

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Proses penelitian mulai dari preparasi hingga pelindian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Karakterisasi FTIR pada pelarut eutektik dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen, Universitas Pendidikan Indonesia. Sedangkan untuk analisis hasil pelindian dengan AAS dan XRF dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi (PPNN), Institut Teknologi Bandung. Adapun penelitian ini dilakukan pada Februari sampai bulan Agustus 2023.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

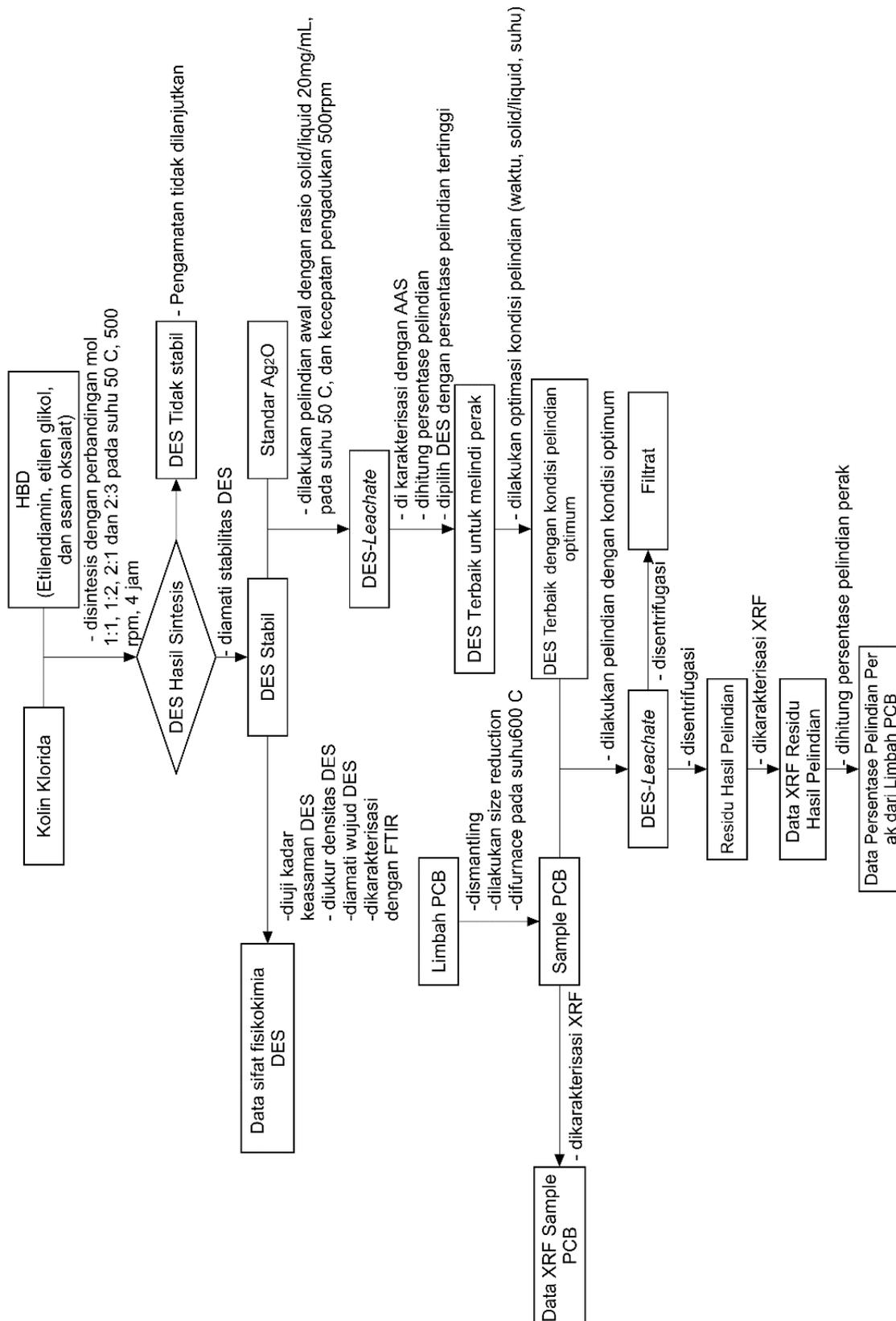
Alat yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah spatula, neraca analitik, alat gelas, vial kaca, *stirring bar*, *hotplate magnetic stirrer*, lumpang dan alu, saringan dengan ukuran mesh 100, sentrifuge, oven, instrumen FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*), instrumen XRF (*X-Ray Fluorescence*), dan instrumen AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*).

##### **3.2.2 Bahan**

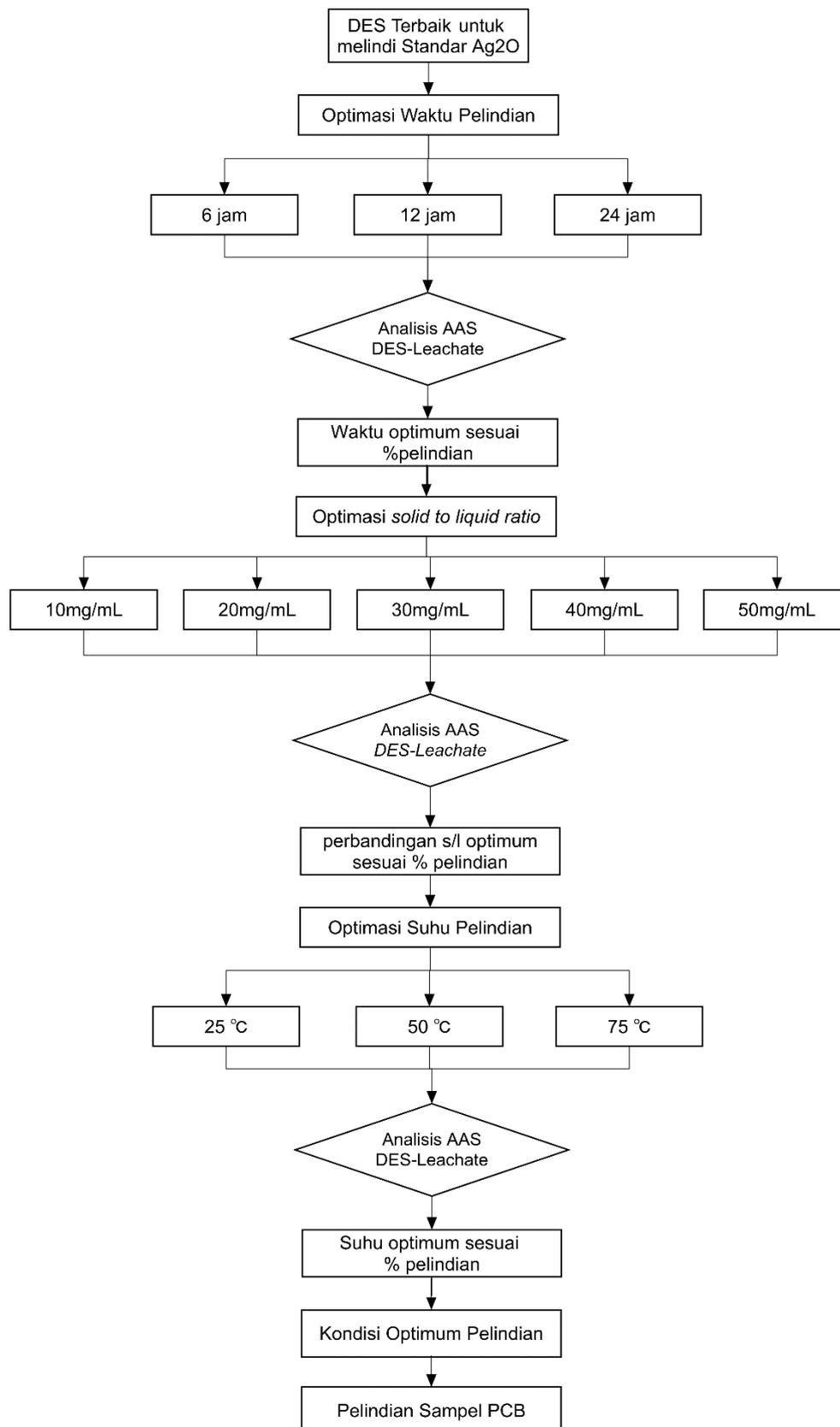
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah limbah PCB dari komputer, kolin klorida ( $C_5H_{14}NO.Cl$ ) >99%, asam oksalat dihidrat ( $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ ), etilen glikol ( $C_2H_6O_2$ ) 99.5%, etilendiamine ( $C_2H_8N_2$ ) 99%, standar  $Ag_2O$  >99%

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Tahapan penelitian secara keseluruhan dimuat pada **Gambar 3.1** yang meliputi sintesis DES, pelindian awal terhadap  $Ag_2O$ , optimasi kondisi pelindian, dan aplikasi pelindian terhadap sample PCB. Tahapan optimasi secara rinci dijabarkan pada **Gambar 3.2**.



**Gambar 3.1** Diagram alir penelitian secara keseluruhan



**Gambar 3.3** Tahapan Optimasi Kondisi Pelindian Perak

Sheren Hana Elia, 2023

**PENGARUH PERBEDAAN GUGUS FUNGSI DONOR IKATAN HIDROGEN TERHADAP SINTESIS PELARUT EUTEKTIK DAN PELINDIAN PERAK DARI LIMBAH PRINTED CIRCUIT BOARD**

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

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Sintesis Pelarut Eutektik

Pada proses sintesis DES, ChCl dan HBD (asam oksalat, etilen glikol, dan etilendiamine) ditimbang hingga diperoleh rasio molar 2:1, 1:1, 2:3, dan 1:2. Selanjutnya campuran DES dibuat dengan memanaskan kedua komponen pada suhu 80°C sambil dilakukan pengadukan secara konstan pada kecepatan 500 rpm dalam waktu 4 jam hingga diperoleh campuran yang homogen, tidak berwarna dan kental. Pelarut yang sudah jadi lalu disimpan dalam desikator dan diamati stabilitasnya dalam suhu ruang.

#### 3.4.2 Karakterisasi Sifat Fisikokimia Pelarut Eutektik

Pelarut eutektik yang terbentuk dan stabil pada suhu ruang, kemudian dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui jenis vibrasi apa saja yang terjadi ketika pembentukan DES untuk mengkonfirmasi interaksi antarmolekul dan pembentukan senyawa yang ada pada tahapan sintesis DES. Selain dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR, DES juga diukur densitas serta tingkat keasamannya.

#### 3.4.3 Pelindian Tahap Awal Standar Ag<sub>2</sub>O

Pelarut eutektik yang sudah disintesis dan stabil pada suhu ruang, kemudian diuji untuk mengekstraksi Ag<sub>2</sub>O untuk mengetahui pelarut eutektik yang paling efektif dalam melindi logam Ag. Merujuk pada penelitian yang dilakukan oleh Abbott pada tahun 2006, pelindian standar Ag<sub>2</sub>O dilakukan dengan menambahkan 1 mL pelarut eutektik pada vial berisi 20 mg Ag<sub>2</sub>O lalu dipanaskan pada suhu 50°C selama 24 jam sambil dilakukan pengadukan dengan kecepatan 500 rpm dalam kondisi tertutup. Hasil pelindian kemudian dianalisis untuk mengetahui DES mana yang memiliki efektivitas pelindian perak yang paling baik, yang kemudian akan dilakukan optimasi.

#### 3.4.4 Optimasi Waktu Pelindian

Pelarut eutektik yang paling efektif untuk melindi Ag<sub>2</sub>O kemudian dioptimasi waktu pelindiannya. Optimasi ini dilakukan dengan memvariasikan waktu yang digunakan dalam pelindian Ag<sub>2</sub>O. Ag<sub>2</sub>O ditimbang sebanyak 40 mg. Kemudian ditambahkan 2 mL pelarut

eutektik yang paling efektif berdasarkan hasil analisis sebelumnya, dan dilakukan pemanasan pada suhu 50°C dengan kecepatan 500 rpm dengan variasi waktu pelindian 6 jam, 12 jam, dan 24 jam. Setelah itu, DES-Leachate dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui waktu pelindian optimum yang menghasilkan persentase pelindian perak terbaik.

#### **3.4.5 Optimasi *Solid/Liquid Ratio***

Optimasi berikutnya adalah optimasi *solid/liquid ratio*. Hal ini dilakukan dengan melindi Ag<sub>2</sub>O menggunakan DES. Adapun variable yang dibedakan adalah padatan Ag<sub>2</sub>O terhadap volume DES dengan perbandingan 10, 20, 30,40, dan 50mg/mL menggunakan DES yang paling efektif berdasarkan hasil pengujian sebelumnya, dan dilakukan pemanasan pada suhu 50 °C dengan kecepatan pengadukan 500 rpm dalam waktu optimum yang sudah ditentukan sebelumnya. Setelah itu, *DES-Leachate* dicuplik untuk diencerkan dan dilakukan analisis Ag pada filtrat menggunakan instrumen AAS serta dilakukan penimbangan pada residu yang terbentuk untuk mengetahui *solid/liquid ratio* optimum yang dapat digunakan untuk melindi Ag pada Ag<sub>2</sub>O.

#### **3.4.6 Optimasi Suhu**

DES yang sudah dioptimasi *solid/liquid ratio* dan memiliki perbandingan paling efektif untuk melindi Ag<sub>2</sub>O kemudian dioptimasi suhu. Optimasi ini dilakukan dengan memvariasikan suhu pelindian Ag<sub>2</sub>O. Ag<sub>2</sub>O ditimbang sesuai dengan perbandingan *solid/liquid* paling optimum. Kemudian ditambahkan 2 mL DES dan dilakukan pemanasan pada suhu 25, 50, 75 dan 100 °C dengan kecepatan pengadukan 500 rpm dalam waktu berdasarkan hasil optimasi waktu. Setelah itu, *DES-Leachate* dicuplik untuk diencerkan dan dilakukan analisis kadar Ag pada filtrat menggunakan instrumen AAS serta dilakukan penimbangan pada residu yang terbentuk untuk mengetahui suhu optimum yang menghasilkan persentase pelindian perak yang terbaik.

#### **3.4.7 Preparasi Sampel PCB**

Pada proses preparasi sampel, komponen-komponen seperti resistor, kapasitor, diode dan komponen lain yang menempel pada limbah PCB dibongkar hingga

menyisakan papannya saja. Kemudian PCB ini dihancurkan secara manual menggunakan mortar atau palu hingga memiliki ukuran yang lebih kecil lalu dilakukan pemanasan dengan menggunakan furnace pada suhu 600 °C untuk menghilangkan material organik dan material yang mudah terbakar seperti epoksi resin dari PCB. Sample yang sudah dipreparasi kemudian dianalisis menggunakan XRF untuk mengetahui persentase massa perak yang terdapat di dalamnya.

#### **3.4.8 Pelindian Perak dalam Sampel PCB**

Sampel PCB ditambahkan ke dalam pelarut DES sesuai dengan perbandingan massa hasil optimasi *solid/liquid ratio*, menggunakan kondisi optimum, suhu dan waktu pelindian yang disesuaikan dengan kondisi optimum pelindian perak yang sebelumnya sudah didapatkan. Hasil pelindian standar Ag<sub>2</sub>O dalam DES dengan kondisi pelindian optimum dianalisa menggunakan XRF untuk mengetahui % *recovery* perak (Ag).