

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Diskripsi Penelitian

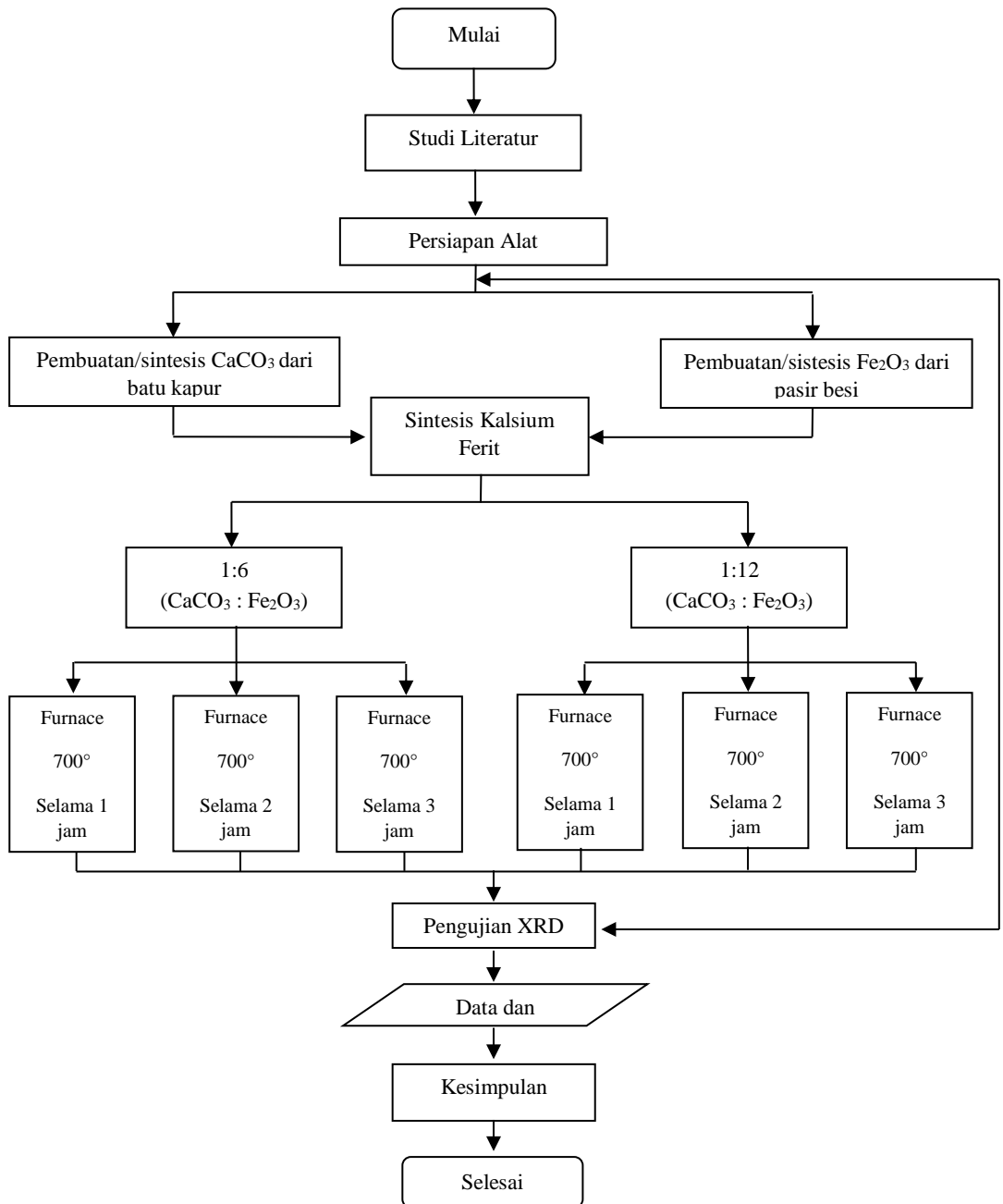
Pada proses pembuatan kalsium ferit, CaCO_3 dan Fe_2O_3 perlu dilakukannya studi literatur dan studi lapangan kemudian dilanjutkan dengan menyiapkan alat dan bahan. Yang perlu disiapkan diantaranya pasir besi dari lumajang dan batu kapur yang berasal dari bukit jaddih Madura, kemudian dilanjutkan membeli bahan kimia seperti HCL 37%, NH_4OH 30%, dan Larutan aquades yang di dapat dari UD. Sumber Ilmiah Persada Surabaya. Langkah awal dari penelitian ini adalah mengambil butiran biji besi dari pasir besi yang berasal dari lumajang menggunakan magnet, hal ini difungsikan supaya pasir besi terbebas dari batuan-batuan kecil. Proses pengambilan biji besi ini dilakukan secara bertahap dimaksudkan supaya biji besi yang digunakan mempunyai kadar besi yang tinggi. Setelah selesai proses pengambian dengan magnet, kemudian biji besi tersebut diayak menggunakan saringan berukuran 100 *mesh*. Selanjutnya biji besi dan HCL 37% dilarutkan dengan menggunakan alat *magnetic stirrer* yang dimana diberi perlakuan panas dengan suhu $\pm 65^\circ \text{C}$ dan putaran 400 rpm dengan waktu tahan 2 jam, proses ini dimaksudkan agar karakteristik pasir bersifat homogen. Setelah 2 jam pencampuran, larutan tersebut ditetesi dengan cairan NH_4OH 30% secara pelan-pelan sampai larutan menjadi berwarna hitam. Kemudian larutan dicuci menggunakan cairan aquades hingga menunjukkan pH normal dan disaring dengan kertas saring 10 micron. Hasil dari saringan Fe_3O_4 kemudian serbuk difurnace dengan temperatur 800°C dengan waktu tahan selama 2 jam. Hasil dari furnace adalah serbuk Fe_2O_3 yang berwarna kemerah-merahan.

Proses berikutnya adalah sintesis CaCO_3 yang berasal dari batu kapur. Batu kapur difurnace dengan temperatur 900°C selama 6 jam, hasil dari furnace adalah serbuk CaO. Selanjutnya serbuk CaO dilarutkan dalam H_2O . Setelah larut dalam H_2O kemudian di karbonasi dan di saring dengan kertas saring ukuran 10 micron. Untuk sintesis kalsium ferit adalah pencampuran dari Fe_2O_3 dan CaCO_3 dengan perbandingan variabel 1 gram CaCO_3 dicampur dengan 6 gram serbuk Fe_2O_3 dan 1 gram CaCO_3 dicampur dengan 12 gram serbuk Fe_2O_3 . Pencampuran dari kedua serbuk menggunakan metode pencampuran basah, dimana masing-masing serbuk dilarutkan terlebih dahulu dengan cairan HCL 37%. Hasil dari masing-masing pencampuran selanjutnya di lakukan furnace dengan temperatur 700°C dengan lama waktu tahan 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Dari proses diatas menghasilkan 6 sampel, dan dilakukan

pengujian XRD dari masing-masing sampel. Pengujian XRD dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari sampel uji tersebut.

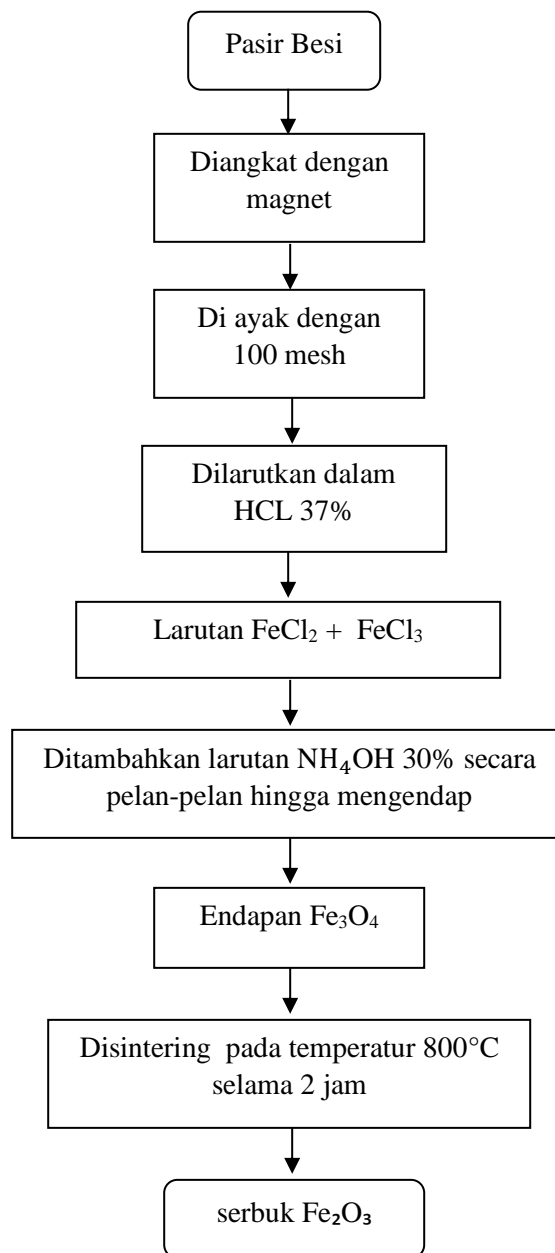
3.2 Diagram Alir Penelitian

3.2.1 Diagram Alir Kalsium Ferit



Gambar 3.1. Diagram alir kalsium ferit

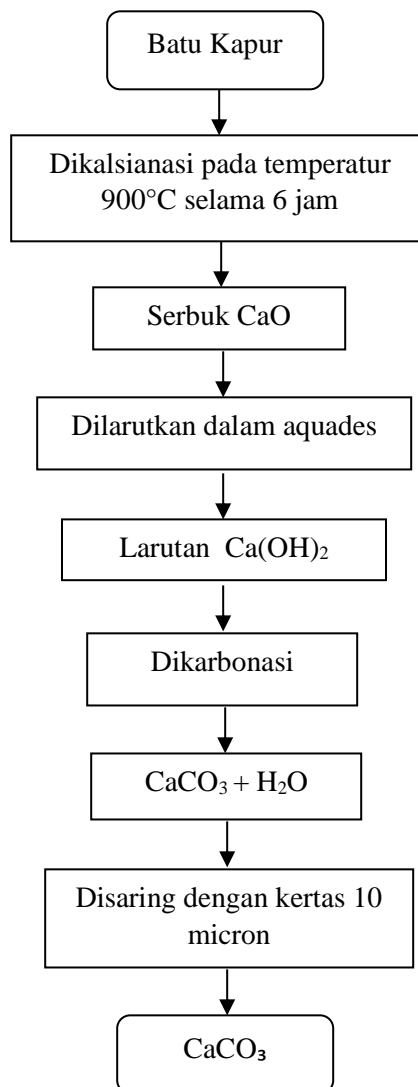
3.2.2 Diagram Alir Sintesis Fe_2O_3



Gambar 3.2. Diagram alir Fe_2O_3

Fe_2O_3 di sintesis dengan metode kopresipitasi, Metode kopresipitasi merupakan jenis metode untuk sintesis campuran kimia basah dan campuran yang dihasilkan dalam metode ini adalah bersifat homogen. Pasir besi yang telah di ekstrak dilarutkan dalam HCL 37% dan diaduk ± 400 rpm pada suhu $\pm 65^\circ\text{C}$ selama 2 jam dengan pengaduk magnetik. Setelah larutan yang di proses dengan metode kopresipitasi terbentuk, setelah itu dilakukan penyaringan dengan menggunakan kertas saring. NH_4OH 30% ditambahkan dalam larutan ini sambil diaduk dengan pengaduk magnetik dan dipanaskan *magnetic stirrer* pada suhu $\pm 65^\circ\text{C}$ hingga timbul endapan. Kemudian endapan dicuci berulang-ulang dengan aquades hingga pH-nya 7. Cara pencuciannya adalah dengan menempatkan hasil reaksi pada gelas ukuran besar kemudian diberi aquades sebanyak yang bisa ditampung gelas itu. Magnet permanen ditempatkan di bawah gelas dengan tujuan bisa menarik Fe_3O_4 supaya mengendap lebih cepat. Endapan yang dihasilkan kemudian disaring dan dikeringkan. Endapan Fe_3O_4 yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada temperature 800°C dan dilakukan waktu tahan selama 2 jam.

3.2.3 Diagram Alir Sintesis CaCO_3



Gambar 3.3. Diagram alir CaCO_3

3.3 Penjelasan Diagram Alir Penelitian

3.3.1 Persiapan Alat dan Bahan Fe₂O₃

A. Persiapan Alat proses *sintesis* Fe₂O₃

Berikut ini adalah persiapan alat yang digunakan untuk proses *sintesis* Fe₂O₃ dari bahan dasar pasir besi :

Tabel 3.1. Alat yang digunakan dalam proses *sintesis* Fe₂O₃

No	Nama Alat	Spesifikasi	Keterangan
1.	Gelas beker	50 ml, 300 ml	Tempat pencampuran komposisi bahan
2.	Timbangan digital	250 gram	Menimbang massa bahan 20 gram
3.	Mesh	100	Menyaring bahan pasir besi yang terkecil
4.	Corong kecil	-	Menyaring bahan yang sudah tercampur
5.	Tissue	-	Membersihkan alat dan laboratorium yang akan digunakan maupun yang sudah di gunakan
6.	Magnet permanen	-	Menyaring pasir yang dominan sifat kemagnetannya
7.	Sendok spatula stainless	-	Mengambil bahan yang akan ditimbang
8.	Kompur magnetic	-	Memanaskan larutan dan memutar magnetic stirrer
9.	Kertas saring	10 Micron	Untuk penyaringan endapan Fe ₂ O ₃
10.	Oven	-	Untuk pemansan bahan dan menghilangkan kadar air
11.	<i>Crucible</i>	-	Untuk tempat serbuk waktu proses furnace
12.	Botol vial clear	15 ml	Tempat bahan hasil sintesis
13.	<i>Magnetic stirrer</i>	-	Mengaduk campuran larutan

B. Persiapan bahan *sintesis* Fe₂O₃

Berikut ini adalah persiapan bahan yang digunakan untuk proses *sintesis* Fe₂O₃ dari bahan dasar pasir besi :

Tabel 3.2 Bahan yang digunakan dalam proses *sintesis* Fe₂O₃

No	Nama Alat	Spesifikasi	Keterangan
1.	Pasir hitam, Lumajang	10 kg	Bahan utama dalam proses <i>sintesis</i> Fe ₂ O ₃
2.	HCL 37%	-	Cairan kimia pelarut pada proses <i>electroless plating</i>
3.	Larutan aquades	10 liter	Membersihkan alat yang sudah digunakan dan menetralkan cairan hasil <i>sintesis</i> Fe ₂ O ₃

3.3.2 Persiapan Alat dan Bahan Sintesis CaCO₃

A. Persiapan Alat *sintesis* CaCO₃

Tabel 3.3. Alat yang digunakan dalam proses *sintesis* CaCO₃

No	Nama Alat	Spesifikasi	Keterangan
1.	Gelas beker	500 ml	Tempat karbonasi
2.	Corong kecil	-	Menyaring bahan yang sudah tercampur
3.	Tissue	-	Membersihkan alat yang sudah dipakai
4.	Sendok spatula stainless	-	Mengambil bahan yang akan ditimbang
5.	Kertas saring	10 Micron	Menyaring komposisi bahan
6.	Tabung CO ₂	-	Salah satu bahan untuk karbonasi
7.	Botol <i>vial clear</i>	15 ml	Tempat bahan hasil sintesis
8.	Selang bening	2 meter	Menyalurkan CO ₂ ke tempat larutan CaO(OH) ₂

B. Persiapan Bahan sintesis CaCO_3

Tabel 3.4. Bahan yang digunakan dalam proses *sintesis* CaCO_3

No	Nama Alat	Spesifikasi	Keterangan
1.	CO_2	1 tabung	Salah satu bahan penting untuk proses karbonasi
2.	Batu kapur, Bukit Jeddih, Madura	-	Bahan utama proses <i>sintesis</i> CaCO_3
3.	Larutan aquades	10 liter	Membersihkan alat yang sudah digunakan dan pelarut batu kapur yang sudah di furnace

3.3.3 Alat dan bahan sintesis Kalsium Ferit

A. Persiapan Alat sintesis Kalsium Ferit

Tabel 3.5 Alat yang digunakan dalam proses sintesis Kalsium Ferit

No	Nama Alat	Spesifikasi	Keterangan
1.	Kompur magnetic	-	Memaskan larutan dan memutar magnetic stirrer
2.	Sendok spatula stainless	-	Mengambil bahan yang akan ditimbang
3.	Kertas saring	10 Micron	Menyaring komposisi bahan
4.	Botol vial clear	15 ml	Tempat bahan hasil sintesis
5.	Gelas beker	100 ml	Tempat karbonasi
6.	Tissue	-	Membersihkan alat yang sudah dipakai
7.	Pipet tetes	-	Untuk proses penetesan larutan NH_4OH 30%
8.	Corong kecil	-	Menyaring bahan yang sudah tercampur
9.	Timbangan digital	250 gram	Menimbang massa bahan 20 gram
10.	<i>Muffle furnace</i>	-	Untuk pemanasan bahan dan menghilangkan kadar air
11.	<i>Magnetic stirrer</i>	-	Mengaduk campuran larutan

B. Persiapan Bahan *sintesis* Kalsium Ferit

Tabel 3.6 Bahan yang digunakan dalam proses *sintesis* Kalsium Ferit

No	Nama Alat	Spesifikasi	Keterangan
1.	HCL 37%	-	Sebagai cairan reaksi kimia <i>electroless plating</i> dan berbentuk cair.
2.	NH ₄ OH 30%	-	Sebagai cairan reaksi kimia <i>electroless plating</i> dan berbentuk cair.
3.	Fe ₂ O ₃	-	Bahan utama proses <i>sintesis</i> kalsium ferit.
4.	CaCO ₃	-	Bahan utama proses <i>sintesis</i> kalsium ferit.

3.3.4 Menimbang Variabel Komposisi

Pada proses ini dilakukan penimbangan berat bahan *sintesis* Kalsium Ferit, dengan variabel komposisi yang sudah di tentukan. Penimbangan bertujuan agar komposisi perbandingan sesuai takaran. Berikut adalah langkah – langkah proses penimbangan :

1. Menyiapkan alat timbang digital, dimaksudkan supaya takaran tepat.
2. Membersihkan *crucible* menggunakan tissue, supaya *crucible* bersih dari debu.
3. Mengkalibrasi timbangan supaya takaran akurat.
4. Menimbang semua bahan dengan komposisi yang yang ditentukan.
5. Hasil timbangan di tempatkan dalam botol *via clear* dan diberi label sesuai takaran komposisi.

3.3.5 Proses Kopesipitasi

Proses kopesipitasi bertujuan untuk melarutkan sintesis CaCO₃ dengan sintesis Fe₂O₃. Pada proses ini menggunakan alat *magnetic stirer* dengan putaran dan suhu yang sudah ditentukan. Berikut adalah langkah –langkah proses kopesipitasi:

1. Menyiapkan *magnetic stirer* yang sudah di bersihkan menggunakan tissue.
2. Takaran komposisi dimasukkan gelas beker dan ditambahkan cairan HCL 37% .
3. Larutan campuran dari HCL 37% dan bahan komposisi diputar dan dipanaskan.

4. Proses pencampuran dilakukan kurang lebih selama 2 jam, hingga campuran homogen.
5. Penetasan cairan NH_4OH 30% pada larutan yang sudah homogen.
6. Penetasan dilakukan sampai cairan homogen menjadi larutan berwarna hitam pekat.
7. Dilakukan proses pencucian menggunakan aquades hingga menunjukkan pH 7 pada kertas lakmus.
8. Larutan yang sudah netral disaring menggunakan kertas saring 10 *micron*.

3.3.6 Furnace Serbuk Kalsium Ferit

Proses furnace bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang terkandung pada serbuk kalsium ferit. Berikut adalah langkah – langkah dari proses furnace:

1. Menyiapkan *crucible* dan dibersihkan untuk menghilangkan debu pengotor.
2. Hasil takaran komposisi dimasukkan pada *crucible*.
3. *Crucible* dimasukkan pada tungku furnace.
4. Mengatur suhu pada tungku sesuai dengan variabel yang diinginkan.
5. Tahan suhu dengan temperaure yang diinginkan selama waktu variabel sintering.

3.3.7 Pengujian *X-Ray Diffraction* (XRD)

Pengujian *X-Ray Diffraction* bertujuan untuk mengetahui karakterisasi fase yang terkandung pada sintesis kalsium ferit. Langkah pengujian XRD adalah :

1. Menyiapkan bahan yang akan dianalisa (sampel)
 2. Nyalakan komputer serta monitor untuk pengoperasian XRD.
 3. Sesuaikan parameter pada XRD sesuai dengan yang diinginkan (sudut panjang)
 4. Tunggu sampai proses analisa selesai.
 5. Hasil dari analisa XRD akan memunculkan grafik dan data dari karakteristik bahan yang dianalisa (sampel).
-

HALAMAN INI SENGAJA DIKOSONGKAN

