

# **PENYUSUNAN STANDAR OPERASIONAL PROSEDUR (SOP) ANALISIS KIMIA PROKSIMAT BATUBARA**

Oleh:

Iudhi Oki Prahesthi, Fitro Zamani

Sub Bidang Laboratorium Pusat Sumber Daya Geologi

## **SARI**

Penentuan proksimat merupakan metode awal dalam penentuan kualitas batubara yang meliputi penentuan kandungan kadar air, zat terbang, abu dan karbon tertambat. Standard Operation Prosedur (SOP) analisis proksimat diperlukan untuk memberikan acuan bagi analis untuk menghasilkan nilai hasil uji yang presisi dan akurat. Penyusunan SOP analisis kimia proksimat baik instrumen dan manual batubara telah dilakukan melalui penulusuran dan mengadopsi metode baku dengan menggabungkan instruksi kerja alat melalui pembahasan sehingga menghasilkan prosedur baku analisis proksimat batubara. Uji banding antara dua metode analisis (proksimat instrumen dan manual) dilakukan untuk melihat adanya keberterimaan diantara kedua metode dengan menggunakan statistik uji T. Dari uji T menunjukkan bahwa kedua metode baik instrumen dan manual tidak menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan, sehingga kedua metode dapat digunakan di laboratorium.

## **PENDAHULUAN**

Potensi sumber daya batubara di Indonesia sangat melimpah, terutama di Pulau Kalimantan dan Pulau Sumatera. Badan Geologi Nasional memperkirakan Indonesia masih memiliki 120,53 miliar ton sumber daya batubara dan 31,35 miliar ton cadangan batu bara. Kualitas suatu batubara dapat ditentukan dengan cara analisa parameter tertentu baik secara fisik maupun secara kimia. Umumnya, untuk menentukan kualitas batubara

dilakukan analisa kimia pada batubara di laboratorium yang diantaranya berupa analisis proksimat, analisis ultimat dan nilai kalor.

Penentuan proksimat merupakan metode awal dalam penentuan kualitas batubara yang meliputi penentuan kandungan kadar air, zat terbang, abu dan karbon tertambat dalam batubara. Dengan mengetahui kadar air dan abu dapat memperkirakan berapa nilai kalori dari batubara dimana semakin tinggi kadar

air dan abu akan menghasilkan kalori yang rendah. Zat terbang juga salah satu pengotor dalam batubara dan dapat menentukan *range* batubara selain nilai kalor. Keberadaan zat terbang yang tinggi dapat menyebabkan batubara terbakar dengan sendiri (*self burning*). Karena sangat pentingnya parameter proksimat dalam batubara diperlukan analisis yang presisi dan akurat dalam metode analisisnya.

Penyusunan SOP analisis kimia proksimat batubara diperlukan untuk memberikan acuan atau pedoman standar bagi analisis dalam mengidentifikasi, mengevaluasi, mengembangkan dan memonitor kegiatan analisis tersebut baik secara instrumen atau manual untuk mengurangi tingkat kesalahan dan kelalaian (*human error*) serta dapat meningkatkan efisiensi dan efektivitas dari pekerjaan tersebut. Dalam penyusunan ini juga dibandingkan dua metode, proksimat instrumen dengan manual menggunakan analisis statistik uji T.

## **METODOLOGI**

Penyusunan SOP Analisis Proksimat conto batubara secara instrumen dan manual dilakukan dengan mempelajari dan mengadopsi metode baku baik dari ASTM dan ISO, kemudian dimodifikasi dengan penambahan materi dari

*manual book* alat analisis proksimat yang digunakan di laboratorium. Conto batubara dari daerah Muara Enim, Sumatera Selatan dan daerah Banten dianalisis proksimat menggunakan instrumen atau manual, selanjutnya dibandingkan kedua hasilnya menggunakan uji T.

## **STANDAR OPERASIONAL PROSEDUR (SOP) ANALISIS KIMIA PROKSIMAT BATUBARA**

Standar Operasional Prosedur (SOP) Analisis Kimia Proksimat Batubara ini meliputi dua metode, yaitu metode analisis proksimat batubara dengan menggunakan instrumen dan metode analisis proksimat batubara dengan metode manual.

## **ACUAN**

Acuan yang dipergunakan untuk Standar Operasional Prosedur (SOP) Analisis Kimia Proksimat Batubara ini adalah sebagai berikut :

- ASTM D 2013/D 2013M-09 *Standard Practice for Preparing Coal Samples for Analysis*
- ASTM D5142-09 *Standard Test Methods for Proximate Analysis of the Analysis Sample of Coal and Coke by Instrumental Procedures (Withdrawn 2010)*
- ASTM D7582-10 *Standard test Methods for Proximate Analysis of*

*Coal and Coke by macro Thermogravimetric Analysis*

- ISO 11722:1999 *Solid Mineral fuels – Hard Coal – Determination of Kadar air in the general analysis test sample by drying in nitrogen*
- ISO 562 : 1998 *Hard Coal and Coke – Determination of Zat terbang Matter*
- ISO 1171:1997 *Solid Mineral Fuels – Determination of Ash Content*
- ASTM D3172-07a *Standard Practice for Proximate Analysis of Coal and Coke*
- *Manual Book Instrument Thermogravimetry Analysis TGA 601*

### **RUANG LINGKUP**

SOP Proksimat Batubara meliputi analisis kadar air (*moisture*), kadar zat terbang (*volatile matter*), kadar abu (*ash*) dan karbon tertambat (*fixed carbon*) dari conto batubara dengan menggunakan instrumen TGA dan secara manual menggunakan alat Carbolite.

### **PRINSIP**

Prinsip dari analisis proksimat adalah secara gravimetri yaitu pengukuran berdasar perbedaan berat setelah dilakukan pemanasan. Pemanasan untuk analisis kadar air dilakukan pada temperatur 105 – 110°C, sedangkan untuk zat terbang pada temperatur

950°C untuk proksimat instrumen dan 900°C untuk proksimat manual selama 7 menit. Temperatur untuk kadar abu adalah 750°C untuk proksimat instrumen dan 815°C untuk proksimat manual.

### **SOP ANALISIS KIMIA PROKSIMAT BATUBARA DENGAN METODE INSTRUMEN**

**Alat dan Bahan:** Batubara 212 µm, neraca analitik, alat TGA 601, gas oksigen, gas nitrogen, dan udara tekan.

**Prosedur / Cara Kerja:** Nyalakan instrumen TGA 601. Buka gas oksigen, gas nitrogen dan udara tekan. Masukkan no analisa dan ± 1 gram conto batubara ke dalam cawan yang berada diposisi tengah (tanda dot/titik). Tekan *next*, furnace akan menutup dan cawan akan ditiimbang secara otomatis. Ulangi untuk conto selanjutnya. TGA akan *running* pada temperatur 105-110°C untuk analisis kadar air selama 90 - 120 menit Selanjutnya tekan *next*, tutup *furnace* terbuka, pasang tutup cawan pada masing-masing cawan. TGA akan *running* pada temperatur 950°C untuk kadar zat terbang. Setelah ± 60 menit alat ini akan berbunyi, tekan *next* sehingga tutup *furnace* terbuka. Ambil tutup cawan. Selanjutnya adalah analisis kadar abu pada temperatur 750°C selama ± 60 menit. Setelah selesai, TGA akan mengitung secara

otomatis data karbon tertambat (*fixed carbon*) dan data hasil analisis secara keseluruhan.

Perbedaan yang diijinkan untuk analisis proksimat dengan metode instrumen dapat dilihat pada tabel 1.

**Tabel 1. Perbedaan yang diijinkan analisis proksimat dengan metode instrumen**

Parameter	Repeatability	Reproducibility
- Kadar air	0.20 + 0.012 Y	0.24 + 0.034 Y
- Kadar zat terbang	0.29 + 0.014 Y	0.62 + 0.047 Y
- Kadar abu	0.07 + 0.029 Y	0.14 + 0.023 Y

### SOP ANALISIS KIMIA PROKSIMAT BATUBARA DENGAN METODE MANUAL

#### SOP Analisis Penentuan Kadar Air

**Alat dan Bahan:** Oven (*minimum free space oven*), Cawan timbang dengan tutup, neraca analitik, penjepit cawan, desikator, gas nitrogen, batubara 212 µm.

**Prosedur / Cara Kerja:** Atur suhu oven pada temperatur 105°C sampai 110°C sambil mengalirkan gas nitrogen. Timbang 1,0000 gram conto batubara kedalam botol timbang yang telah diketahui beratnya. Tempatkan tutup botol timbang dibawah masing-masing botol tsb. Masukkan botol timbang berisi conto kedalam oven. Panaskan botol timbang berisi conto selama 1 ½ - 3 jam.

Angkat botol timbang berisi conto yang sudah kering dari dalam oven,

dan letakkan di atas lempengan logam sambil ditutup. Biarkan selama 10 menit, selanjutnya pindahkan kedalam *desikator*. Timbang bila sudah dingin. Bila pemanasan belum sempurna ulangi pemanasan ± 30 menit dan perbedaan penimbangan tidak lebih dari 1 mg.

**Perhitungan:** Kadar air conto batubara dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut :

$$M_{ad}(\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\%$$

Dengan :

$M_{ad}$  adalah kadar air lembab dari conto batubara (%),  $m_1$  adalah berat cawan dan tutup (gram),  $m_2$  adalah berat cawan dan tutup + conto sebelum dipanaskan (gram),  $m_3$  adalah berat cawan dan tutup + conto setelah dipanaskan (gram)

Perbedaan yang diijinkan dalam analisis kadar air metode manual sesuai dengan tabel 2

**Tabel 2. Perbedaan yang diijinkan analisis kadar air metode manual**

Kadar air	Repeatability	Reproducibility
Batubara dengan kadar air lembab < 5 %	0,10	-
Batubara dengan kadar air lembab ≥ 5 %	0,15	-

**SOP Analisis Penentuan Kadar Zat Terbang**

**Alat dan Bahan:** Muffle furnace, cawan silika bertutup, dudukan kawat baja sebagai tempat cawan, *stop watch*, lempengan logam aluminium, neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg, tang penjepit, batubara 212 µm.

**Prosedur / Cara Kerja:** Letakan cawan silika dan tutupnya dalam dudukan kawat baja, lalu panaskan pada suhu 900° C selama 7 menit. Angkat dudukan dan cawan dari dalam furnace lalu dinginkan di atas lempengan logam selama 5 menit, kemudian masukkan ke dalam desikator. Setelah dingin timbang cawan dengan tutupnya. Timbang 1,0000 gram contoh batubara dalam cawan tersebut. Ratakan permukaan contoh dengan cara mengetuk-ngetukan dasar cawan secara perlahan.

Letakkan cawan dalam keadaan tertutup di atas dudukan. Masukkan dudukan tadi ke dalam muffle furnace, panaskan 900°C selama tepat 7 menit. Angkat dudukan dari furnace, dinginkan di atas lempengan logam selama 5 menit dan lanjutkan di dalam desikator. Timbang cawan bila sudah dingin.

**Perhitungan:** Kadar zat terbang contoh batubara dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$\text{Kadar zat terbang (\%)} = \left[ \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \right] - M_{ad}$$

Dengan :

$m_1$  : berat cawan dan tutup (gram),

$m_2$  : adalah berat cawan dan tutup + contoh sebelum pemanasan (gr)

$m_3$  : berat cawan dan tutup + contoh setelah pemanasan (gram),

$M_{ad}$  : kadar air ( % )

Perbedaan yang diijinkan dalam analisis kadar zat terbang secara manual sesuai dengan tabel 3.

**Tabel 3. Perbedaan yang diijinkan analisis kadar zat terbang metode manual**

Jenis contoh	Repeatability	Reproducibility
- Batubara kadar VM < 10 % - Batubara kadar VM ≥ 10 %	0,30 % absolut 3 % dari hasil rata-rata	0,5 % absolut 0.5 % absolut atau 4 % dari hasil rata-rata yang lebih besar

### SOP Analisis Penentuan Kadar Abu

**Alat dan Bahan:** muffle furnace, cawan silica, neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg, desikator, lempengan logam aluminium dan tang penjepit, batubara 212

**Prosedur / Cara Kerja:** Panaskan cawan pada 815°C ± 10°C selama 15 menit, angkat, dinginkan lalu timbang. Timbang 1,0000 gram contoh batubara ke dalam cawan yang telah diketahui beratnya. Panaskan conto tersebut dalam *muffle furnace* pada temperatur ruangan kemudian dinaikkan sampai temperatur 500°C dalam waktu 60 menit dan biarkan pada suhu ini selama 30 menit. Pemanasan dilanjutkan sampai mencapai temperatur 815°C dan biarkan pada temperatur ini paling sedikit 60 menit. Setelah pembakaran dianggap sempurna, pindahkan cawan dari furnace. Letakkan diatas lempengan logam selama 10 menit

masukkan kedalam desikator, timbang setelah dingin (temperatur kamar). Bila pembakaran kurang sempurna, panaskan kembali cawan + abu ± 15 menit pada 815°C dan perbedaan penimbangan tidak lebih dari 1 mg.

**Perhitungan:** Kadar abu conto batubara dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut :

$$\text{Kadar abu (\%)} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

Dengan :

$m_1$  : berat cawan dan tutup kosong (gram)

$m_2$  : berat cawan dan tutup dengan contoh (gram)

$m_3$  : berat cawan dan tutup ditambah abu (gram).

Perbedaan yang diijinkan dalam analisis kadar zat terbang secara manual sesuai dengan tabel 4.

**Tabel 4. Perbedaan yang diijinkan analisis kadar abu metode manual**

Jenis conto	repeatability	reproducibility
- Batubara dengan abu < 10 %	0,2 % absolut	0.3 % absolut
- Batubara dengan abu ≥ 10 %.	2 % dari hasil rata-rata	3 % dari hasil rata-rata

### SOP Analisis Penentuan Karbon

#### Tertambat

Penentuan kadar karbon tertambat dengan perhitungan sbb :

% Karbon tertambat = 100 – (kadar air + kadar zat terbang + kadar abu)

### HASIL PENGUJIAN / ANALISIS

Conto - conto yang diperoleh dari hasil uji petik di lokasi selanjutnya dianalisis proksimat dengan menggunakan metode dari ASTM dan ISO pada Tabel 5.

**PERBANDINGAN METODE PROKSIMAT MANUAL DAN INSTRUMEN TGA 601 SECARA STATISTIK MENGGUNAKAN UJI-T**

Perhitungan statistik untuk dua metoda analisis proksimat yang berbeda dilakukan untuk melihat adanya keberterimaan diantara kedua metode tersebut menggunakan uji T.

**Kadar air**

Perbandingan nilai kadar air dengan menggunakan dua metode dapat dilihat pada tabel berikut ini:

KODE CONTOH : TAL 59

PENGULANGAN	TGA-601 (%)	Manual(%)
1	5.27	5.24
2	5.39	5.32
3	5.32	5.05
4	5.37	5.35
5	5.42	5.24
6	5.41	5.41
7	5.43	5.54
8	5.44	5.52

Dengan menggunakan perhitungan statistik uji -T excel diperoleh data sbb:

t-Test: Paired Two Sample for Means		
	Variable 1	Variable 2
Mean	5.38125	5.33228396
Variance	0.003498	0.025308601
Observations	8	8
Pearson Correlation	0.709408	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	7	
t Stat	1.113989	
P(T<=t) one-tail	0.151033	
t Critical one-tail	1.894579	
P(T<=t) two-tail	0.302067	
t Critical two-tail	2.364624	

Dari data diatas, T hitung yang dihasilkan sebesar 1.1, Sedangkan T tabel 2.36.

Karena t hitung (1.1) < t tabel (2.36), maka disimpulkan perbedaan hasil kedua metode tidak signifikan.

**Kadar zat terbang**

Perbandingan kadar zat terbang dengan menggunakan dua metode dapat dilihat pada tabel berikut ini:

KODE CONTOH : BYH 3-7000

PENGULANGAN	TGA-601 (%)	Manual(%)
1	24.60	24.95
2	24.76	24.70
3	24.56	24.94
4	24.40	24.91
5	24.57	24.60
6	24.63	24.76
7	24.63	24.56
8	24.67	24.40

Dengan menggunakan perhitungan statistik uji -T excel diperoleh data sbb:

t-Test: Paired Two Sample for Means		
	Variable 1	Variable 2
Mean	24.60125	24.72545
Variance	0.010976786	0.040422
Observations	8	8
Pearson Correlation	-0.502346553	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	7	
t Stat	-1.304063037	
P(T<=t) one-tail	0.116726928	
t Critical one-tail	1.894578604	
P(T<=t) two-tail	0.233453855	
t Critical two-tail	2.364624251	

Dari data diatas, T hitung yang dihasilkan sebesar 1.30, Sedangkan T tabel 2.36

Karena t hitung (1.30) < t tabel (2.36), maka disimpulkan perbedaan hasil kedua metode tidak signifikan

### Kadar abu

Perbandingan kadar abu dengan menggunakan dua metode dapat dilihat pada tabel berikut ini:

KODE CONTOH : TAL 70

PENGULANGAN	TGA-601 (%)	Manual (%)
1	2.14	2.21
2	2.26	2.16
3	2.20	2.17
4	2.24	2.20
5	2.29	2.25
6	2.18	2.21
7	2.19	2.16
8	2.26	2.27

Dengan menggunakan perhitungan statistik uji – T excel diperoleh data sbb:

t-Test: Paired Two Sample for Means		
	Variable 1	Variable 2
Mean	2.22	2.20375
Variance	0.002542857	0.001655357
Observations	8	8
Pearson Correlation	0.369037921	
Hypothesized Mean Difference	0	
df	7	
t Stat	0.887182327	
P(T<=t) one-tail	0.202215129	
t Critical one-tail	1.894578604	
P(T<=t) two-tail	0.404430258	
t Critical two-tail	2.364624251	

Dari data diatas, T hitung yang dihasilkan sebesar 0.89, sedangkan T tabel 2.36

Karena t hitung (0.89) < t tabel (2.36), maka disimpulkan perbedaan hasil kedua metode tidak signifikan.

### KESIMPULAN DAN SARAN

Dari hasil penyusunan Standar Operasional Prosedur (SOP) Analisis Kimia Proksimat Batubara telah menghasilkan sebuah prosedur kerja baku yang terbagi menjadi SOP Analisis Kimia Proksimat Batubara dengan metode Instrumentasi dan SOP Analisis Kimia Proksimat Batubara dengan metode manual yang dapat digunakan analisis di laboratorium sehingga hasil pekerjaan yang didapatkan akan lebih terstruktur, terorganisir, efektif dan efisien.

Hasil analisis kimia proksimat batubara menunjukkan tidak adanya perbedaan signifikan antara metode instrumen atau metode manual sehingga kedua metode dapat digunakan di laboratorium.

Penerapan SOP ini dapat berjalan dengan baik apabila manajemen menyiapkan mekanisme monitoring untuk memastikan SOP ini dilaksanakan secara baik dan konsisten. Untuk itu disarankan agar penerapan SOP ini dapat berhasil, setiap pelaksana dalam hal ini analisis diharuskan dan diwajibkan untuk



dapat menguasai serta menjaga komitmen dari SOP yang telah ditetapkan. Hal ini dapat dilakukan

melalui sarana informasi dan pelatihan - pelatihan yang berjenjang dan berkelanjutan.

### FOTO-FOTO PERALATAN ANALISIS PROKSIMAT BATUBARA

#### PERALATAN ANALISIS PROKSIMAT



#### PERALATAN ANALISIS PROKSIMAT



**Tabel 5. Resume Hasil Perbandingan Nilai Proksimat menggunakan Instrumen dan Manual**

No Analisis	Kode Conto	Kadar Air (%)		Kadar Zat terbang (%)		Kadar Karbon tertambat (%)		Kadar Abu (%)	
		Instrumen	Manual	Instrumen	Manual	Instrumen	Manual	Instrumen	Manual
20140200233	TAL 59	5.38	5.33	47.39	45.95	46.19	47.48	1.04	1.24
20140200235	TAL 67	3.55	3.89	49.11	48.38	43.20	43.87	4.14	4.03
20140200236	TAL 70	2.07	1.69	41.41	40.81	54.3	55.29	2.22	2.20
20140200238	TAL 80	1.20	1.03	17.81	17.39	76.86	77.56	4.13	4.02
20140200420	BYH 1-5000	2.37	2.27	27.28	27.73	33.91	33.29	36.44	36.71
20140200421	BYH 2-5800	2.03	1.75	24.60	24.87	28.93	28.52	44.45	44.86
20140200422	BYH 3-7000	2.84	2.66	43.20	42.51	51.27	52.43	2.69	2.40