

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Riset Kimia Material untuk proses sintesis dan pelindian lalu untuk proses karakterisasi dilaksanakan di Laboratorium Kimia Instrumen, Departemen Pendidikan Kimia, FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia, beberapa karakterisasi menggunakan fasilitas di laboratorium ditempat lain lain yaitu BRIN dan Pusat Teknologi Bersih dan Nanoteknologi (PPNN ITB), dengan prosedur penyewaan instrumentasi. Waktu penelitian dimulai dari bulan Januari 2024 sampai Agustus 2024.

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. 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 (saprolit dan limonit) dan terak nikel yang berasal dari Sulawesi Tenggara Pulau Obi sebagai sampel yang akan dilindi, asam sulfat (H_2SO_4 5M), dan akuades. Selanjutnya betain sebagai akseptor ikatan hidrogen (HBA), dan asam Cis-oleat sebagai donor ikatan hidrogen HBD, keduanya sebagai pembentuk EILs hidrofobik, selanjutnya trioktilmetilamonium klorida (TOMAC) sebagai HBA dan asam oktanoat sebagai HBD keduanya sebagai pembentuk EILs hidrofobik.

3.3 Tahap Penelitian

3.3.1 Preparasi Bijih Nikel Laterit dan Terak Nikel

Bijih nikel laterit (saprolit dan limonit) dan terak nikel dihancurkan dengan mortar alu (masing-masing berbeda) ditumbuk dan dihaluskan. Bijih yang digiling kemudian diayak kering untuk mendapatkan fraksi ukuran partikel yang menggunakan saringan mesh no 200.

3.3.2 Sintesis EILs hidrofobik

Sintesis EILs dilakukan dengan mencampurkan dua komponen yaitu betain sebagai HBA dan asam Cis-oleat sebagai HBD untuk EILs hidrofobik pertama, kemudian selanjutnya digunakan trialkilmetilamonium klorida (TOMAC) sebagai HBA dan asam oktanoat sebagai HBD untuk EILs hidrofobik kedua. Setiap HBA dan HBD dimasukkan sesuai pasangan masing-masing ke dalam tabung Schlenk, parameter dalam melihat kinerja selektivitas masing – masing EILs digunakan fraksi mol komponen tertentu pada setiap EILs. Selanjutnya dilakukan proses pemanasan menggunakan penangas pasir di atas permukaan hot plate pada suhu untuk EILs hidrofobik pertama disintesis pada suhu 80°C dengan pengadukan 500 rpm, dan untuk EILs hidrofobik kedua disintesis pada suhu 40°C, kemudian diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 500 rpm, keduanya disintesis hingga terbentuk suatu larutan yang homogen dan jernih. Komposisi HBA dan HBD yang digunakan dari masing-masing EILs menggunakan literatur penelitian sebelumnya di mana EILs betain-oleat pernah disintesis oleh (Widyaningsih, 2003) dan untuk EILs TOMAC-oktanoat sudah disintesis sebelumnya oleh (Liu, 2019). Setiap EILs ini belum pernah diuji untuk pelindian nikel laterit dan terak nikel.



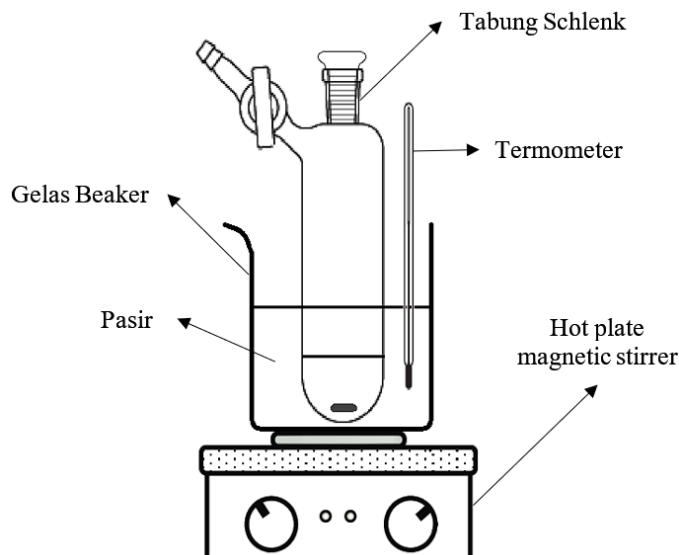
Gambar 3.1. Diagram alir sintesis EILs

3.3.3 Proses Pelindian Bijih Nikel Laterit dan Terak Nikel

Tahapan secara detail dalam pelindian setiap sampel bubuk saprolit, limonit, dan terak nikel sebanyak 1 gr, masing-masing dimasukkan, untuk EILs hidrofobik yang dicampurkan ke dalam tabung *schlenk* dengan muatan padat/cair 10g/L. Uji pelindian ini dilakukan dengan pemanasan pada suhu 353,15 °K atau 80 °C, dengan kecepatan pengadukan 500 rpm selama 24 jam. Tabung *schlenk* didiamkan pada suhu yang sama 60 °C selama 1 jam sebelum dekantasi. Fase EILs dan residu dipisahkan seluruhnya dengan sentrifugasi (3000 rpm, 20 menit, 298 °K) (Sakamoto et al., 2024).

Kemudian EILs dan sampel dipisahkan fasa padat dengan fasa cair nya, untuk fasa padat dicuci dengan metanol dan dikeringkan kemudian ditempatkan pada

botol vial 5mL, untuk fase EILs nya difiltrasi dengan *nylon syringe filter* 0,22 μm untuk selanjutnya dilanjutkan dalam proses pemurnian EILs dan penggunaan kembali EILs.



Gambar 3.2. Skema set alat eksperimen (1 – tabung schlenk, 2 – Hot plate, 3 – Termometer kaca, 3 – magnetic stirrer, 4 – penangas pasir, -5 gelas beaker).

3.3.4 Karakterisasi Bijih Nikel Laterit dan Terak Nikel

X-Ray Fluorescence spectrometry (EDAX Orbis Micro-XRF) digunakan untuk menentukan komposisi kimia berdasarkan fraksi ukuran partikelnya, di mana hasilnya akan digunakan dalam perhitungan % ekstraksi. Analisis XRF dilakukan dengan parameter *live time* 50 s, *dead time* 45%, CPM 12000, *time constant* 3,2 μs . 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 μs .

X-Ray Diffractometer digunakan untuk mengidentifikasi komposisi mineralogi berdasarkan fraksi ukuran partikelnya. *X-Ray Diffractometer (Bruker D8 Advances XRD)* digunakan untuk mengidentifikasi komposisi mineralogi bijih nikel laterit dan terak nikel. Analisis XRD dilakukan dalam kondisi uji 40 kV, 40 mA, *scanning range* $5^\circ - 90^\circ 2\theta$, *step size* $0,02^\circ 2\theta$. Untuk mengetahui fase mineral

dalam sampel, analisis puncak XRD dilakukan menggunakan software Match! 3 dengan database COD (Crystallography Open Database).

3.3.5 Karakterisasi EILs hidrofobik (Betain-Asam Cis-Oleat) dan (Trioktilammonium klorida-Asam Oktanoat)

Dilakukan karakterisasi EILs hidrofobik menggunakan instrumen FT-IR (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, ini juga digunakan dalam proses *reusability* EILs yang sudah digunakan dicoba digunakan kembali melalui proses khusus dan untuk memastikannya dilihat spektrum dari FT-IR apakah kualitasnya masih bagus dan masih selektif dalam pelindian logam dari bijih nikel laterit dan terak nikel. Data yang dilihat nanti adalah data FT-IR EILs sebelum pelindian, setelah pelindian siklus pertama, dan setelah pelindian siklus ketiga.

Sampel serabut kelapa halus yang sebelumnya telah diayak menjadi ukuran 140 – 200 mesh dicampurkan dengan EILs (dengan rasio massa 1:20) di tabung *Schlenk* pada penangas pasir dan dipanaskan pada suhu 95 – 100 °C selama 24 jam.

3.3.6 Uji Selektivitas dengan %Ekstraksi dari hasil XRF

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 3.1), dan perhitungan yang sama untuk massa logam dalam residu (Persamaan 3.2). Penentuan persen ekstraksi logam dilakukan sesuai dengan (persamaan 3.3).

$$\text{massa logam dalam sampel} = \%wt \times \text{massa sample} \quad (3.1)$$

$$\text{massa logam dalam residu} = \%wt \times \text{massa residu} \quad (3.2)$$

$$\% \text{ Ekstraksi} = \frac{\text{massa logam dalam sampel} - \text{massa logam dalam residu}}{\text{massa logam dalam sampel}} \times 100\% \quad (3.3)$$

% Ekstraksi digunakan sama seperti % pelindian yang bisa melihat selektivitas kinerja dari kedua EILs dalam pelindian atau ekstraksi terhadap setiap logam yang

terdapat dalam bijih nikel laterit dan terak nikel yang unsurnya dibatasi menjadi 7 unsur (Al, Cr, Fe, Ni, Mg, Mn, Co, dan Si).

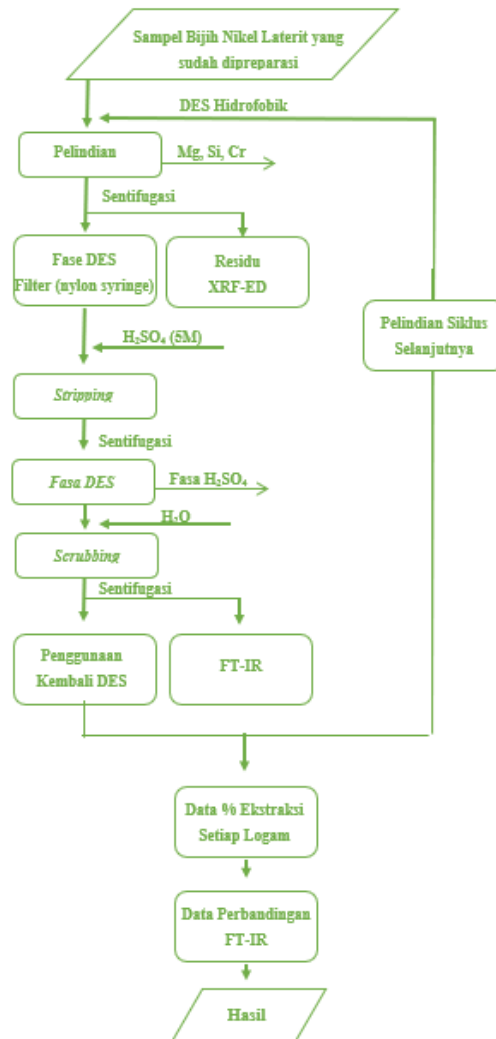
3.3.7 Uji Pemurnian EILs dan Penggunaan Kembali EILs

Selanjutnya alam proses setelah pelindian, khusus untuk fasa EILs hidrofobik dicampur dengan H_2SO_4 5 M yang di mana digunakan perbandingan 1:1 untuk memusatkan kembali logam target yang diinginkan dari fasa EILs. Proses *stripping* ini dilakukan dengan cara yang sama seperti ekstraksi cair-cair. Setelah itu disentrifugasi (3000 rpm, 10 menit, 298 °K), dengan fase air (asam sulfat) yang terbentuk dipisahkan, proses yang digunakan yaitu proses pemisahan di mana untuk memisahkan pengotor Fe dengan logam targetnya yaitu logam baterai Ni, Co, dan Al (Sakamoto et al., 2024).

Selanjutnya fase EILs hidrofobik ini dicampur dengan air akuades yang dalam penelitian ini digunakan air akuades yang diproses dengan sistem pemurnian, lalu akuaEILs ini ditambahkan dengan perbandingan yang sama 1:1, proses ini dinamakan proses *scrubbing* yang yang ditujukan untuk pemurnian kembali EILs dilakukan sama seperti *stripping*. Setelah itu, EILs dan fase air akan terpisah dengan sentrifugasi yang sama perlakuan dengan *stripping* disentrifugasi (3000 rpm, 10 menit, 298 °K) (Sakamoto et al., 2024).

Dalam penelitian ini perlu menghasilkan tujuan yang berada dilatar belakang penelitian ini dilakukan, yaitu salah satunya agar pengolahan ini berkelanjutan dan dampak pada lingkungannya berkurang, di mana penggunaan kembali fase EILs diuji coba. Untuk EILs hidrofobik setelah proses terakhir tadi selesai yaitu *scrubbing*, fase air dan fase EILs yang diperoleh untuk selanjutnya uji pelindian berikutnya dilakukan. Dalam proses pelindian berikutnya ditambahkan kembali HCl seperti tahap awal tadi ke dalam fase EILs yang sudah dilakukan proses *scrubbing* sebelumnya. Proses sebelumnya diulang lagi dimulai dari *leaching*, *stripping*, dan *scrubbing*, setelah itu dilakukan hal yang sama untuk pelindian berikutnya yang dilakukan sebanyak 3 siklus penggunaan. (Sakamoto et al., 2024).

Analisis FT-IR dilakukan perubahan kimia dalam EILs, struktur ikatan yang terbentuk, di mana untuk mengetahui kualitas EILs setiap setelah penggunaan pelindian.



Gambar 3.3. Diagram alir uji selektivitas dan penggunaan kembali EILs untuk bijih nikel laterit (saprolit, limonit, dan terak nikel).