

## BAB IV

### PROSEDUR DAN HASIL PENELITIAN

#### 4.1 Preparasi Sampel Batubara

Dalam melakukan preparasi sampel batubara yang dilakukan pada Laboratorium Pusat Sumber Daya Mineral Batubara dan Panas Bumi memiliki acuan berdasarkan ASTM D 2013/D 2013M-12 di mana bertujuan untuk mempersiapkan cuplikan sampel yang mewakili dari seluruh sampel asal untuk keperluan analisis. Preparasi sampel dilakukan dengan beberapa tahap pengerjaan yang dimulai dari tahapan penimbangan, pengecilan ukuran butir, pengadukan sampel, pembagian sampel, penggerusan dan penyaringan. Tahapan dari preparasi sampel dapat dilihat sebagai berikut :

1. Sampel dapat diangin-anginkan sampai kering sebelum digerus agar dapat dituangkan dengan baik pada alat penghalus dan pemutar. Tentukan kehilangan berat setelah diangin-anginkan jika diperlukan pengeringan dilakukan sesuai dengan metode Tes D.3302
2. Dalam penghalusan dan pemilahan, dilakukan setiap tahap secepat mungkin, tentukan kehilangan berat tiap kali dikeringkan diudara, lindungi sampel dari perubahan kelembaban jika akan ditentukan nilai kelembaban total.
3. Haluskan sampel hingga mencapai ukuran 4,75 mm (saringan No. 4) atau 2,36 mm (Saringan No. 8)
4. Tentukan jumlah putaran yang diperlukan saat pemutaran dari massa total sampel dan massa minimum yang diperbolehkan.
5. Pilih sampel yang telah digerus dengan menggunakan pemutar, sebarkan batubara secara merata dalam *container*/baki/sekop. Tempelkan ujung

batubara dengan bibir mulur umpan lalu perlahan-lahan miringkan sehingga batubara mengalir dalam aliran yang seragam. Jangan biarkan batubara menumpuk di dalam atau di atas celah. Jika alirannya tidak lancar, goyangkan atau ketuk pemutar.

6. Jika penggerusan awal hanya sampai ukuran 4,75 mm (saringan No. 4). Haluskan hingga ukuran 2,36 mm (Saringan No.8) setelah memilahnya sesuai jumlah yang ditentukan untuk ukuran 4,75 mm.
7. Setelah dihaluskan, pilah sampel sesuai jumlah yang telah ditentukan untuk ukuran 2,36 mm (saringan No.8)
8. Dengan alat *pulverizer*, haluskan sampel hingga ukuran 250 mikrometer. Timbang hingga mencapai 50 gram minimum. Lewatkan sampel melalui saringan 250 mikrometer. Haluskan partikel-partikel yang tertahan di atas saringan dan tambahkan pada sampel yang telah melewati saringan dan aduk rata. Inilah sampel yang akan dianalisis.
9. Aduk rata dengan alat mekanik lebih baik, berat tidak kurang dari 50 gram.
10. Masukkan ke dalam botol sampel yang sudah diberi kode sampel
11. Sampel dikirim ke laboratorium analisa untuk dianalisis.



Sumber : ASTM D 2013/D 2013M-12

**Gambar 4. 1**  
**Prosedur Preparasi Sampel Batubara.**

#### 4.1.1 Analisis Proksimat

Analisis proksimat bertujuan mengetahui nilai dari *Total moisture*, *ash content*, *volatile matter*, dan *fixed carbon*. Dalam penelitian terdapat tiga conto di mana diberikannya kode conto berupa sub-bituminus B dengan kode conto L, Sub-bituminus A dengan kode conto M dan Bituminus C dengan kode conto H. Analisis proksimat menggunakan alat dengan nama Leco TGA 701.



Sumber : Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

**Gambar 4. 2**  
**Leco TGA 701**

Tahapan pengerjaan proksimat Batubara dapat dilihat sebagai berikut :

1. Menyalakan Instrumen

Pastikan semua gas (oksigen, nitrogen, dan udara tekan) sudah terpasang dengan benar ke Instrumen. *Setting* pada regulator tabung gas sebagai berikut :

Oksigen	35 psi (2,4 bar)
Nitrogen	35 psi (2,4 bar)
Udara Tekan	45 psi (2,4 bar)

Setelah pengaturan regulator gas telah sesuai maka tahapan pengerjaan sebagai berikut :

- a. Nyalakan *analyzer* (*switch power* terletak di panel bagian kanan *analyzer*).
  - b. Nyalakan *computer* dan *printer*.
  - c. Klik ganda ikon TGA-701 pada *layer desktop computer* untuk mengaktifkan *software*.
2. Analisa Sampel
- a. Pada menu utama klik f5 *analyze* pada *toolbar*, (jika sebelumnya data sampel belum dimasukkan, maka akan ditampilkan menu sampel login. Dari sini bisa

dimasukan data sampel seperti pada prosedur 4.1.1.3 memasukan data sampel).

- b. *Furnace* akan segera membuka, tempatkan sejumlah *crucible* kosong yang akan digunakan untuk Analisa pada lubang-lubang *carousel*, ditambah satu *crucible* kosong. (sebagai referensi) pada posisi *home* yang bertanda “lubang kecil”, tekan tombol *actuator* (pada panel depan *analyzer*), *furnace* akan menutup dan sistem akan menginisiasi dan menimbang semua *crucible*.
- c. Setelah selesai, *furnace* akan membuka kembali dan *carousel* akan menuju ke posisi *crucible* yang pertama, sistem siap untuk menimbang sampel.
- d. masukan sampel sebanyak 1 gram ke dalam *crucible* pertama, tepat di depan instrumen.
- e. Tekan tombol *actuator*, *carousel* akan berputar dan berhenti pada posisi *crucible* berikutnya.
- f. Ulangi langkah 1 – 5, sampai semua *crucible* terisi sampel.
- g. Setelah pengisian *crucible* yang terakhir, penekanan tombol *actuator* akan memulai Analisa secara otomatis.

Catatan :

Untuk tahapan *volatile* diperlukan *crucible cover*, jika sampai pada tahap ini maka *furnace* akan membuka dan mempersilahkan operator memasang *crucible cover*.

Memasang *crucible* atau *cover* nya selalu menggunakan *crucible tong*. Begitu pula tahap ini selesai maka operator harus mengambil *crucible cover*. Gunakan sarung tangan yang disertakan untuk menghindari panas atau kontak dengan *furnace*.

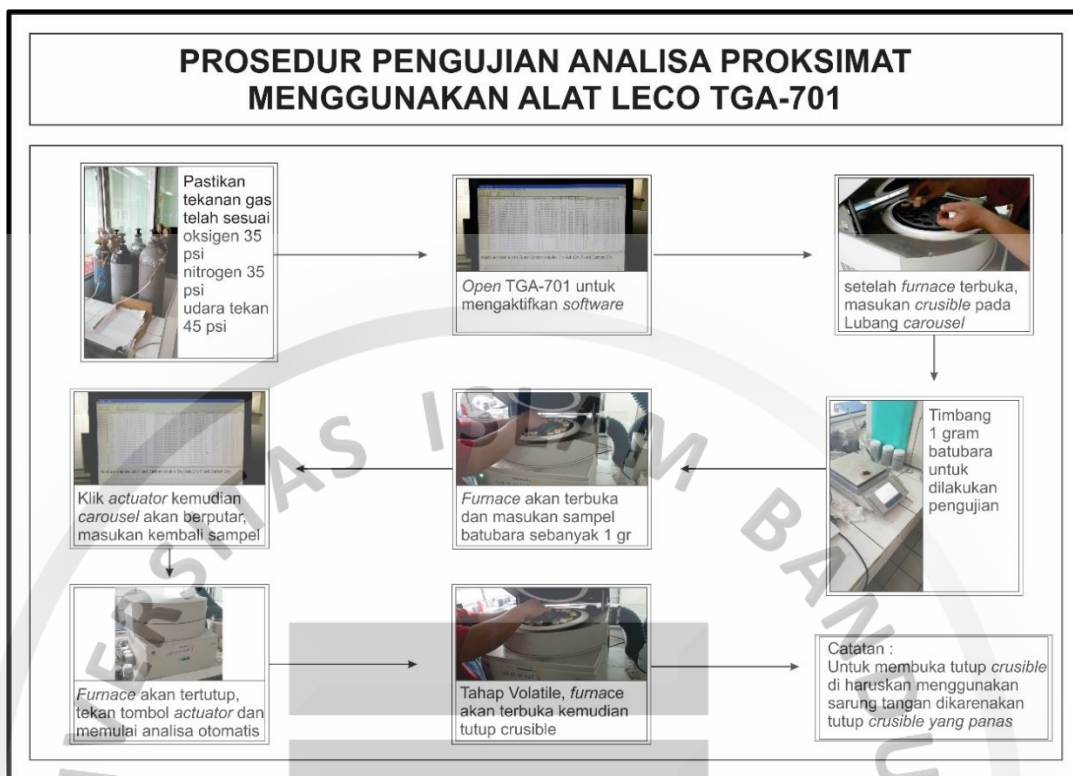
### 3. Memasukan Data Sampel

- a. Dari menu sampel klik *login*
- b. Ketik nama sampel atau pilih melalui menu *drop-down*.

- c. Pada *atribut location*, tuliskan nomor sampel. Jika dikosongkan maka *software* akan menentukan sendiri secara otomatis.
  - d. pada *attribute count*, tuliskan jumlah sampel yang akan dianalisa.
  - e. Pilih OK.
  - f. Ulangi langkah 2 – 5 untuk sampel berikutnya sampai semua sampel dimasukkan.
  - g. Untuk mengakhiri proses ini klik *cancel*.
4. Mematikan Instrumen.

Setelah proses Analisa selesai, *furnace* akan membuka karena temperatur masih terlalu panas maka biarkan sistem menurunkan temperatur hingga mencapai temperatur kamar. Setelah temperatur *furnace* telah mencapai temperatur kamar maka tahapan dalam mematikan instrumen sebagai berikut :

- a. Klik *f7 cover* untuk menutup *furnace*.
- b. Matikan *analyzer*, matikan *computer* dan *printer*.
- c. Tutup semua tabung gas.



Sumber : ASTM. D3172-07a

**Gambar 4. 3**  
**Prosedur Pengujian Analisis Proksimat**

Hasil pengujian analisis proksimat batubara berupa kadar air, kadar zat terbang, kadar abu, dan kadar karbon tertambat dapat dilihat sebagai berikut :

**Tabel 4. 1**  
**Hasil Analisis Proksimat**

Analisis	Satuan	Basis	Kode Conto			
			L	M	H	
Kadar Air Bebas	%	ar	30,73	26,10	6,12	
Kadar Air Total	%	ar	34,96	31,52	9,50	
PROKSIMAT	Kadar Air	%	adb	6,10	7,33	3,60
	Kadar Zat Terbang	%	adb	47,17	45,89	42,87
	Kadar Abu	%	adb	5,40	3,87	13,06
	Karbon Tertambat	%	adb	41,33	42,91	40,97

Sumber : Data Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

#### 4.1.2 Nilai Kalori Batubara

Nilai kalori dalam batubara digunakannya alat kalorimeter Leco AC 600. Dalam penelitian terdapat tiga conto di mana diberikannya kode conto berupa sub-bituminus B dengan kode conto L, Sub-bituminus A dengan kode conto M dan Bituminus C dengan kode conto H



Sumber : Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

**Gambar 4. 4**  
**Kalorimeter Leco AC 600**

Di mana alat tersebut memiliki tahapan sebagai berikut :

1. Analisa sampel
  - a. Isi parameter-parameter seperti *NAME, METHOD, VESSEL, OPERATOR, ID CODE, WEIGH, FUSE, NITROGEN* dll pada kolom yang tersedia.
  - b. Timbang sampel yang akan dianalisis.
  - c. Letakan sampel *boat (crucible)* di atas timbangan.
  - d. Tekan *Tare*, untuk menera sampai stabil (0,000 gr).
  - e. Letakan sampel yang akan dianalisis kedalam sampel *boat (crucible)* dengan berat  $\pm 1,000$  gr.
  - f. Tekan tombol *print* pada *balance* atau masukan secara manual setelah pembacaan stabil.
  - g. Letakan *crucible* yang berisi sampel pada pasang *fuse wire* pada *sample holder*.
  - h. *Pasangan combustion vassel (bomb)* pada *vessel prep station* kemudian isi *bomb* dengan gas oksigen mencapai tekanan 420 psi (secara otomatis berenti pada saat tekanan 420 psi).
  - i. Letakan *combustion Vessel (bomb)* pada *burchet Lid*.
  - j. Tekan tombol (F5) *ANALYZE* untuk memulai Analisa.



- k. Setelah sampel habis terbakar, secara otomatis besarnya nilai kalori akan muncul pada layar.

Catatan :

- a. Tekan tombol *ABORT* (F6) pada saat Analisa untuk membatalkan Analisa
  - b. Masukkan koreksi *fuse*, nitrogen, sulfur, *ash* dan lain-lain jika diperlukan.
2. Menyalakan Instrumen
- a. Pastikan gas oksigen sudah terpasang pada instrumen dan *setting regulator* 450 psi.
  - b. Tekan sekitar *power* ke posisi *ON* (letak sekitar di bagian belakang Instrumen)
  - c. Nyalakan *balance* dengan menekan tombol *power*
  - d. Nyalakan *printer*.
  - e. Klik *diagnostic* kemudian *chart*.
  - f. Tunggu sampai "*ambient chart*" stabil (kurang lebih 2 – 5 menit)



Sumber : ASTM D5865-13

**Gambar 4. 5**  
**Prosedur Pengujian Nilai Kalor**

Hasil pengujian nilai kalori batubara pada basis adb dapat dilihat sebagai berikut :

**Tabel 4. 2**  
**Hasil Kalori Batubara**

Analisis	Satuan	Basis	Kode Conto		
			L	M	H
Nilai Kalori	cal/gr	adb	5.730	5.837	6.305

Sumber : Data Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

## 4.2 Persiapan

Dalam pengujian ini digunakannya cara pengujian yang terdapat pada literatur yang ada (Ardie,Wahyu. 2009) dimana tahapannya sebagai berikut :

### 4.2.2 Pembuatan Larutan Koagulan

Larutan koagulan di buat dengan mengambil 10 mg PAC dan tawas kemudian larutkan masing-masing koagulan ke dalam 1000 ml air aquades. Setelah larutan koagulan telah jadi, maka perbandingan antara 1 ml larutan koagulan yang dilarutkan dalam 1000 ml larutan batubara sama dengan 10 ppm.

### 4.2.1 Pembuatan Larutan Batubara

Ukuran batubara yang digunakan dalam proses pengujian *Jar-test* adalah dengan ukuran -120# atau sekitar 0,125 mm (0,0125 cm). Tujuan dilakukan proses kominusi (pengecilan ukuran) adalah agar proses pencampuran bahan baku dengan koagulan dapat tercampur secara merata dan ukuran dari batubara tersebut sesuai dengan keadaan di lapangan.

Tabel 4. 3  
Konversi Mesh

**MESH TO MICRON CONVERSION CHART**

U.S. MESH	INCHES	MICRONS	MILLIMETERS
3	0.2650	6730	6.730
4	0.1870	4760	4.760
5	0.1570	4000	4.000
6	0.1320	3360	3.360
7	0.1110	2830	2.830
8	0.0937	2380	2.380
10	0.0787	2000	2.000
12	0.0661	1680	1.680
14	0.0555	1410	1.410
16	0.0469	1190	1.190
18	0.0394	1000	1.000
20	0.0331	841	0.841
25	0.0280	707	0.707
30	0.0232	595	0.595
35	0.0197	500	0.500
40	0.0165	400	0.400
45	0.0138	354	0.354
50	0.0117	297	0.297
60	0.0098	250	0.250
70	0.0083	210	0.210
80	0.0070	177	0.177
100	0.0059	149	0.149
120	0.0049	125	0.125
140	0.0041	105	0.105
170	0.0035	88	0.088
200	0.0029	74	0.074
230	0.0024	63	0.063
270	0.0021	53	0.053
325	0.0017	44	0.044
400	0.0015	37	0.037

Sumber : Ecoato enterpeises, 2001

Pembuatan larutan batubara yang digunakan memiliki nilai TSS (*total suspended solid*) berkisar 1000 mg/l. Di mana pada penelitian terdahulu telah didapatkan batubara yang digunakan sebanyak 6 gr tiap 1 liter air. Untuk pengujian *jarrest*, akan dilakukannya pengujian sebanyak *duplo* atau dua kali sehingga 1 kali pengujian dibutuhkan larutan batubara sebanyak 2 liter pada jumlah dan jenis koagulan yang sama. Tahapan pembuatan larutan batubara untuk 1 kali pengujian sebagai berikut :

1. Tuanglah air tanah ke dalam wadah sebanyak 2 liter.
2. Masukkan 6 gram batubara yang telah ditimbang ke dalam wadah
3. Aduk merata dan menunggu kurang lebih 5 (lima) menit hingga terbentuk suspensi yang homogen.
4. Alirkan 1000 ml larutan batubara ke dalam *beaker glass* berukuran 1000 ml.



Sumber : Ardie, Wahyu 2009

**Gambar 4. 6**  
**Prosedur Pembuatan Air Limbah Batubara**

Berdasarkan dari banyaknya batubara yang digunakan pada 1 liter air tanah, didapatkan persentase batubara terdapat air tanah yang digunakan yaitu dapat dilihat sebagai berikut :

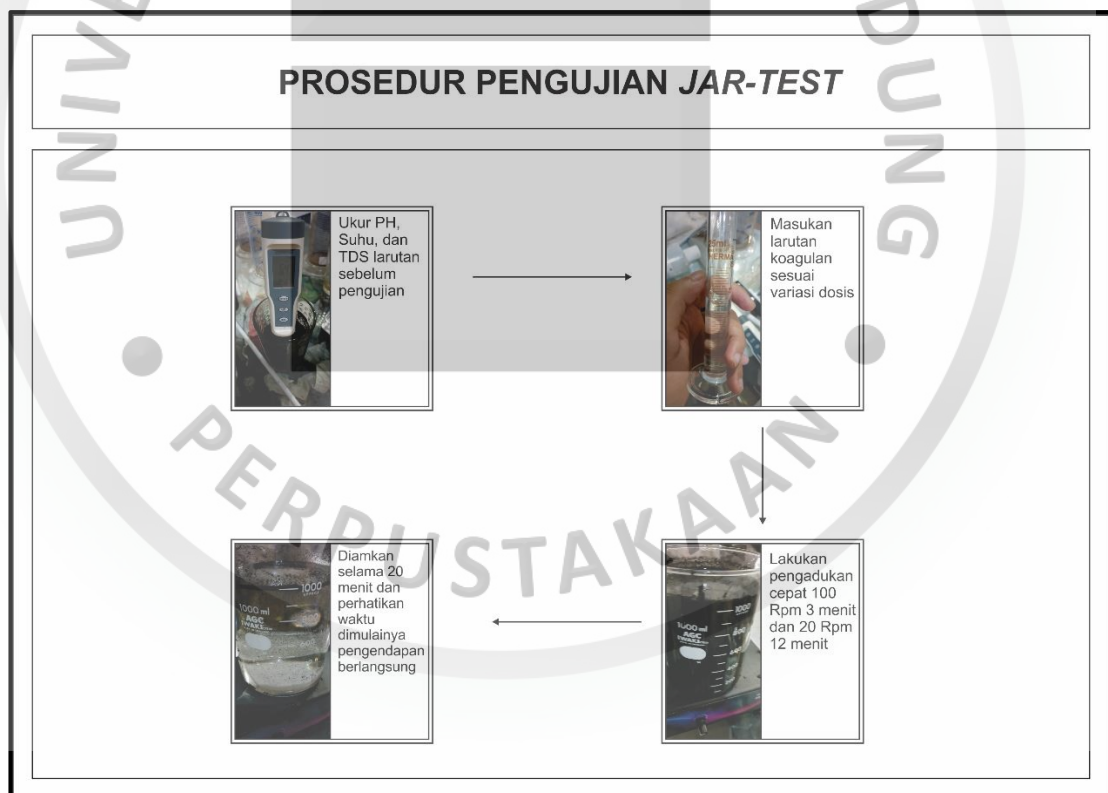
$$\begin{aligned}
 \% \text{Solid Slurry} &= \frac{\text{Berat batubara}}{\text{Berat air}} \times 100\% \\
 &= \frac{6 \text{ gr}}{1000 \text{ gr}} \times 100\% \\
 &= 0,6 \%
 \end{aligned}$$

### 4.3 Pengujian Jar-Test

Dalam metode *Jar-Test* yang digunakan merupakan metode *standart water specialist technology* di mana pengujian dapat dilihat sebagai berikut :

1. mengukur pH larutan batubara yang sebelumnya telah disiapkan

2. Mengukur suhu larutan batubara yang sebelumnya telah disiapkan
3. Mengukur TDS larutan batubara yang sebelumnya telah disiapkan
4. Masukkan larutan koagulan dengan variasi dosis (lihat 4.4 variabel penelitian)
5. Lakukanlah pengadukan cepat dengan kecepatan 100 rpm selama 3 menit.
6. Lakukanlah pengadukan lambat dengan kecepatan 20 rpm selama 12 menit
7. Diamkan selama 20 menit sehingga flok-flok yang terbentuk akan mengendap pada dasar *beaker glass*.
8. Mengukur pH larutan akhir
9. Mengukur suhu larutan akhir
10. Mengukur TDS larutan akhir



Sumber : Ardie, Wahyu, 2009

**Gambar 4. 7**  
**Prosedur Pengujian Jar-Test**

Pengujian *jar-Test* meliputi jumlah penggunaan batubara, nilai TDS, pH, Suhu, jumlah penggunaan koagulan, lama pengadukan, kecepatan pengadukan, dan lama pengendapan. Hasil pengujian *Jar-Test* dapat dilihat sebagai berikut :

**Tabel 4. 4**  
**Hasil Pengamatan *Jartest* Batubara Sub-bituminus B**

Koagulan	% Solid Slurry	Dosis koagulan (ppm)	pH	TDS (ppm)	pH	TDS (ppm)	Lama Pengendapan (detik)	Kejernihan (Fisik)
			Sebelum	Setelah	Sebelum	Setelah		
PAC	0,6	120	6,54	196	6,32	213	42,05	Jernih
		140			6,23	221	36,90	Jernih
		160			6,20	227	39,29	Jernih
		180			6,13	232	43,80	Jernih
		200			6,10	236	50,56	Jernih
Tawas	0,6	260	6,64	180	6,29	216	128,85	Keruh
		280			6,09	230	68,99	Keruh
		300			6,02	234	125,53	Keruh
		320			5,99	241	141,24	Keruh
		340			5,95	244	175,25	Keruh

Sumber : Data Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

**Tabel 4. 5**  
**Hasil Pengamatan *Jartest* Batubara Sub-bituminus A**

Koagulan	% Solid Slurry	Dosis koagulan (ppm)	pH	TDS (ppm)	pH	TDS (ppm)	Lama Pengendapan (detik)	Kejernihan (Fisik)
			Sebelum	Setelah	Sebelum	Setelah		
PAC	0,6	120	6,93	230	6,65	244	37,02	Jernih
		140			6,55	253	33,45	Jernih
		160			6,55	260	34,43	Jernih
		180			6,46	266	41,28	Jernih
		200			6,44	270	53,40	Jernih
Tawas	0,6	260	6,99	237	6,61	266	183,21	Keruh
		280			6,52	274	160,21	Keruh
		300			6,40	299	99,01	Keruh
		320			6,36	297	139,84	Keruh
		340			6,29	303	149,59	Keruh

Sumber : Data Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

**Tabel 4. 6**  
**Hasil Pengamatan Jartest Batubara Bituminus C**

Koagulan	% Solid Slurry	Dosis koagulan (ppm)	pH		TDS (ppm)		Lama Pengendapan (detik)	Kejernihan (Fisik)
			Sebelum	Setelah	Sebelum	Setelah		
PAC	0,6	120	7,57	261	7,17	265	34,94	Jernih
		140			7,09	268	25,06	Jernih
		160			6,83	272	19,03	Jernih
		180			6,76	278	30,66	Jernih
		200			6,71	281	39,38	Jernih
Tawas		260	7,62	261	7,11	274	227,65	Keruh
		280			7,04	280	211,84	Keruh
		300			6,88	294	185,46	Keruh
		320			6,81	296	127,54	Keruh
		340			6,76	307	167,44	Keruh

Sumber : Data Hasil Penelitian Tugas Akhir 2019

Dalam pengujian nilai pH terdapatnya perubahan yang terjadi. Maka di perlukannya untuk mencari nilai selisih terhadap hasil pH sebelum dan setelah pengujian. Maka rumus yang dapat digunakan untuk menentukan nilai delta pH adalah sebagai berikut :

$$\Delta pH = pH_{\text{sebelum}} - pH_{\text{setelah}} \dots\dots\dots (4.1)$$

Keterangan :

$\Delta pH$  : Selisih nilai derajat keasaman

$pH_{\text{sebelum}}$  : Nilai derajat keasaman sebelum pengujian

$pH_{\text{setelah}}$  : Nilai derajat keasaman setelah pengujian

Berdasarkan rumus di atas, didapatkan selisih nilai derajat keasaman sebagai berikut :

**Tabel 4. 7**  
**Hasil Selisih Nilai pH Pengamatan Jar-Test Batubara Sub-bituminus B**

Koagulan	Dosis koagulan (ppm)	$\Delta$ pH
PAC	120	0,22
	140	0,31
	160	0,34
	180	0,41
	200	0,44
Tawas	260	0,35
	280	0,55
	300	0,62
	320	0,65
	340	0,69

Sumber : Data Hasil Perhitungan Tugas Akhir 2019

**Tabel 4. 8**  
**Hasil Selisih Nilai pH Pengamatan Jar-Test Batubara Sub-bituminus A**

Koagulan	Dosis koagulan (ppm)	$\Delta$ pH
PAC	120	0,28
	140	0,38
	160	0,38
	180	0,48
	200	0,50
Tawas	260	0,38
	280	0,47
	300	0,59
	320	0,63
	340	0,70

Sumber : Data Hasil Perhitungan Tugas Akhir 2019



**Tabel 4. 9**  
**Hasil Selisih Nilai pH Pengamatan Jar-Test Batubara Bituminus C**

Koagulan	Dosis koagulan (ppm)	$\Delta pH$
PAC	120	0,40
	140	0,48
	160	0,74
	180	0,81
	200	0,86
Tawas	260	0,51
	280	0,57
	300	0,74
	320	0,81
	340	0,86

Sumber : Data Hasil Perhitungan Tugas Akhir 2019

Contoh perhitungan :

$$\begin{aligned} \Delta pH &= pH_{\text{sebelum}} - pH_{\text{setelah}} \\ &= 7,57 - 7,17 \\ &= 0,50 \end{aligned}$$

#### 4.4 Variabel Penelitian

Variabel bebas merupakan variabel yang telah ditentukan dengan nilai tertentu sedangkan variabel terikat merupakan variabel yang diukur dari hasil penelitian. Berikut merupakan variabel yang ada pada penelitian :

##### 4.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yang digunakan dalam pengujian adalah :

1. TDS awal dan akhir
2. Suhu awal dan akhir
3. pH awal dan akhir

##### 4.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat yang digunakan dalam pengujian adalah :

1. Dosis larutan koagulan PAC yang digunakan 120, 140, 160, 180 dan 200 ppm berdasarkan kisaran laporan pendahuluan oleh wahyu pada tahun 2009 dengan rentang 20 – 440 ppm.
2. Dosis larutan koagulan tawas yang digunakan 260, 280, 300, 320 dan 340 ppm berdasarkan kisaran laporan pendahuluan oleh wahyu pada tahun 2009 dengan rentang 20 – 440 ppm.

#### 4.5 Data Pengamatan

Data yang diamati dalam pengujian adalah :

1. Nilai kalori batubara
2. Parameter Batubara (*Free moisture, inherent moisture, ash content, Volatile matter, dan fixed carbon*) hasil analisis proksimat
3. TDS awal dan akhir larutan
4. Suhu awal dan akhir larutan
5. pH awal dan akhir larutan

#### 4.6 Pengolahan Data

Data-data yang dapat ditampilkan dalam bentuk :

1. Grafik dosis koagulan terhadap nilai TDS akhir pada jenis Batubara berbeda.
2. Grafik dosis Koagulan terhadap nilai pH akhir pada jenis Batubara berbeda.
3. Grafik dosis koagulan terhadap nilai suhu akhir pada jenis Batubara berbeda.
4. Tabel perubahan nilai TDS, pH, dan suhu tiap koagulan pada jenis batubara berbeda.