

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material dan Laboratorium Kimia Instrumen, Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI. Untuk karakterisasi dilaksanakan di Laboratorium Kimia Instrumen Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA UPI dan Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi ITB. Penelitian berlangsung dari bulan Februari 2023 hingga bulan Juli 2023.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu tabung *Schlenk*, gelas kimia, botol vial, spatula, *syringe*, *nylon syringe filter* 0,22 μm , saringan *mesh* no. 100, 140, dan 200, termometer, neraca analitik, *hot plate magnetic stirrer*, desikator, oven, *centrifuge*, mortar dan alu. Untuk karakterisasi digunakan instrumen *X-Ray Fluorescence spectrometry* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* dengan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS), dan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu bijih nikel laterit yang berasal dari Pulau Obi sebagai sampel yang akan dilindi. Untuk sintesis EIL digunakan kolin klorida dan betain sebagai akseptor ikatan hidrogen (HBA), dan asam oksalat sebagai donor ikatan hidrogen (HBD). Selain itu digunakan juga metanol untuk pencucian.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap, yaitu preparasi sampel bijih nikel laterit, sintesis EIL, karakterisasi sampel, karakterisasi EIL, uji parameter pelindian, dan perhitungan persen ekstraksi logam.

3.3.1 Preparasi Sampel Bijih Nikel Laterit

Kedua bijih nikel laterit dihancurkan dan dihaluskan dengan mortar dan alu. Sampel yang sudah halus kemudian disaring untuk mendapatkan fraksi ukuran partikel yang berbeda menggunakan ayakan *mesh* no. 100, 140, dan 200.

3.3.2 Sintesis EIL Kolin Klorida-Asam Oksalat

Sintesis EIL kolin klorida-asam oksalat (EIL CO) dilakukan dengan mencampurkan dua komponen yaitu kolin klorida sebagai HBD dan asam oksalat sebagai HBA. Rasio kolin klorida dan asam oksalat yang digunakan yaitu 1:1, di mana pada rasio ini merupakan titik eutektik kedua campuran, sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Abbott et al. (2004). Kolin klorida dan asam oksalat dimasukkan ke dalam tabung *Schlenk*, selanjutnya dilakukan proses pemanasan menggunakan penangas pasir di atas permukaan *hot plate* pada suhu 100°C dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 500 rpm hingga terbentuk larutan yang homogen. Jumlah mol yang dibutuhkan untuk satu kali pelindian (10 mL EIL) yaitu 0,06 mol kolin klorida dan 0,06 mol asam oksalat. Sintesis EIL ini dapat dilakukan beberapa kali sesuai dengan kebutuhan pelindian.

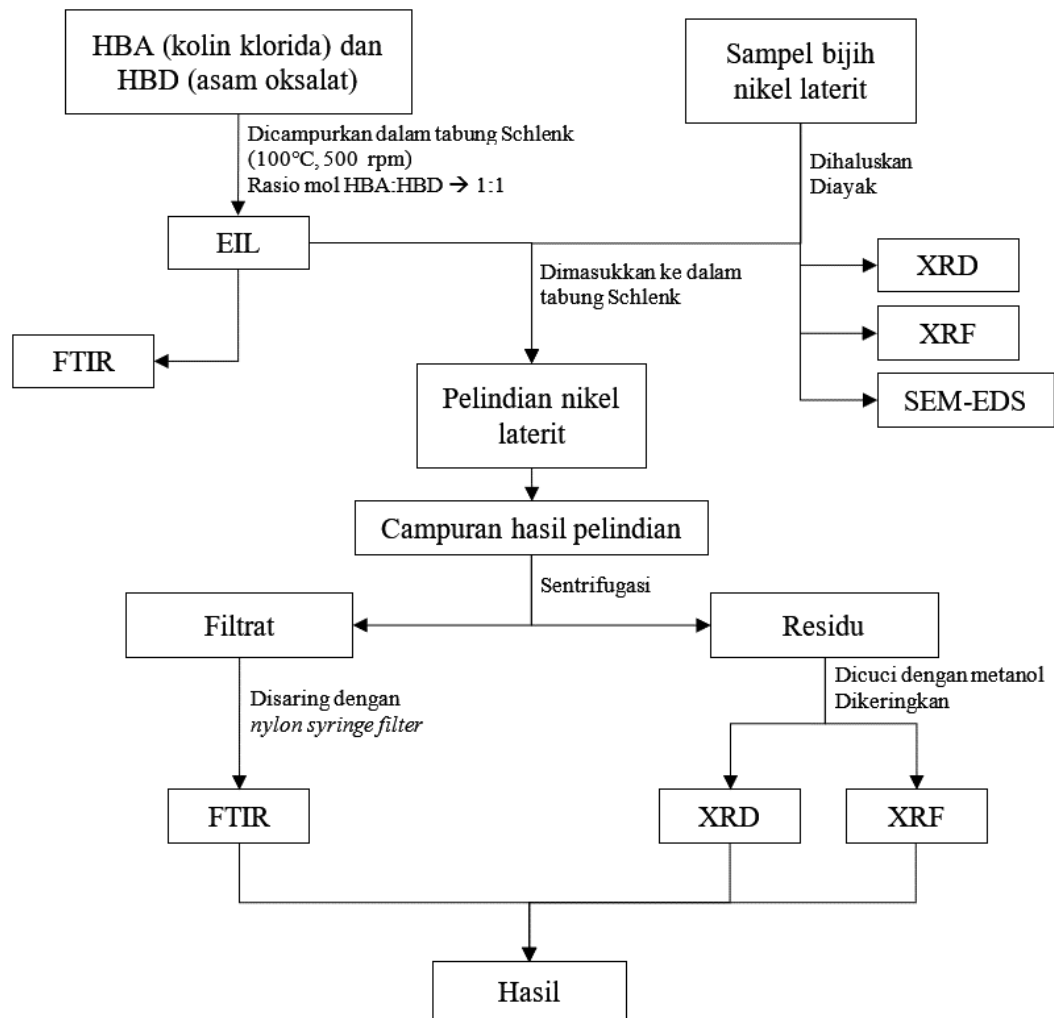
3.3.3 Karakterisasi Sampel Bijih Nikel Laterit

X-Ray Fluorescence spectrometry (EDAX Orbis Micro-XRF) digunakan untuk analisis unsur logam yang terkandung dalam sampel nikel laterit. Pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali pada titik yang berbeda. Analisis XRF dilakukan dengan parameter *live time* 50 s, *dead time* 45%, CPM 12000, *time constant* 3,2 μ s. *X-Ray Diffractometer* (Bruker D8 Advances XRD) digunakan untuk mengidentifikasi komposisi mineralogi bijih nikel laterit. Analisis XRD dilakukan dalam kondisi uji 40 kV, 40 mA, *scanning range* 5° – 90° 2 θ , *step size* 0,02° 2 θ . Untuk mengetahui fase mineral dalam sampel, analisis puncak XRD dilakukan menggunakan software Match! 3 dengan *database* COD (*Crystallography Open Database*). Untuk memverifikasi hasil XRF, sampel bijih dianalisis dengan *Scanning Electron Microscopy* dan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (Hitachi SU3500 SEM-EDS) dengan *mapping* unsur-unsur yang ada dalam sampel. Analisis

EDS dilakukan dalam kondisi *accelerating voltage* 15 kV, *live time* 105 s, *amp time* 0,96 μ s.

3.3.4 Karakterisasi EIL Kolin Klorida-Asam Oksalat

Karakterisasi EIL CO menggunakan instrumen FTIR (Prestige 21 Shimadzu FTIR Spectrometer). Spektrum direkam pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} dengan resolusi 1 cm^{-1} yang bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada senyawa kolin klorida dan asam oksalat, dan menganalisis perubahan pita serapan pada campuran EIL CO yang terbentuk.



Gambar 3.1. Diagram alir penelitian

3.3.5 Uji Parameter Pelindian

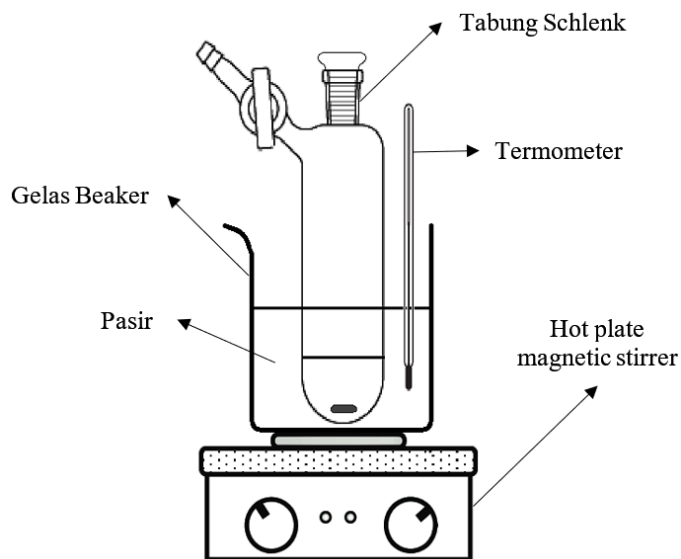
Parameter pelindian nikel laterit yang dilakukan adalah suhu, waktu, rasio padat/cair (b/v), dan ukuran partikel. Pelindian dilakukan menggunakan tabung *Schlenk* yang dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL berisikan penangas pasir, lalu diletakkan di atas hot plate *magnetic stirrer*.

Sampel nikel laterit dan EIL CO dimasukkan ke dalam tabung *Schlenk* dengan jumlah tertentu sesuai variasi rasio padat/cair yang diuji. Untuk rasio 1/10 digunakan 1 gram sampel dan 10 mL EIL CO, rasio 1/20 digunakan 1 gram sampel dan 20 mL EIL CO, dan rasio 1/30 digunakan 1 gram sampel dan 30 mL EIL CO. Sampel bijih dimasukkan ke dalam labu berdasarkan ukuran partikelnya. Suhu hot plate ditingkatkan ke suhu target yang diuji (40, 60, 80, 100°C). Waktu pelindian disesuaikan dengan waktu yang diuji (12, 24, 36, 48 jam). Kecepatan pengadukan yang digunakan adalah 500 rpm.

Tabel 3.1. Parameter pelindian

Parameter	Variasi
Suhu pelindian (°C)	40, 60, 80, 100
Waktu pelindian (jam)	12, 24, 36, 48
Rasio padat/cair (g/mL)	1/10, 1/20, 1/30
Ukuran partikel sampel (mm)	-0,150+0,106, -0,106+0,075, -0,075

Setelah pelindian selesai, dipisahkan residu dan filtratnya dengan proses sentrifugasi. Sentrifugasi dilakukan selama 20 menit dengan putaran 3000 rpm. Filtrat dimasukkan ke dalam *syringe* dan disaring menggunakan *nylon syringe filter* 0,22 μm . Setelah filtrat dipisahkan, residu dicuci dengan metanol dan dilakukan sentrifugasi sebanyak 3x. Residu yang telah dicuci kemudian dikeringkan, lalu dimasukkan ke dalam botol vial untuk dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD.



Gambar 3.2. Set alat pelindian nikel laterit

3.3.6 Perhitungan Persen Ekstraksi Logam

Karakterisasi XRF untuk sampel sebelum pelindian dan residu setelah pelindian digunakan untuk menganalisis persen ekstraksi tiap logam. Untuk menghitung persen ekstraksi logam, perlu diketahui massa logam dalam sampel awal dan massa logam dalam residu setelah pelindian. Massa logam dalam sampel dihitung dengan mengalikan wt% dari hasil XRF dengan massa sampel (Persamaan 1), dan perhitungan yang sama untuk massa logam dalam residu (Persamaan 2). Penentuan persen ekstraksi logam dilakukan sesuai dengan Persamaan 3.

$$\text{massa logam dalam sampel} = \text{wt}\% \times \text{massa sampel} \quad (1)$$

$$\text{massa logam dalam residu} = \text{wt}\% \times \text{massa residu} \quad (2)$$

$$\% \text{ Ekstraksi} = \frac{\text{massa logam dalam sampel} - \text{massa logam dalam residu}}{\text{massa logam dalam sampel}} \times 100\% \quad (3)$$