

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini berlangsung dari Februari hingga Juli 2025 atau selama 6 bulan, dimulai dari preparasi PCB, sintesis TDES, hingga optimasi metode pelindian. Penelitian dilakukan di Laboratorium Riset Kimia Material Lt. 4 Gedung FPMIPA B, Program Studi Kimia, Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pendidikan Indonesia. Untuk analisis karakterisasi seperti pengujian menggunakan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen UPI, sementara analisis *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) dan *Atomic Absorption* (AAS) dilakukan di Greenlabs (PT Inovasi Hijau Indonesia),

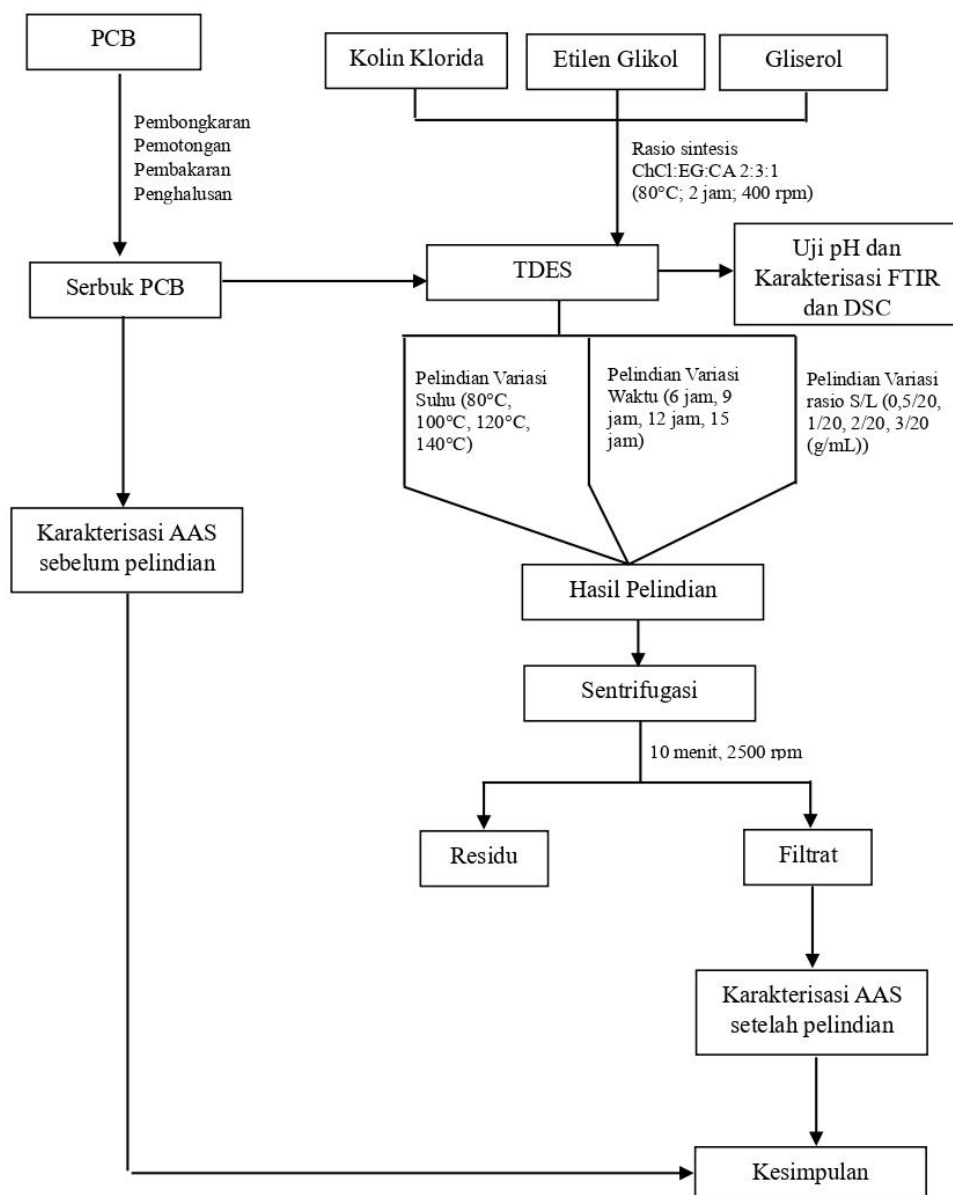
3.2 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi berbagai peralatan laboratorium yang mendukung proses ekstraksi dan preparasi sampel. Beberapa alat yang digunakan antara lain erlenmeyer, botol vial, gelas ukur, tabung reaksi, neraca analitik, dan spatula. Selain itu, juga digunakan pipet tetes, hotplate, *magnetic stirrer*, dan termometer, statif dan klem, botol sentrifugasi dan sentrifugator (Kokusan H-103N). Untuk preparasi PCB, peralatan yang digunakan meliputi solder, *hot gun*, gerinda tangan, tabung gas butana (*butane torch*), cawan porselen, mortar alu, cawan krus, furnace, dan ayakan mesh dengan ukuran 120 nm. Selain itu, instrumen analitis yang digunakan dalam penelitian ini adalah FTIR (FTIR-8400 Shimadzu), DSC (Rigaju Thermo Plus), dan AAS (Perkin Elmer PinAAcle 900T.).

Bahan yang digunakan sebagai sampel adalah *e-waste* PCB dari *hard disk* bekas (Advance Logic ALG2302.A PCI 1MB Video Adaptor). TDES disintesis menggunakan bahan-bahan diantaranya kolin klorida, etilen glikol, dan asam sitrat.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan, yaitu preparasi sampel PCB, sintesis TDES, optimasi pelindian sampel PCB, dan karakterisasi hasil pelindian. Rangkaian tahapan tersebut disusun pada bagan alir **Gambar 3.1**.



Gambar 3.1 Bagan Alir Tahapan Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Preparasi sampel PCB

Sebelum dilakukan proses pelindian logam, PCB harus dipisahkan terlebih dahulu dari berbagai komponen elektronik yang menempel, seperti kapasitor, sensor, motor, dan komponen lainnya untuk meminimalkan kontaminasi atau keberadaan pengotor pada hasil akhir pelindian logam target. Proses pemisahan komponen ini dibantu dengan pemanasan menggunakan *hot gun* untuk mempermudah pelepasan komponen dari permukaan PCB. Selanjutnya, papan PCB dipotong menjadi bagian-bagian kecil menggunakan gerinda tangan agar dapat dengan mudah dimasukkan ke dalam cawan porselen. Sampel kemudian mengalami tahap pemanasan awal menggunakan *butane torch* selama 10 menit, dilanjutkan dengan pemanasan lanjutan di dalam furnace pada suhu 600°C selama 30 menit. Setelah proses pembakaran, PCB yang telah menjadi abu dihancurkan dan dihaluskan menggunakan lumpang dan alu. Serbuk hasil penghalusan tersebut kemudian diayak menggunakan ukuran mesh 120 nm.

PCB yang telah dipreparasi namun belum dilindi dianalisis terlebih dahulu kandungan perak (Ag) yang ada di dalamnya menggunakan AAS. Sebelum dilakukan analisis AAS, PCB tersebut harus dipreparasi terlebih dahulu melalui proses destruksi untuk menghilangkan unsur-unsur pengganggu dan memecah struktur sampel agar dapat dianalisis secara akurat. Destruksi dilakukan dengan menggunakan campuran aqua regia (HNO₃:HCl 1:3), dengan rasio sampel PCB terhadap aqua regia sebesar 1/20 g/mL. Proses destruksi ini dilakukan dengan pemanasan pada hotplate dengan suhu 80°C selama 3 jam untuk memastikan sampel terdisolusi dengan baik. Setelah proses destruksi selesai, hasil destruksi diencerkan terlebih dahulu menggunakan aqua bides untuk mengurangi konsentrasi sampel yang terlalu tinggi. Sebanyak 2 mL dari hasil destruksi kemudian diambil dan dipindahkan ke dalam gelas ukur 10 mL. Selanjutnya, sampel tersebut diencerkan lebih lanjut menggunakan aqua bides hingga mencapai volume 10 mL. Setelah pencairan selesai, sampel siap untuk dianalisis lebih lanjut menggunakan AAS untuk mengukur kandungan perak (Ag) dalam sampel PCB yang telah dipreparasi.

3.4.2 Sintesis TDES

TDES berbasis kolin klorida, etilen glikol, dan asam sitrat disintesis dengan rasio molar (ChCl:EG:CA) sebesar 2:3:1. Proses sintesis dilakukan selama 2 jam dalam suhu 80°C dengan kecepatan pengadukan konstan sebesar 400 rpm (Alhaqqa, 2024). Setelah proses sintesis selesai, stabilitas TDES diamati secara visual selama tiga hari, dengan memperhatikan perubahan warna serta pembentukan endapan. Pada hari ketiga, TDES dengan tingkat kestabilan tinggi dan sifat fisik terbaik, ditunjukkan oleh viskositas yang rendah dan ketiadaan endapan pada dasar wadah, digunakan untuk digunakan pada tahap penelitian selanjutnya. Sebelum melanjutkan ke tahap penelitian berikutnya, analisis FTIR dan DSC dilakukan untuk memverifikasi pembentukan TDES.

3.4.3 Optimasi Suhu Pelindian TDES

Proses ini dimulai dengan pencampuran sampel PCB dan pelarut TDES dengan rasio massa terhadap volume (S/L) sebesar 1:20 g/mL. Campuran tersebut kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia tertutup dan diaduk secara terus-menerus menggunakan magnetic stirrer untuk memastikan pencampuran yang merata selama 8 jam. Proses pelindian dilakukan pada empat variasi suhu yang berbeda, yaitu 80°C, 100°C, 120°C, dan 140°C. Suhu setiap percobaan dijaga secara konsisten dengan menggunakan termometer yang dipasang pada gelas kimia untuk memastikan kestabilan suhu selama proses. Setelah pelindian selesai, dilakukan pemisahan antara residu padat dan larutan filtrat menggunakan metode sentrifugasi. Proses sentrifugasi dilakukan dalam botol khusus pada kecepatan 2500 rpm selama 10 menit untuk memperoleh pemisahan yang optimal. Filtrat yang diperoleh kemudian diambil sebanyak 2 mL dan diencerkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan aqua bides. Setelah proses pencairan, sampel siap dianalisis dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS)

3.4.4 Optimasi Lama Waktu Pelindian TDES

Setelah didapatkan suhu optimal pelindian dari optimasi sebelumnya, kemudian dilakukan optimasi lama waktu pelindian dengan pencampuran sampel PCB dan pelarut TDES dengan rasio massa terhadap volume (S/L) sebesar 1:20 g/mL. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia tertutup dan diaduk

secara terus-menerus menggunakan magnetic stirrer untuk memastikan homogenitas campuran. Proses pelindian dilakukan dengan variasi waktu yang berbeda, yaitu 6 jam, 9 jam, 12 jam, dan 15 jam. Setiap percobaan dilakukan pada suhu konstan yang telah ditentukan sebelumnya, dengan gelas kimia dilengkapi dengan termometer untuk memastikan kestabilan suhu sepanjang proses. Setelah durasi pelindian selesai, dilakukan pemisahan antara residu padat dan larutan filtrat dengan menggunakan metode sentrifugasi pada kecepatan 2500 rpm selama 10 menit untuk mencapai pemisahan yang optimal. Filtrat yang terpisah kemudian diambil sebanyak 2 mL dan diencerkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan aqua bides. Setelah proses pencairan, sampel yang telah diencerkan siap untuk dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS)

3.4.5 Optimasi *Solid to Liquid* (S/L) Ratio Pelindian TDES

Setelah didapatkan suhu dan waktu optimal pelindian dari optimasi sebelumnya, kemudian dilakukan optimasi lama waktu pelindian dengan pencampuran sampel PCB dan pelarut TDES dengan rasio solid to liquid (S/L) yang bervariasi, yaitu 0,5/20, 1/20, 1,5/20, dan 2/20 (g/mL). Campuran tersebut dimasukkan ke dalam gelas kimia tertutup dan diaduk secara terus-menerus menggunakan magnetic stirrer untuk memastikan pencampuran yang merata. Proses pelindian dilakukan pada suhu konstan, dengan gelas kimia dilengkapi dengan termometer untuk menjaga kestabilan suhu selama percobaan. Setelah proses pelindian selesai, dilakukan pemisahan antara residu padat dan larutan filtrat dengan menggunakan metode sentrifugasi pada kecepatan 2500 rpm selama 10 menit untuk memperoleh pemisahan yang optimal. Filtrat yang terpisah kemudian diambil sebanyak 2 mL dan diencerkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan aqua bides. Setelah proses pencairan, sampel siap untuk dianalisis dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS).

3.4.6 Karakterisasi Hasil Pelindian Logam dari PCB dengan AAS

Analisis terhadap kandungan logam perak dari sampel PCB dilakukan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometry* (AAS) untuk mengetahui kadar unsur logam perak yang berhasil dilindi. Data yang diperoleh dari analisis AAS disajikan dalam bentuk konsentrasi (mg/L) untuk unsur logam perak yang

terdeteksi. Data tersebut kemudian diolah menggunakan Excel. Nilai konsentrasi tersebut selanjutnya digunakan untuk menghitung persentase logam perak yang terekstraksi dengan membandingkan kadar logam perak setelah dan sebelum proses pelindian. Hasil perhitungan persentase ekstraksi logam ini kemudian digunakan untuk menentukan efisiensi ekstraksi logam dari sampel PCB. Persentase ekstraksi logam perak dihitung dengan rumus:

$$\text{Persentase ekstraksi logam perak} = (\text{Konsentrasi setelah pelindian} / \text{Konsentrasi sebelum pelindian}) \times 100\%$$