

## **BAB IV. METODE PENELITIAN**

Ada beberapa tahapan yang dilakukan agar tujuan penelitian yang diinginkan dapat tercapai dengan baik, yaitu:

### **1. Persiapan Penelitian**

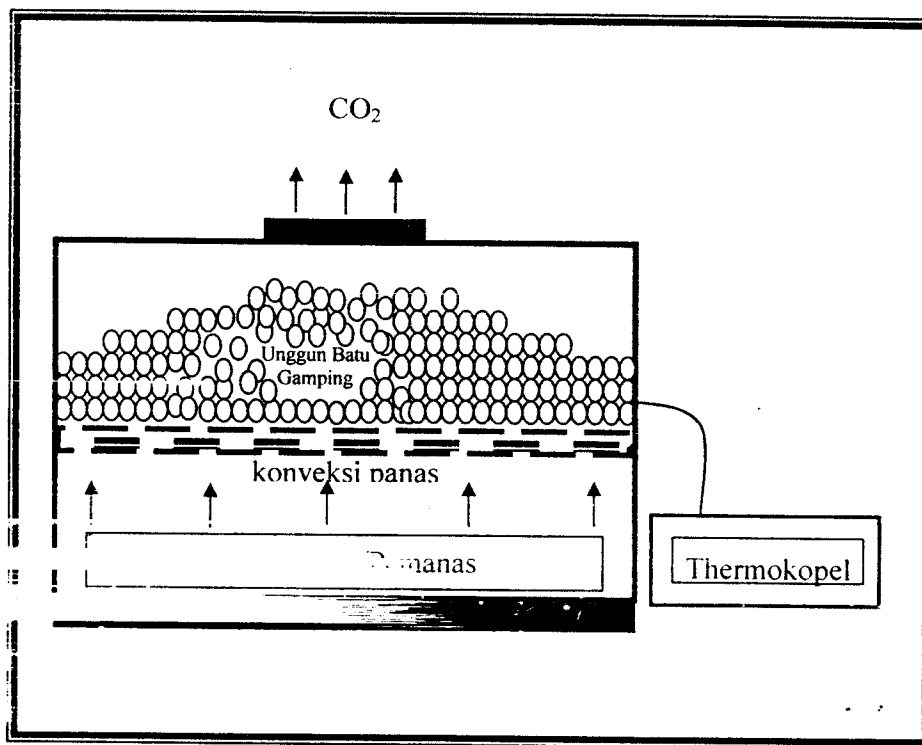
Persiapan penelitian meliputi persiapan alat dan bahan yang diperlukan, meliputi:

#### **Bahan-bahan:**

1. Batu gamping ( $\text{CaCO}_3$ )
2. Aquades
3. Bahan bakar kalsinator
4. 0,5 N HCl
5. Gula pasir
6. Indikator phenolphthalein

#### **Alat**

1. Kalsinator Fluidisasi
2. Timer
3. Termocoupe
4. Labu Ukur
5. AAS (Atomic Absorption Spectrofotometer)
6. Difraktometer Sinar X
7. Erlenmeyer
8. Bola Pipet
9. Ayakan
10. Ball Mill
11. Vibrator Ayakan



Gambar 2. Skema Kalsinator

## 2. Pelaksanaan Penelitian

Tahap pelaksanaan penelitian kalsinasi batu Gamping terdiri atas:

### a. Karakterisasi Bahan

Pada tahap ini dilakukan karakterisasi bahan baku batu gamping untuk mengetahui kadar  $\text{CaCO}_3$  dan kandungan lainnya dalam bahan baku dengan menggunakan AAS.

### b. Penyeragaman Ukuran Butiran Batu gamping

Batu gamping dengan berat tertentu dibersihkan dan dipecah kedalam ball mill, selama 4 jam dengan ukuran yang sesuai. Ukuran butir dibuat sedemikian sehingga tidak terlalu besar dan tidak terlalu kecil agar tidak mudah terbang

### c. Pengambilan Data Kinetika

#### 1. Variasi Suhu

Kalsinasi batu gamping dilakukan menggunakan kalsinator fluidisasi kapasitas 10 kg yang dilengkapi pemanas dan thermokopel, serta dilakukan pada tekanan atmosferis. Karakteristik kalsinasi diperoleh dari data kinetika berupa plot kurva kadar  $\text{CaCO}_3$  tersisa ( $C_a$ ) untuk setiap sampel yang dicuplik dimulai saat waktu 0 jam, 0,5 jam, 1 jam, 1,5 jam, 2 jam, 2,5 jam 3 jam, 3,5

jam, 4 jam, 4,5 jam, 5 jam, 5,5 jam dan 6 jam. Ekstrapolasi untuk menentukan waktu kalsinasi dilakukan bila kadar CaO yang dihasilkan masih dianggap belum konstan.

Variasi suhu kalsinasi diambil pada suhu 800°C, 900°C dan 1000°C serta ukuran butir diambil ukuran terkecil.

## 2. Variasi Ukuran butir

Untuk melihat pengaruh ukuran butir, maka diulangi percobaan diatas dengan mengambil variasi ukuran butir diameter sama atau kurang dari 0,25 mm,  $0,25 < D < 0,425$  mm dan  $0,425 < D < 0,85$  mm masing-masing pada suhu 800°C, 900°C dan 1000°C.

## 3. Penentuan waktu dan suhu kalsinasi optimum

Waktu dan suhu kalsinasi batu gamping optimum diambil dari kesimpulan keseiuruhan data yang diperoleh dengan memperhitungkan faktor efektifitas proses dan efisiensi biaya.

### d. Analisa Sampel

Analisa dilakukan dengan analisa volumetri dengan cara titrasi menggunakan HCl. Sejumlah 1 gram kalsium oksida (CaO) hasil kalsinasi yang terbentuk dilarutkan kedalam sedikit air di erlenmeyer 500 ml dan diaduk merata sehingga terbentuk  $\text{Ca(OH)}_2$  lalu dipanaskan sampai mendidih hingga terdestruksi, lalu didinginkan dan ditambah 200 ml air dan 40 gram gula pasir. Erlenmeyer ditutup, didiamkan dan dikocok setiap selang 15 menit. Hal ini dilakukan selama 2 jam. Kemudian disaring dengan penghisap hampa, residu dicuci sebanyak 3x dengan larutan gula 10%. Filtrat dititrasi dengan 1 ml HCl 0,5 N dan memakai indikator *phenolphthalein*.

$$1 \text{ ml } 0,5 \text{ N HCL} = 0,01402 \text{ gram CaO (Griffin, 1955)}$$

### c. Analisa Data

Dari analisis sampel produk, diperoleh besarnya prosentase CaO, sehingga dengan demikian diketahui pula nilai konversinya (X) dengan melihat berapa besar kandungan  $\text{CaCO}_3$  mula-mula, dan diperoleh pula besarnya reaktan tersisa ( $C_A$ ). Data yang diperoleh dari analisis sampel kemudian diplot dalam kurva antara  $\text{CaCO}_3$  tersisa ( $C_A$ ) sebagai fungsi waktu kalsinasi pada berbagai suhu dan ukuran butir gamping. Grafik yang diperoleh kemudian diformulasikan dengan model matematis. Optimasi kondisi proses dapat dilakukan dengan perbandingan grafik maupun dengan prediksi menggunakan model matematis.