkan ke dalam gelas beker 100 ml yang berisikan 40 ml aquades; 2,5 ml H_2SO_4 ; dan 2,5 ml H_3PO_4 .
- d) Filtrat diteteskan sebanyak 2 tetes menggunakan larutan *sodium diphenylamine sulphonate indikator*.
- e) Larutan dititrasi menggunakan larutan standar $K_2Cr_2O_7$ 0,1 N hingga warna larutan berubah menjadi warna hijau gelap.
- f) Volume titran yang digunakan hingga warna larutan berubah dicatat dan dihitung perolehan Fe metal pada sampel.



Sebelum

Sesudah

Gambar 3. 16 Proses Uji Fe Metal Sebelum dan Sesudah Proses Titrasi