

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini terdiri dari tahap preparasi, ekstraksi pelindian, karakterisasi dan pengujian kinerja. Setiap tahapan dilaksanakan di Laboratorium Riset dan Laboratorium Instrumentasi Kimia FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia. Beberapa karakterisasi menggunakan fasilitas di institusi lain (BRIN, Pusat Teknologi Bersih dan Nanoteknologi, dan PPNN ITB) dengan prosedur penyewaan instrumentasi. Waktu penelitian dimulai dari bulan Juli 2022 sampai Maret 2023.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1. Alat yang digunakan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu batang pengaduk, spatula, pengaduk magnetik, kaca arloji, gelas kimia, gelas ukur, pipet tetes, neraca analitik, tabung *schlenk*, *thermometer*, desikator, vial, *syringe*, *syringe* filter nylon 0,22 μ m, *hot plate*, *oven*, saringan 200 *mesh*, mortar dan alu. Untuk karakterisasi digunakan *Fourier Transmission Infra-Red (FT-IR)*, *Differential Scanning* dan *Calorimetry (DSC)*, *X-Ray fluorescence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, dan *Scanning electron microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)*.

3.2.2. Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan pada penelitian adalah limbah residu penambangan bauksit berupa *red mud* yang berasal dari Kalimantan Barat sebagai sampel yang akan di pungut ulang (*recovery*). Bahan komponen EILs yaitu betain (Sigma-Aldrich, *perchloric acid titration* $\geq 98\%$, *solid*, MW: 117,15 g/mol) sebagai HBA, dan asam cis-oleat (ALDRICH, *technical grade 90%*, *liquid*, MW: 282,46 g/mol) sebagai HBD.

3.3 Tahap Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan 6 tahap yaitu tahap preparasi sampel *red mud*, sintesis EILs, karakterisasi struktur EILs, uji sifat fisiokimia EILs, uji

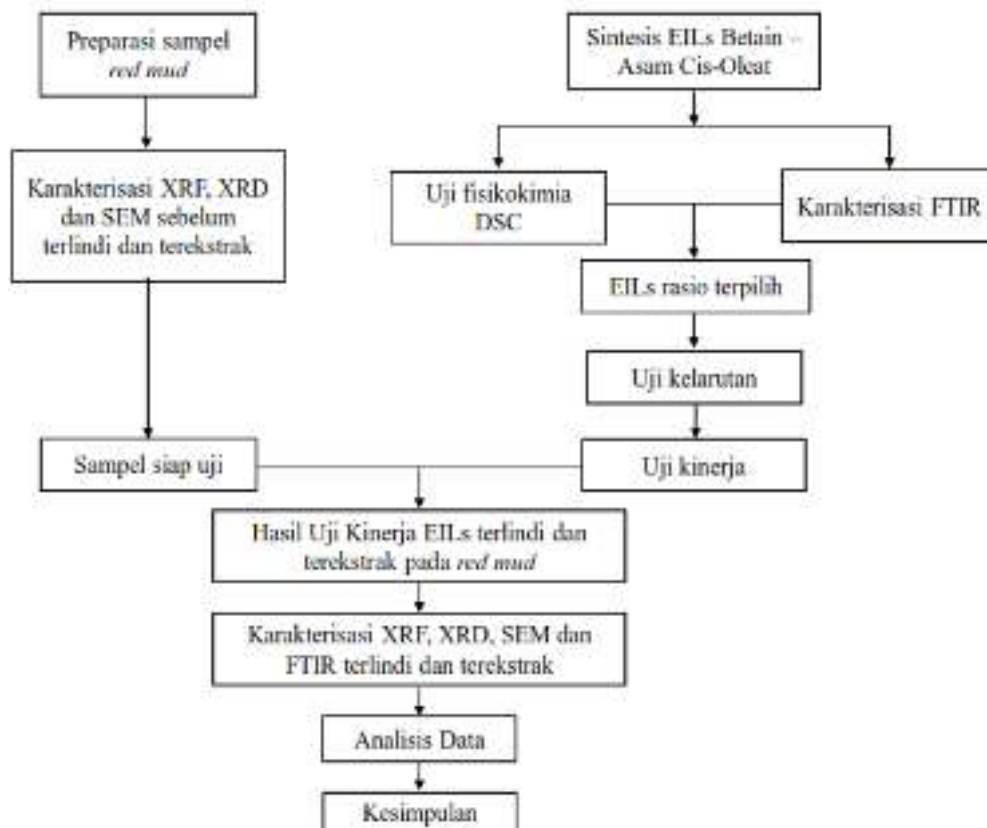
Mia Widyaningsih, 2023

STUDI PEMBENTUKAN CAIRAN IONIK EUTEKTIK BERBASIS BETAIN-ASAM CIS-OLEAT DAN PENGGUNAAN NYA SEBAGAI PELINDI PADA PROSES PUNGUT ULANG LOGAM TANAH JARANG DARI RED MUD

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

kelarutan EILs, dan uji kinerja ekstraksi dan pelindian pungut ulang REEs dari *red mud*. Bagan alir penelitian dapat dilihat pada **Gambar 3.1**.

Pada tahap pertama preparasi sampel *red mud*, tahap selanjutnya dilakukan proses sintesis EILs yaitu pencampuran betain (HBA) dengan asam cis-oleat (HBD) pada rasio molar 1:1, 1:2, 1:3, 1:4, 1:5, 1:6 dan 1:7. Pada tahap selanjutnya dilakukan karakterisasi struktur EILs menggunakan instrument FTIR dan karakterisasi *red mud* menggunakan instrumen XRF, SEM, dan XRD. Selanjutnya uji sifat fisikokimia EILs menggunakan instrumen DSC, kemudian diuji kelarutan EILs menggunakan *aquabidest, methanol, ethanol, diethyl ether, dan acetonitrile*. Pada tahap yang terakhir yaitu uji kinerja EILs sebagai pelindi dan pengeksrak REEs pada *red mud*.



Gambar 3.1 Bagan Alir Penelitian

3.3.1. Preparasi Sampel *Red Mud*

Proses preparasi sampel *red mud* yang pertama dilakukan yaitu pengeringan menggunakan cara tradisional dibawah sinar matahari selama 2 hari dan dipanaskan pada oven dengan suhu 100°C selama 24 jam kemudian dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian disaring dan menghasilkan partikel 200 *mesh*.

3.3.2. Sintesis EILs Betain-Asam cis-oleat

Sintesis EILs dilakukan dengan mencampurkan dua komponen yaitu betain sebagai aseptor ikatan hidrogen dan asam cis-oleat sebagai donor ikatan hidrogen yang dimasukkan ke dalam tabung *Schlenk*, pencampuran betain dengan asam cis-oleat dilakukan dengan memvariasikan rasio yaitu 1:1 sampai 1:7 dalam molaritas 0,03 mol, selanjutnya dilakukan proses pemanasan menggunakan penangas pasir di atas permukaan *hot plate* pada suhu sekitar 80-100°C, kemudian diaduk

Mia Widyaningsih, 2023

STUDI PEMBENTUKAN CAIRAN IONIK EUTEKTIK BERBASIS BETAIN-ASAM CIS-OLEAT DAN PENGGUNAAN NYA SEBAGAI PELINDI PADA PROSES PUNGUT ULANG LOGAM TANAH JARANG DARI RED MUD

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

menggunakan pengaduk magnet dengan kecepatan 500 rpm hingga terbentuk larutan yang homogen.

3.3.3. Karakterisasi Sampel *Red Mud*

Dilakukan karakterisasi *red mud* dengan menggunakan instrumen XRF (EDAX AMETEK merek ORBIS) dengan rentang elemen energi diukur pada 40kV, 335 μ A dengan vakum selama 90 detik untuk mengetahui komposisi dan konsentrasi logam tanah jarang awal pada *red mud*, serta menggunakan instrument XRD (Ringaku D/MAX, Cu-Ka) dengan 2θ 1.54060 Å pada rentang 3° hingga 90° untuk mengidentifikasi fase dan mengetahui informasi dimensi unit sel pada *red mud* dan menggunakan instrument SEM-EDX (HITACHI SU3500) dengan energi yang digunakan adalah 15,0kV untuk mengetahui topologi permukaan material REEs awal *red mud*.

3.3.4. Karakterisasi EILs Betain-Asam Cis-Oleat

Dilakukan karakterisasi EILs betain-asam cis-oleat menggunakan instrumen FTIR (*Prestige 21* Shimadzu FTIR Spectrometer). Spektrum direkam pada 400-4000 cm^{-1} dengan resolusi 1 cm^{-1} yang bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa, gugus fungsi, dan menganalisis campuran pada EILs.

3.3.5. Uji Fisikokimia EILs Betain-Asam Cis-Oleat

Pada tahap selanjutnya uji fisikokimia EILs betain–asam cis-oleat menggunakan instrumen DSC (NETZSCH DSC 214 Polyma) pada rentang suhu 25°C–(-)150°C. Percobaan dilakukan di bawah atmosfer nitrogen (50 mL/menit), dengan 5-10 mg sampel dalam wadah tertutup yang bertujuan untuk menentukan sifat termal EILs.

3.3.6. Uji Kelarutan EILs Betain-Asam Cis-Oleat Terpilih

Kemudain selanjutnya rasio molar EILs betain–asam cis-oleat yang terpilih diuji kelarutan dengan menggunakan perbandingan 1 mL EILs: 1 mL pelarut (*diethyl ether, acetonitrile, aquabidest, ethanol* dan *methanol*). Dipilih larutan yang paling homogen dalam melarutkan EILs untuk digunakan pada proses ekstraksi setelah pelindian.

Mia Widyaningsih, 2023

STUDI PEMBENTUKAN CAIRAN IONIK EUTEKTIK BERBASIS BETAIN–ASAM CIS-OLEAT DAN PENGGUNAAN NYA SEBAGAI PELINDI PADA PROSES PUNGUT ULANG LOGAM TANAH JARANG DARI RED MUD

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.3.7. Preparasi Sampel untuk Uji Kinerja

Pada tahap ini sampel *red mud* yang akan diekstraksi dan dilindi oleh EILs betain-asam cis-oleat dengan perbandingan massa *red mud* 1 gr dan volume EILs 20 mL (L/S) dilakukan proses ekstraksi dalam kondisi suhu 80°C, putaran 500 rpm, dan selama 48 jam, setelah proses ekstraksi dan pelindian kemudian dilakukan proses sentrifugasi untuk memisahkan padatan sampel dan EILs. Sentrifugasi dilakukan sebanyak 4 kali dengan putaran 3000 rpm/20 menit, kemudian EILs dan sampel dipisahkan fasa padat dengan fasa cair nya, untuk fasa padat dicuci dengan methanol dan dikeringkan kemudian ditempatkan pada botol vial 5mL dan selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, XRF dan SEM-EDX serta untuk fasa cair (EILs) disaring menggunakan *syringe* dan *syringe* filter nylon 0,22 µm.

Dengan cara kerja yang sama kemudian dilakukan ekstraksi dan pelindian dengan berbagai variasi yaitu variasi Suhu, Waktu, dan *Liquid* (mL)/ *Solid* (g) (L/S) yaitu sebagai berikut:

- a) Variasi Waktu Pelindian: 12, 24, 36, dan 48 jam.
Kondisi: T=80°C, L/S = 20/1 dan Putaran = 500 rpm
- b) Variasi Suhu: 40, 60, 80 dan 100°C.
Kondisi: t = 48 h, L/S = 20/1 dan Putaran = 500 rpm
- c) variasi L/S: 10/1, 20/1, 30/1
Kondisi: t = 48 h, T = 80 °C, dan Putaran = 500 rpm

3.3.8. Uji Kinerja EILs sebagai Pelindi

Kinerjanya EILs sebagai pelarut ionik dalam proses pelindi REEs dari *red mud*, bagian residu dan filtrat diuji menggunakan XRF untuk menentukan komposisi dan konsentrasi logam tanah jarang terlindi pada proses pungut ulang, dan bagian filtrat EILs juga dilakukan karakterisasi FTIR untuk mengidentifikasi senyawa, gugus fungsi, dan menganalisis EILs setelah proses pungut ulang REEs. Kemudian bagian residu juga dilakukan karakterisasi XRD untuk mengidentifikasi fase dan mengetahui informasi dimensi unit sel pada *red mud* yang telah terlindi serta dilakukan karakterisasi SEM-EDX untuk mengetahui topologi permukaan material REEs terlindi setelah proses pungut ulang, kemudian selanjutnya dilakukan analisis data dan ditarik kesimpulan.

Mia Widyaningsih, 2023

STUDI PEMBENTUKAN CAIRAN IONIK EUTEKTIK BERBASIS BETAIN-ASAM CIS-OLEAT DAN PENGGUNAAN NYA SEBAGAI PELINDI PADA PROSES PUNGUT ULANG LOGAM TANAH JARANG DARI RED MUD

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu