

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisika dan Analitik, Departemen Pendidikan Kimia Universitas Pendidikan Indonesia dan Laboratorium Nanomaterial Universitas Pendidikan Indonesia. Analisa dan karakterisasi sampel dilakukan di Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi ITB. Penelitian berlangsung sejak Maret 2022 hingga Juli 2023.

3.2. Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat - alat yang digunakan pada penelitian ini diantaranya adalah Tabung *Schlenk*, gelas kimia 500mL, spatula, neraca analitik, oven, alat sentrifugasi, *hotplate & magic stirrer*, termometer, botol vial 10mL, desikator, *syringe* 10mL, *syringe filter* pori 0.22 μm , lumpang dan alu, saringan dengan *mesh* 200, dan cawan petri. Karakterisasi yang dilakukan adalah *X-ray* Fluoroscence (*XRF*), *X-ray Diffraction* (XRD), dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy* (SEM-EDS).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah limbah *autocatalyst* dari mobil BMW E46 sebagai sampel. Bahan dasar EILs yang digunakan adalah kolin klorida sebagai akseptor ikatan hidrogen (HBA) dan asam oksalat sebagai donor ikatan hidrogen (HBD). Metanol juga digunakan sebagai pencuci residu hasil pelindian.

3.3. Tahap Penelitian

Penelitian dilakukan dengan beberapa tahap, diantaranya preparasi sampel limbah *autocatalyst*, karakterisasi sampel, sintesis EILs, pelindian sampel dengan variasi paramter, karakterisasi sampel hasil pelindian, perhitungan efektivitas proses pelindian.

3.3.1 Preparasi Limbah *Autocatalyst*

Limbah *autocatalyst* dihancurkan menjadi beberapa bagian kecil, kemudian digerus dan dihaluskan menggunakan lumpang dan alu. Setelah halus, sampel disaring menggunakan penyaring dengan bukaan *mesh* 200.

3.3.2 Sintesis EILs Kolin Klorida=Asam Oksalat

Sintesis EILs kolinklorida-asam oksalat dilakukan dengan mencampurkan kolin klorida dengan asam oksalat menggunakan perbandingan mol 1:1. Proses pencampuran dilakukan dalam Tabung *Schlenk* yang dipanaskan dengan penangas pasir diatas *hotplate* & *magnetic stirrer* dengan suhu 80°C dan putaran 500 rpm selama 90 menit hingga terbentuk campuran tidak berwarna.

3.3.3 Karakterisasi Sampel Limbah *Autocatalyst*

Scannng Electron Microscopy-Energy Dispersive Spectroscopy adalah karakterisasi yang dilakukan terhadap sampel untuk melihat permukaan sampel dan distribusi unsur pada sampel.

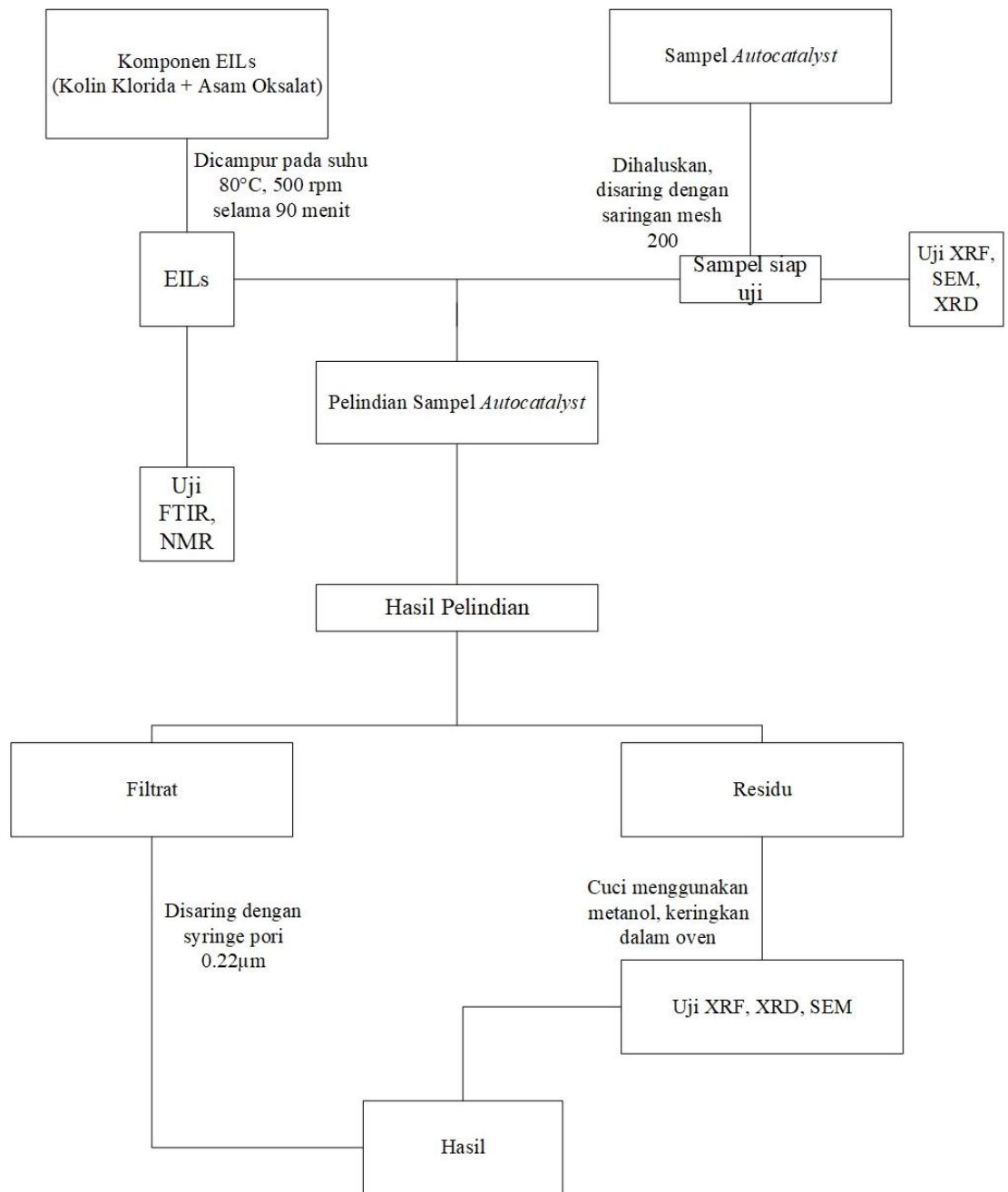
Karakterisasi *X-ray Fluorescene* dilakukan untuk menentukan kandungan unsur yang terdapat pada sampel setelah keberadaan unsur yang dicari telah dikonfirmasi melalui SEM-EDS pada limbah *autocatalyst*. Karakterisasi dilakukan sebanyak tiga kali penembakan untuk mewakili keseluruhan dari permukaan sampel yang diuji.

Analisa *X-ray Diffraction* digunakan untuk menentukan jenis kristal yang terkandung dalam sampel yang diuji. Karakterisasi dilakukan dengan *scanning range* 5°– 90° 2 θ . Data yang didapat dari

hasil XRD kemudian diolah menggunakan aplikasi *MATCH!* 3 menggunakan *database Crystallography Open Database* untuk menentukan jenis kristal yang terkandung pada sampel.

3.3.4. Karakterisasi EILs Kolin Klorida-Asam Oksalat

EILs dikarakterisasi menggunakan instrumen FTIR dengan bacaan gelombang $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ dengan tujuan membaca gugus fungsi campuran sintesis EILs untuk memastikan EILs telah tersintesis dengan baik. Identifikasi terbentuknya EILs dilakukan dengan membandingkan pita serapan campuran sintesis dengan pita serapan dari kolin klorida dan asam oksalat.



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.3.5 Variasi Parameter Pelindian

Parameter yang divariasikan pada pelindian limbah *autocatalyst* adalah suhu, waktu pelindian, dan rasio cair/padat (L/S). Proses pelindian dilakukan pada Tabung *Schlenk* yang dipanaskan pada *hotplate & magnetic stirrer* menggunakan pasir sebagai media penangas.

Sampel yang telah dihaluskan dan disaring dicampurkan dengan EILs kedalam Tabung *Schlenk* dengan variasi parameter yang telah ditentukan. Variasi waktu dilakukan dalam 24, 36, 48, dan 72 jam. Variasi suhu dilakukan dengan 60, 70, dan 80°C. Variasi rasio L/S dilakukan dengan 10, 15, 20, dan 25 mL/g. Semua variasi dilakukan dengan kecepatan pengadukan konstan 500rpm. Tabel 3.1 menggambarkan jenis dan variasi yang dilakukan oleh setiap parameter.

Tabel 3.1 Variasi Parameter Pelindian

Suhu (°C)	60, 70, 80
Waktu (Jam)	24, 36, 48, 72
Rasio L/S (mL/g)	10, 15, 20, 25

Campuran hasil pelindian kemudian disentrifugasi untuk memisahkan campuran EILs yang mengandung sampel dengan residu hasil pelindian. Setelah dipisahkan, residu hasil pelindian dicuci menggunakan metanol hingga tidak tersisa EILs yang menempel pada residu lalu dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 30 menit untuk menguapkan metanol. Campuran EILs yang mengandung sampel disaring menggunakan *syringe* yang dilengkapi *syringe filter* dengan pori 0.22µm dan disimpan pada desikator dalam botol vial.

3.3.6 Perhitungan Persen Ekstraksi Sampel

Efektivitas dari pelindian dapat ditentukan melalui persentasi sampel yang berhasil terekstraksi. Persentase ini dapat ditentukan

melalui hasil XRF yang menunjukkan wt% pada unsur yang terdeteksi dalam sampel awal dan sampel akhir melalui persamaan.

$$\text{Massa awal logam pada sampel } (m_o) = \text{wt\%} \times \text{massa awal sampel} \quad (1)$$

$$\text{Massa akhir logam pada sampel } (m_a) = \text{wt\%} \times \text{massa akhir sampel} \quad (2)$$

$$\% \text{ Ekstraksi} = \frac{m_o - m_a}{m_o} \times 100 \quad (3)$$