

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat

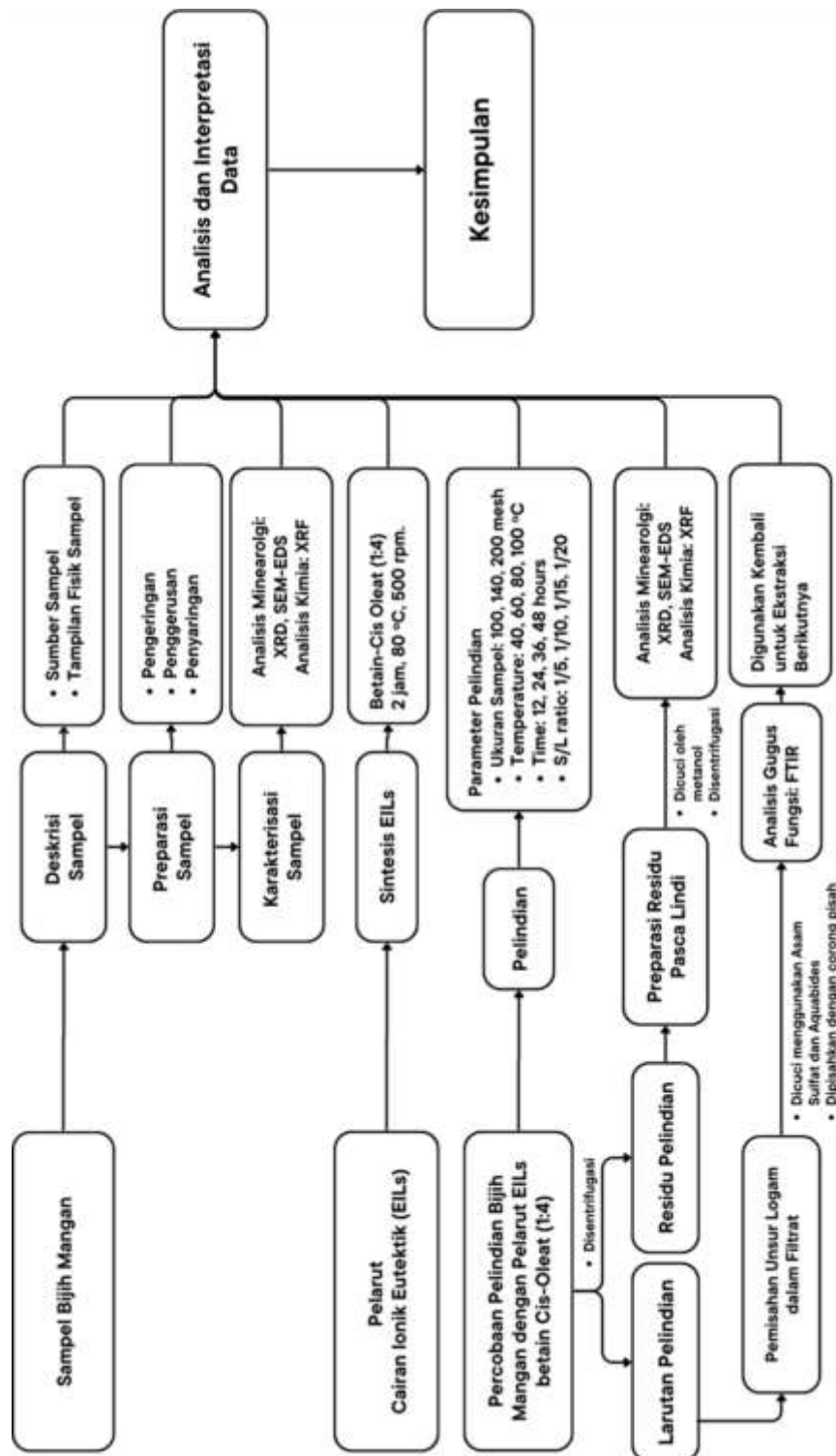
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu batang pengaduk, spatula, pengaduk magnetik, kaca arloji, gelas kimia, gelas ukur, pipet tetes, neraca analitik, tabung *schlenk*, termometer, desikator, vial, *syringe*, *syringe filter* nylon 0,22µm, penangas air, oven, saringan ukuran *mesh* no. 100, 140, dan 200, lumpang dan alu. Karakterisasi digunakan XRD, XRF, FTIR dan SEM-EDX.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini terdiri dari sampel bijih Mangan yang berasal dari tambang lokal di NTT. Bahan komponen EILs yang digunakan yaitu betain anhidrat (>99%) sebagai akseptor ikatan hidrogen atau HBA dan asam cis-oleat (OleA) (>99%) sebagai donor ikatan hydrogen atau HBD. Selain itu digunakan juga metanol, asam sulfat 5 M dan Aquabides.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian dilakukan beberapa tahap seperti pada **Gambar 3.1**. Pertama yaitu pada sampel bijih Mangan meliputi deskripsi, preparasi dan karakterisasi sampel bijih Mangan. Selanjutnya yaitu sintesis pelarut EILs berbasis Betain-Cis Oleat dengan perbandingan 1:4 pada kondisi sintesis 2-3 jam, 80 °C, dan 500 rpm. Terakhir uji parameter pelindian meliputi variasi ukuran, suhu, waktu, dan rasio L/S pelindian. Hasil pelindian berupa residu dikarakterisasi dan dianalisis menggunakan perhitungan persen ekstraksi, dan batuan aplikasi yaitu Match!2 pada data hasil analisis XRD untuk membantu menanalisis jenis, fase dan sistem kristal dan juga OriginPro untuk mempersiapkan spektra XRF, XRD, dan FTIR. Sedangkan, Filtrat digunakan kembali untuk ekstraksi berikutnya.



Gambar 3.1: Diagram Alir Tahapan Penelitian

3.3.1 Preparasi Sampel Bijih Mangan

Preparasi sampel bijih Mangan NTT dilakukan dengan metode yang serupa dengan artikel rujukan (Elsherief, 2000). Sampel bijih Mangan berbentuk bongkahan sebelumnya dihancurkan mejadi ukuran yang lebih kecil menggunakan palu. Bongkahan bijih yang lebih kecil ini selanjutnya dihaluskan menggunakan lumpang dan alu dan dikeringkan hingga berubah menjadi serbuk. Selanjutnya serbuk lalu disaring menggunakan ayakan *mesh* no. 100, 140, dan 200 *mesh*. Tahapan preparasi dapat dilihat pada **Gambar 3.2**.



Gambar 3.2: Visualisasi Preparasi Sampel Bijih Mangan

3.3.2 Sintesis EILs Hidrofobik Betain-Asam Cis-Oleat

EILs hidrofobik disintesis dengan mencampurkan betain (HBA) dan asam oleat (HBD) ke dalam tabung *Schlenk* pada rasio 1:4. Selanjutnya, Campuran dipanaskan menggunakan penangas pasir di atas hot plate pada suhu 80-100°C, kemudian diaduk selama 24 jam menggunakan pengaduk magnet dengan kecepatan 500 rpm hingga terbentuk larutan yang homogen seperti pada **Gambar 3.3** (Widyaningsih *et al.*, 2025).

3.3.3 Karakterisasi Sampel Bijih Mangan

Penentuan jenis mineral yang ada dalam sampel bijih Mangan dilakukan pada sampel berukuran partikel 200 *mesh*. Karakterisasi sampel bijih Mangan (ukuran 200 *mesh*) dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, XRF, dan SEM-EDX di lembaga Pusat Penelitian Nanosains dan Nanoteknologi

(PPNN) ITB. Karakterisasi XRD (Ringaku D/MAX, Cu-Ka) dilakukan pada rentang 10° hingga 90° bertujuan untuk mengidentifikasi jenis atau fase kristalin, struktur kristal, dan juga komposisi fase campuran didalam sampel. Untuk karakterisasi XRF (EDAX AMETEK merek ORBIS) dilakukan pada kondisi rentang elemen energi di 40kV, 335 μ A dengan vakum selama 90 detik yang bertujuan untuk mengetahui komposisi dan konsentrasi berbagai komponen pada bijih Mangan. Untuk karakterisasi SEM-EDX (HITACHI SU3500) dengan energi yang digunakan adalah 15,0 kV dan pembesaran 250 – 10000 kali yang bertujuan untuk mengetahui topologi permukaan dan persebaran komposisi elemen dalam sampel bijih Mangan.

Karakterisasi dilakukan juga pada residu bijih Mangan pasca pelindian. Karakterisasi XRF dilakukan kepada seluruh residu hasil pelindian dari berbagai variasi variabel. Sedangkan Karakterisasi XRD dan SEM-EDX dilakukan pada kondisi optimum pelindian yang didapatkan berdasarkan hasil data XRF. Serta FTIR digunakan untuk mengamati gugus fungsi yang terdapat pada EILs.

3.3.4 Uji Metode Pelindian

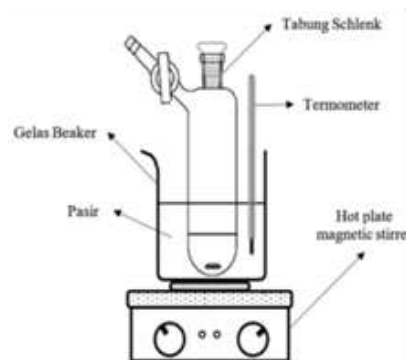
Studi uji kinerja pelindian dilakukan dengan pelindian konvensional (**Gambar 3.3**). Sampel bijih Mangan yang telah dihaluskan diambil sebanyak ± 1 gram dan dicampurkan dengan EILs betain-oleat (1:4). Proses pelindian dilakukan dalam set alat pelindian yang terdiri dari tabung schlenk berisi *magnetic stirrer* yang dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dilengkapi dengan penangas pasir dan termometer. Selanjutnya, set alat diletakkan di atas *hot plate* dengan pengaturan suhu, waktu, dan kecepatan pengadukan disesuaikan.

Berbagai parameter pelindian seperti ukuran sampel, suhu, waktu, dan L/S divariasikan dengan tujuan untuk menentukan kondisi optimum pelindian bijih Mangan. Pada **Tabel 3.1** ditunjukkan rincian variasi dari variabel yang digunakan.

Tabel 3.1 Parameter Pelindian

No	Parameter	Variasi	
1	Ukuran sampel	1. $\pm 0,147$ mm (100 mesh) 2. $\pm 0,104$ mm (140 mesh) 3. $\pm 0,074$ mm (200 mesh)	
2	Suhu	1. ± 40 °C 2. ± 60 °C	3. ± 80 °C 4. ± 100 °C
3	Waktu	1. ± 12 jam 2. ± 24 jam	3. ± 36 jam 4. ± 48 jam
4	Liquid/Solid (L/S)	1. 5/1 2. 10/1	3. 15/1 4. 20/1

Setelah proses 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 μ m. Sedangkan untuk residu dicuci dengan metanol dengan pengulangan sebanyak 3 kali atau hingga komponen EILs tercuci dari residu. Residu yang telah dicuci kemudian dikeringkan dan dimasukkan ke dalam botol vial untuk dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD dan SEM-EDX.



Gambar 3.3: Set Alat Sintesis EILs dan Pelindian Bijih Mangan

Indikator capaian dari karakterisasi residu yaitu adanya perubahan komposisi dan jumlah kandungan Mangan dan elemen lainnya yang mengindikasikan keandalan EILs dan metode yang digunakan dalam memisahkan atau memulihkan logam.

Andika Purnama Shidiq, 2025

PELINDIAN BIJIH MANGAN NUSA TENGGARA TIMUR MENGGUNAKAN CAIRAN IONIK EUTEKTIK BERBASIS ASAM LEMAK

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

3.4 Tes *Reusability* EILs Betain-Asam Cis-Oleat

Proses Fase EILs setelah pelindian dikontakkan dengan 5 M H_2SO_4 pada rasio volume 1:1 untuk memulihkan logam target dari fase EILs. Uji penghilangan atau *stripping* dilakukan dengan cara yang sama seperti pada ekstraksi cair-cair. Setelah disentrifugasi, fase berair dipisahkan menggunakan sentrifugasi dan corong pisah. Selanjutnya, fase EILs dikontakkan dengan aquabides pada rasio volume 1:1. Pembersihan atau *scrubbing* Fe dilakukan dengan cara yang sama seperti pada uji penghilangan. Setelah itu, EILs dan fase berair dipisahkan sepenuhnya dengan sentrifugasi dan dipisahkan menggunakan corong pisah (Sakamoto et al., 2024).

Untuk memastikan sistem pemrosesan bijih Mangan yang berkelanjutan, penggunaan kembali fase EILs diselidiki. Setelah pembersihan, fase berair dipulihkan, dan fase EILs dikumpulkan. Setelah itu, pelindian, penghilangan, dan pembersihan diulang dalam kondisi dan metode yang sama seperti sebelumnya. Kinerja pelindian dievaluasi untuk setiap siklus berdasarkan %ekstraksi pada residu menggunakan instrumentasi XRF. Selain itu, *Spektroskopi inframerah transformasi Fourier* (FT-IR) (Spectrum Two, Perkin-Elmer) digunakan untuk menilai perubahan kimia dalam EILs yang terkait dengan operasi berulang.

3.5 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 (Lampiran 2), dan perhitungan yang sama untuk massa logam dalam residu (Lampiran 2). Penentuan persen ekstraksi logam dilakukan sesuai dengan Lampiran 2.