

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material serta Laboratorium Kimia Instrumen yang berada di Departemen Pendidikan Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Beberapa dari pelaksanaan karakterisasi dilakukan dengan menggunakan fasilitas laboratorium di tempat lain, PPNN ITB dengan prosedur penyewaan instrumentasi. Penelitian mulai dilaksanakan dari bulan Januari 2025 sampai bulan Agustus 2025.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

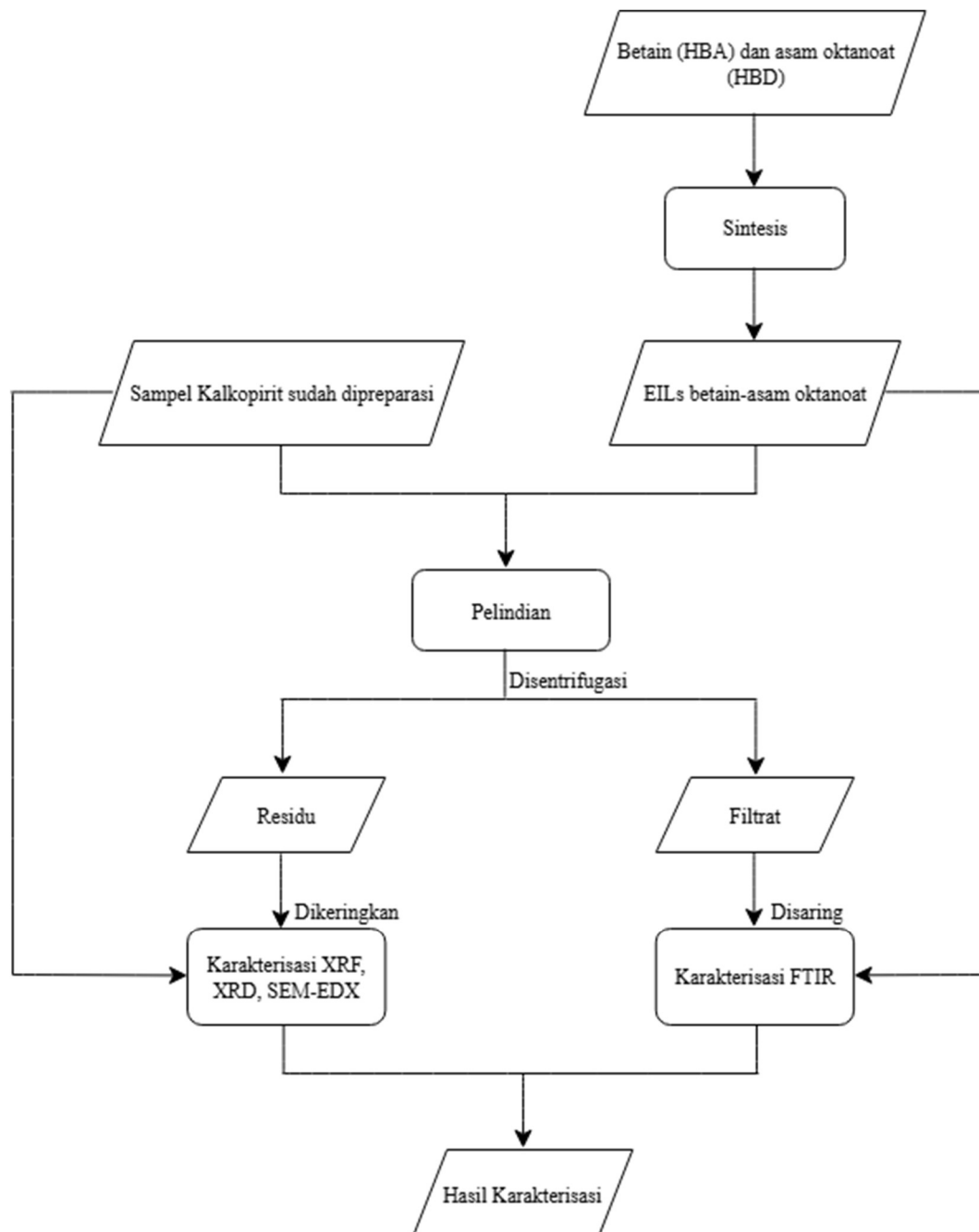
Alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah spatula, gelas kimia, pipet tetes, neraca analitik, botol vial, saringan mesh no. 200, *hot plate magnetic stirrer*, desikator, oven, termometer, *centrifuge*, tabung *schlenk*, *nylon syringe filter* 0,22 μm , *syringe* 10 mL, mortar dan alu. Kemudian, terdapat instrumen yang digunakan untuk karakterisasi ialah *X-Ray Fluorescence spectrometry* (XRF), *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscopy with Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDX), *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini ialah sampel kalkopirit yang berasal dari Tasikmalaya, Jawa Barat. Bahan lainnya ialah betain sebagai akseptor ikatan hidrogen (HBA) dan bahan yang berperan sebagai donor ikatan hidrogen (HBD) ialah asam oktanoat.

3.3 Tahap Penelitian

Tahap penelitian secara singkat dapat ditunjukkan pada bagan alir di **gambar 3.1.** berikut



Gambar 3.1. Bagan Alir Penelitian

3.3.1 Preparasi Sampel

Kalkopirit ditumbuk dan dihaluskan dengan mortar dan alu. Kalkopirit yang sudah halus kemudian diayak kering dengan menggunakan saringan mesh no. 200 untuk mendapatkan fraksi ukuran partikel.

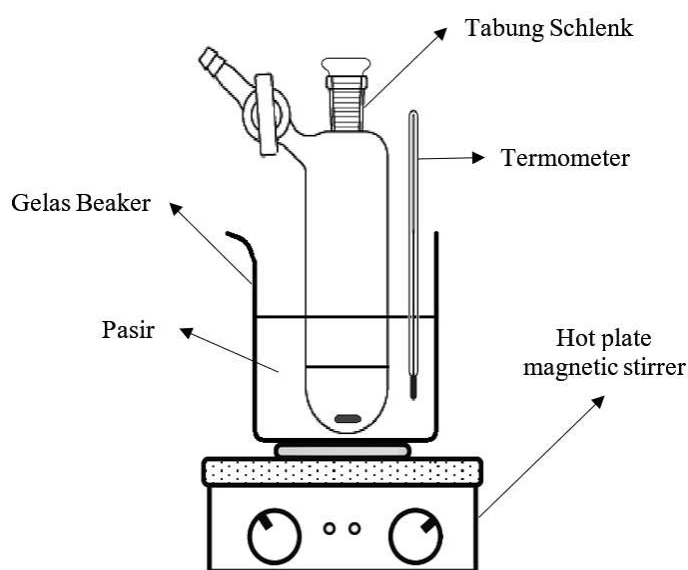
3.3.2 Sintesis EILs

Sintesis EILs dilakukan dengan cara mencampurkan dua komponen yang mengandung HBA dan HBD. EILs yang digunakan pada penelitian ialah campuran dari betain sebagai HBA dan asam oktanoat sebagai HBD-nya. Bahan yang berperan sebagai HBA dan HBD tersebut dimasukkan ke dalam tabung *schlenk*. Rasio molar digunakan pada sintesis EILs untuk mencampurkan HBA dan HBD. Penelitian ini menggunakan rasio molar betain dan asam oktanoat dengan perbandingan 1:7. Kemudian, dilakukan pemanasan dengan penangas pasir di atas *hot plate* pada suhu 80°C dengan kecepatan pengadukan untuk keduanya ialah 500 rpm. EILs disintesis hingga terbentuk larutan homogen dan jernih.

3.3.3 Proses Pelindian

Sampel kalkopirit yang sudah dalam bentuk bubuk ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke masing-masing tabung *schlenk* yang berisi EILs dengan berbagai variasi padatan/EILs, waktu, dan suhu. Sampel kalkopirit berupa padatan ditimbang 1 gram yang kemudian dilakukan variasi EILs sebanyak 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, dan 25 mL pada suhu 80°C dan waktu 48 jam. Pelindian juga dilakukan pada berbagai variasi waktu yaitu 24 jam, 30 jam, 36 jam, 42 jam, dan 48 jam dengan rasio padatan/EILs 1/10 dan suhu 80°C. Variasi suhu juga dilakukan pada suhu 50°C, 65°C, 80°C, 95°C, dan 110°C dengan rasio padatan/EILs 1/10 dan waktu 48 jam. Kecepatan pengadukan pelindian dilakukan pada 500 rpm. Setelah itu, hasil yang terdapat dalam tabung *schlenk* dipisahkan antara residu dan filtratnya dengan

sentrifugasi. Sentrifugasi dilakukan dalam kecepatan putaran 3000 rpm selama 20 menit. Filtrat yang telah didapat dimasukkan ke dalam *syringe* 10 mL dan disaring dengan *nylon syringe filter* 0,22 μm . Residu yang didapat dicuci dengan metanol dan kemudian dikeringkan. Sesudah kering, residu dapat disimpan dalam botol vial. Set alat yang digunakan pada proses pelindian dapat dilihat pada **gambar 3.2**.



Gambar 3.2. Set alat eksperimen

3.3.4 Karakterisasi Sampel Kalkopirit

Karakterisasi kalkopirit dilakukan dengan *X-Ray Fluorescence spectrometry* (EDAX Orbis Micro-XRF) untuk mengetahui komposisi kimia berdasarkan fraksi ukuran partikelnya yang diukur pada 50 kV, 1000 μA , 150 Lsec, 0,5 nm Mag 100 $\times$ dengan pembesaran di bawah vakum. Hasil tersebut akan diperlukan untuk perhitungan %ekstraksi. Setelah XRF, sampel dikarakterisasi lebih lanjut menggunakan *Scanning Electron Microscopy* dan *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDX) (HITACHI SU3500) pada 10.0 kV dan 5-50 μm untuk melihat topologi permukaan dan persebaran

komponen logam dalam kalkopirit. Kemudian, karakterisasi juga dilakukan dengan *X-Ray Diffractometer spectrometry* (XRD) (*Bruker D8 Advances*) (SPEFIKASI) untuk mengetahui fase mineral dalam sampel. Karakterisasi ini penting untuk menentukan komposisi serta konsentrasi dari logam awal dan yang sudah terlindi. Puncak XRD dianalisis dengan menggunakan Match! 4 dengan basis data COD (*crystallography Open Database*).

3.3.5 Karakterisasi EILs Betain-Asam Oktanoat

Karakterisasi EILs dilakukan dengan instrumen FTIR (*Prestige 21 Shimadzu FTIR Spectrometer*). Karakterisasi FTIR ini bertujuan untuk menentukan senyawa, gugus fungsi, dan melihat campuran yang ada pada EILs. FTIR juga digunakan untuk melihat perbedaan EILs yang sudah digunakan dan belum digunakan untuk melindi sampel kalkopirit. Data yang akan dianalisis ialah data FTIR betain, asam oktanoat, sintesis EILs betain-asam oktanoat, EILs sebelum pelindian dan filtrat setelah pelindian.

3.3.6 Uji Pungut Ulang %Ekstraksi dari XRF

Pungut ulang logam dalam kalkopirit dapat dilihat dari %ekstraksi atau persen pungut ulang. Persen ekstraksi setiap logam didapatkan dari hasil karakterisasi XRF sampel sebelum pelindian dan setelah pelindian. Pada hasil XRF tersebut didapatkan %wt dari tiap logam yang kemudian dikalikan dengan massa sampel (Perhitungan 3.1). Perhitungan tersebut dapat menghasilkan massa logam dalam sampel dan juga massa logam dalam residu. Dari kedua massa logam yang diketahui tersebut, kita dapat menghitung persen ekstraksi logam dengan (Persamaan 3.2).

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

$$\%ekstraksi = \frac{\text{massa logam dalam sampel} - \text{massa logam dalam residu}}{\text{massa logam dalam sampel}} \times 100\% \quad (3.2)$$