

**PENGARUH JENIS ANION EKSTRAKTAN  
TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA  
SECARA EKSTRAKSI FASA PADAT  
MENGUNAKAN KITOSAN-KARBON AKTIF**

**SKRIPSI**

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dalam bidang kimia**

oleh

**RINA FEBRIANA  
0410920049-92**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2008**

**LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI**

**PENGARUH JENIS ANION EKSTRAKTAN  
TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA  
SECARA EKSTRAKSI FASA PADAT  
MENGUNAKAN KITOSAN-KARBON AKTIF**

oleh  
**RINA FEBRIANA**  
**0410920049-92**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

**Menyetujui,  
Dosen Pembimbing I**

**Dr. Ani Mulyasuryani, MS**  
**NIP. 131 960 438**

**Menyetujui,  
Dosen Pembimbing II**

**Dr. Barlah Rumhayati, MSi**  
**NIP. 132 257 761**

**Menyetujui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas  
Brawijaya**

**M. Farid Rahman, S.Si, M.Si**  
**NIP. 132 158 726**

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Rina Febriana  
NIM : 0410920049-92  
Jurusan : Kimia  
Penulis skripsi berjudul :

**”Pengaruh Jenis Anion Ekstraktan Terhadap  
Recovery Emas(I) Sianida Secara Ekstraksi Fasa Padat  
Menggunakan Kitosan-Karbon Aktif”**

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari tugas akhir yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam tugas akhir ini.
2. Apabila di kemudian hari ternyata tugas akhir yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, ..... 2008  
Yang menyatakan,

(Rina Febriana)  
NIM. 0410920049-92

## **The Effect of Extractant anions to The Recovery Gold(I) Cyanide Using Solid Phase Extraction of Aktivated Carbon-Chitosan**

### **ABSTRACT**

Activated carbon-chitosan at  $\text{pH} < 6.5$  which has ammonium groups ( $-\text{NH}_3^+$ ) could be used for anionic exchanger. The negative complex gold(I) cyanide was bonded by activated groups of chitosan ( $-\text{NH}_3^+$ ). Gold(I) cyanide which adsorbed on the activated carbon-chitosan could be recovered of  $\text{NH}_4\text{OH}$  and  $\text{NaCl}$  as extractant. In this study, the concentration of  $\text{NH}_4\text{OH}$  and  $\text{NaCl}$  of 0.005 M, 0.01 M, 0.05 M were used with aquadest as reference. From this study, it can be seen that gold(I) cyanide anions were absorbed physically in the pore of chitosan and through formation of ionic bound with ammonium groups ( $-\text{NH}_3^+$ ) of chitosan.. Recovery of gold(I) cyanide was increased with an increase of  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentration but in contrast it was decrease with an increase of  $\text{NaCl}$  concentration. The highest recovery of 4.56 % was obtained when using 0.05 M of  $\text{NH}_4\text{OH}$  as extractant..

**Pengaruh Jenis Anion Ekstraktan Terhadap  
Recovery Emas(I) Sianida Secara Ekstraksi Fasa Padat  
Menggunakan Kitosan-Karbon Aktif**

**ABSTRAK**

Kitosan-karbon aktif merupakan materi penukar anion karena mempunyai gugus amonium ( $-\text{NH}_3^+$ ) pada  $\text{pH} < 6,5$  yang berfungsi sebagai gugus aktif. Emas(I) sianida yang bermuatan negatif dapat diikat oleh Gugus amonium ( $-\text{NH}_3^+$ ). Emas(I) sianida dapat didesorpsi menggunakan ekstraktan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{NaCl}$ . Pada penelitian ini dipelajari pengaruh jenis anion yaitu  $\text{OH}^-$  ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) dan  $\text{Cl}^-$  ( $\text{NaCl}$ ) terhadap *recovery* emas(I) sianida dengan masing-masing konsentrasi 0,005M; 0,01 M; 0,05 M dan digunakan akuades sebagai pembanding. Emas(I) sianida diperoleh kembali melalui proses desorpsi menggunakan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{NaCl}$ . Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses adsorpsi emas(I) sianida oleh butiran kitosan-karbon aktif terjadi adsorpsi fisika dan pembentukan ikatan ion. Peningkatan konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  meningkatkan *recovery* sedangkan dengan  $\text{NaCl}$  semakin menurun. *Recovery* terbesar diperoleh pada konsentrasi  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,05M yaitu 4,56 %.

## KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat, karunia dan hidayah-Nya yang telah diberikan sehingga dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir dengan judul **Pengaruh Jenis Anion Ekstraktan Terhadap Recovery Emas(I) Sianida Secara Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Kitosan-Karbon Aktif**. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan dan memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis juga mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah membantu baik secara langsung maupun tidak langsung selama pelaksanaan penelitian. Ungkapan terima kasih tersebut penulis sampaikan kepada:

1. Dr. Ani Mulyasuryani, MS. selaku Dosen Pembimbing I, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Barlah Rumhayati, MSi. selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Dr. Diah mardiana, MS. selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
4. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
5. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu dengan kerendahan hati, penulis mengharap kritik dan saran guna perbaikan dan penyempurnaannya sehingga dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, Agustus 2008

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xi</b>
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Perumusan Masalah.....	2
1.3. Batasan Masalah.....	3
1.4. Tujuan Penelitian.....	3
1.5. Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>4</b>
2.1. Ekstraksi fasa padat .....	4
2.1.1. Tinjauan umum ekstraksi fasa padat.....	4
2.1.2. Fasa padat .....	5
2.2. <i>Recovery</i> emas(I) sianida secara ekstraksi fasa padat.....	7
2.3. Hipotesis .....	9
<b>BAB III. METODE PENELITIAN</b> .....	<b>10</b>
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian.....	10
3.2. Bahan dan Alat Penelitian .....	10
3.2.1. Bahan Penelitian .....	10
3.3. Alat Penelitian .....	10
3.4. Tahapan Penelitian .....	10
3.5. Cara Kerja Penelitian.....	11
3.5.1. Pembuatan fasa padat kitosan-karbon aktif.....	11
3.5.2. Penentuan jumlah adsorpsi fasa padat kitosan.....	11
3.5.3. <i>Recovery</i> emas(I) sianida .....	11

3.5.3.1. <i>Recovery</i> emas(I) sianida menggunakan NaCl 0,005 M; 0,01 M; 0,05 M sebagai ekstraktan.....	11
3.5.3.2. <i>Recovery</i> emas(I) sianida menggunakan NH <sub>4</sub> OH 0,005 M; 0,01 M; 0,05 M sebagai ekstraktan Pengolahan data .....	12
3.6. Pengolahan Data	
3.6.1. Perhitungan massa emas dalam tiap filtrat .....	12
3.6.2. Penentuan jumlah adsorpsi fasa padat kitosan-karbon aktif...12	
3.6.3. Pehitungan <i>recovery</i> (%) emas.....	13
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>14</b>
4.1. Butiran Kitosan sebagai fasa padat .....	14
4.2. Pengaruh Jenis anion Terhadap <i>Recovery</i> .....	15
4.3. Pengaruh Konsentrasi Ekstraktan Terhadap <i>Recovery</i> .....	17
<b>BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>	<b>20</b>
5.1. Kesimpulan.....	20
5.2. Saran.....	20
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>21</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>24</b>

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2. 1	Struktur kitosan..... 5
Gambar 2. 2	Struktur pori butiran kitosan ..... 6
Gambar 2. 3	Pori butiran kitosan-karbon aktif.....6
Gambar 4. 2	Grafik pengaruh jenis ekstraktn terhadap <i>recovery</i> ..... 15
Gambar 4. 3	Grafik pengaruh konsentrasi ekstraktn terhadap <i>recovery</i> ..... 18



## DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 5.1.1	Data absorbansi $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ menggunakan NaCl sebagai ekstraktan .....	35
Tabel 5.1.2	Data absorbansi $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ menggunakan NaCl sebagai ekstraktan.....	35

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1	Preparasi Larutan..... 23
Lampiran 2	Perhitungan Preparasi Larutan ..... 24
Lampiran 3	Diagram Alir Penelitian ..... 28
Lampiran 4	Data absorbansi dan penentuan jumlah adsorpsi fasa padat kitosan-karbon aktif..... 32
Lampiran 5	Data hasil penelitian dan perhitungan <i>recovery</i> .... 35



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Emas merupakan logam mulia yang tersebar luas di alam, baik dalam keadaan bebas maupun senyawanya. Bijih emas selain mengandung emas juga terdapat logam ikutan yaitu perak dan tembaga (Suharta, dkk, 2000). Metode isolasi emas yang paling banyak digunakan adalah pelarutan dalam larutan sianida (sianidasi). Pelarutan emas dalam larutan sianida dengan adanya udara atau  $H_2O_2$  akan membentuk kompleks  $[Au(CN)_2]^-$  yang mempunyai kestabilan cukup tinggi ( $K_{st} = 10^{37}$ ) namun pada proses tersebut logam ikutan juga dapat larut membentuk kompleks sianida yang stabil dengan nilai konstanta  $[Cu(CN)_3]^{2-}$  ( $K_{st} = 10^{17}$ ) dan  $[Ag(CN)_2]^-$  ( $K_{st} = 7,9 \cdot 10^{20}$ ) (Dionex, 2004). Agar diperoleh emas(I) sianida dengan kemurnian yang cukup tinggi diperlukan suatu proses *recovery*. Pada *recovery* emas(I) sianida diperlukan suatu metode dengan persen perolehan yang tinggi, waktu yang cepat dan aman bagi lingkungan.

Metode yang telah dikembangkan pada *recovery* logam emas secara ekstraksi fasa padat meliputi ekstraksi fasa padat sistem batch menggunakan karbon aktif sebagai fasa padat dengan perolehan *recovery* sebesar 0,07 % (Murniawati, 2006), selain itu karbon aktif juga digunakan sebagai fasa padat pada ekstraksi fasa padat sistem alir dengan jumlah *recovery* 2,26 % (Haryadi, 2007). Jumlah *recovery* tersebut sangat kecil dan juga pada kedua metode tersebut ion emas(I) sianida harus direaksikan dengan CTAB membentuk kompleks pasangan ion  $[Y^+Au(CN)_2]^-$ . Untuk meningkatkan hasil *recovery* perlu dikembangkan metode menggunakan fasa padat lain tanpa membentuk kompleks pasangan ion sehingga pada penelitian ini digunakan butiran kitosan-karbon aktif sebagai fasa padat.

Fasa padat yang dapat digunakan sebagai penukar anion dalam *Recovery* emas(I) sianida yaitu fasa padat yang mempunyai gugus aktif ammonium kuartener ( $R_3N:H^+$ ), kemudian ditukarkan dengan anion  $OH^-$  dari NaOH (Doftner, 1994). Mengacu pada konsep yang diajukan oleh Doftner (1994) maka kitosan diduga dapat digunakan sebagai materi penukar anion karena kitosan merupakan turunan kitin yang mempunyai gugus  $-NH_2$  yang dapat berubah menjadi  $-NH_3^+$  dalam suasana asam dengan nilai  $pK_a = 6.3$  -

7 (Beppu and Santana, 2002). Agar kitosan dapat digunakan sebagai fasa padat dalam *recovery* emas(I) sianida maka kitosan dilarutkan dalam asam asetat yang kemudian dibentuk menjadi butiran hidrogel dengan cara meneteskan dalam larutan basa alkalis (Guibal, 2000). Gugus  $-NH_3^+$  dalam suasana basa akan menjadi  $-NH_2$  kembali sehingga untuk memprotonasi menjadi  $-NH_3^+$  kembali dilakukan perendaman dengan asam sulfat, adanya gugus aktif  $-NH_3^+$  pada kitosan maka emas(I) sianida dapat terikat oleh fasa padat kitosan (Doftner, 1994).

*Recovery* emas dapat dilakukan dengan cara mengubah gugus aktif  $-NH_3^+$  menjadi  $-NH_2$  atau dengan cara menukar emas (I) sianida dengan anion lain. Pada penelitian ini digunakan NaCl dan  $NH_4OH$  sebagai ekstraktan serta akuades sebagai pembanding, sehingga terdapat dua anion yang akan dipertukarkan yaitu  $Cl^-$  dan  $OH^-$ . Peningkatan konsentrasi  $NH_4OH$  akan meningkatkan pH sehingga gugus aktif  $-NH_3^+$  berubah menjadi  $-NH_2$  juga semakin banyak dan emas(I) sianida dapat terdesorpsi. Peningkatan konsentrasi NaCl tidak meningkatkan pH, namun diharapkan dapat meningkatkan jumlah *recovery*. Larutan NaCl merupakan larutan elektrolit kuat, maka di dalam air akan terionisasi dengan sempurna menjadi  $Na^+$  dan  $Cl^-$ . Anion  $Cl^-$  mempunyai kemampuan cukup kuat untuk dapat terikat pada fasa padat yang mempunyai gugus aktif ammonium ( $-NH_3^+$ ). Apabila anion  $Cl^-$  dan  $OH^-$  dibandingkan maka anion  $Cl^-$  memiliki kemampuan lebih besar untuk dapat terikat pada gugus aktif ammonium ( $-NH_3^+$ ). Kedua anion tersebut mempunyai jari-jari ion terhidrasi yang berbeda. Jari-jari ion terhidrasi  $Cl^-$  sebesar 300 pm dan  $OH^-$  350 pm. Kemampuan menukar anion  $Cl^-$  lebih besar dibandingkan  $OH^-$ , karena semakin besar jari-jari ion terhidrasi maka kemungkinan suatu anion untuk dapat terikat pada gugus aktif fasa padat semakin kecil. (Sphigun dan Zolotov, 1988).

## 1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan suatu permasalahan bagaimana pengaruh jenis anion yaitu  $OH^-$  dan  $Cl^-$  terhadap *recovery* emas(I) sianida secara ekstraksi fasa padat sistem batch menggunakan butiran kitosan-karbon aktif sebagai fasa padat.

### 1.3 Batasan Masalah

1. Butiran hidrogel kitosan kadar 1,75 % dibuat dengan melarutkan kitosan dalam asam asetat 2 % dan perendaman glutaraldehid 0,5 %.
2. Sampel yang digunakan adalah logam murni yang telah direaksikan dengan sianida ( $\text{CN}^-$ )
3. Anion yang digunakan untuk mendesorpsi  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  adalah  $\text{OH}^-$  yang berasal dari  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{Cl}^-$  yang berasal dari  $\text{NaCl}$  dengan konsentrasi 0,005 M; 0,01 M; 0,05 M.

### 1.4 Tujuan Penelitian

Mempelajari pengaruh jenis anion yaitu  $\text{OH}^-$  dan  $\text{Cl}^-$  terhadap desorpsi emas(I) sianida secara ekstraksi fasa padat sistem batch menggunakan kitosan-karbon aktif sebagai fasa padat.

### 1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat dijadikan acuan dalam pengembangan metode pengaruh jenis anion penukar terhadap *recovery* emas(I) sianida menggunakan butiran kitosan-karbon aktif sebagai fasa padat.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Ekstraksi Fasa Padat

#### 2.1.1 Tinjauan Umum Ekstraksi Fasa Padat

Ekstraksi fasa padat merupakan salah satu metode pemisahan dari suatu komponen yang diinginkan dalam larutan, yang menggunakan fasa padat sebagai adsorben. Ekstraksi fasa padat terdiri atas fasa padat dan ekstrak. Fasa padat berupa adsorben dan ekstrak berupa larutan yang mengandung komponen yang akan diekstraksi. Fasa padat akan mengadsorpsi komponen yang terkandung dalam larutan fasa gerak (Sorensen, 1999). Secara umum, komponen yang akan dipisahkan dimasukkan ke dalam suatu media yang sudah berisi fasa padat. Komponen yang mempunyai kepolaran berbeda dengan adsorben tidak akan terikat, sedangkan komponen yang mempunyai kepolaran sama akan terikat pada adsorben. Komponen yang terikat, yaitu komponen yang diinginkan, didesorpsi dari fasa padat menggunakan ekstrak yang mempunyai sifat (kepolaran) yang sama dengan komponen yang ingin dipisahkan (Beney, Breuer dan Jacob, 2004).

Mekanisme yang terjadi pada ekstraksi fasa padat yaitu adsorpsi dan desorpsi. Adsorpsi adalah penyerapan analit oleh adsorben karena adanya kontak. Terdapat 2 jenis adsorpsi, yaitu adsorpsi fisik dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisik disebabkan oleh interaksi antara adsorben dan adsorbat pada permukaan yang hanya disebabkan oleh gaya tarik Van der Waals, pada adsorpsi ini adsorbat tidak diikat dengan kuat pada permukaan adsorben sehingga mudah diganti oleh adsorbat yang lain. Adsorpsi fisik biasanya *reversible* karena adsorbat dapat dilepas kembali dengan adanya penurunan tekanan gas dan penurunan konsentrasi larutan. Adsorpsi kimia melibatkan interaksi yang lebih kuat antara adsorbat dengan adsorben sehingga adsorbat tidak bebas bergerak dari satu bagian permukaan ke bagian lain. Pada adsorpsi ini, biasanya tidak *reversible* (Castellan, 1984).

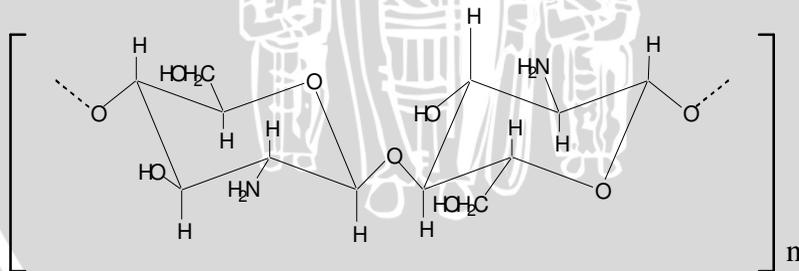
Desorpsi merupakan proses pelepasan kembali molekul adsorbat yang telah diadsorpsi oleh permukaan adsorben (Considine dan Considine, 1989). Proses desorpsi dapat melibatkan suatu proses pertukaran ion antara larutan ekstrak dengan adsorbat pada

permukaan adsorben. Ekstraktan mengandung suatu komponen yang dapat menggantikan adsorbat pada permukaan adsorben. Proses desorpsi sangat dipengaruhi oleh perubahan sistem pH, konsentrasi eluen, temperatur, penurunan tekanan, atau kehadiran adsorbat lain (Lewis, 1993).

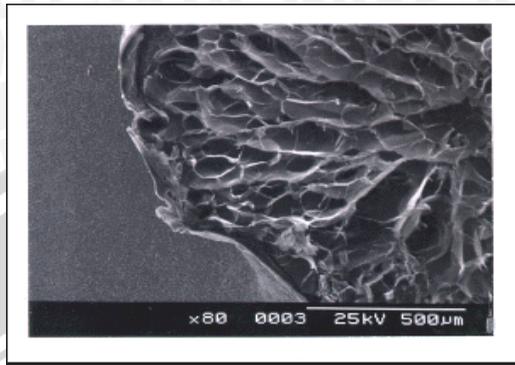
### 2.1.2 Fasa Padat

Fasa padat yang digunakan dalam ekstraksi fasa padat mempunyai beberapa sifat antara lain mempunyai luas permukaan yang besar, berpori, mempunyai gugus aktif, dan tidak bereaksi dengan adsorbat (Weber, 1972). Beberapa fasa padat yang sering digunakan diantaranya karbon aktif, alumina dan silika. Menurut doftner (1994) senyawa yang mempunyai gugus aktif ammonium ( $R_3N:H^+$ ) dapat digunakan sebagai fasa padat, sehingga kitosan yang mempunyai gugus aktif  $-NH_3^+$  dapat digunakan sebagai materi penukar ion.

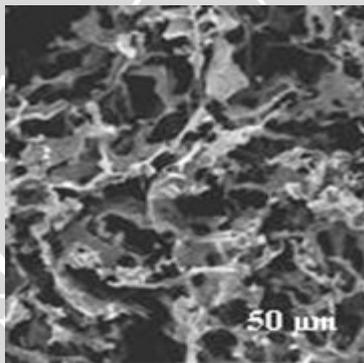
Kitosan (poli (-4)- $\beta$ -D-glukosamin) merupakan turunan dari kitin yang dihasilkan dari deasetilasi basa dari molekul kitin. Kitin dapat diperoleh dari cangkang crustacea, molusca dan serangga. Kitin merupakan sumber daya alam yang cukup melimpah dan dapat diperbaharui salah satu hasilnya adalah kitosan. Keuntungan kitosan antara lain murah, tidak beracun dan dapat didegradasi oleh alam. Deasetilasi kitin dilakukan dalam kondisi basa, untuk itu dapat digunakan NaOH (Roberts, 1992). Berikut ini adalah gambar struktur kitosan (Goncalves, 2006).



Gambar (2.1) Struktur Kitosan



**Gambar 2.2.** Struktur pori butiran kitosan (Anonymous,1999).

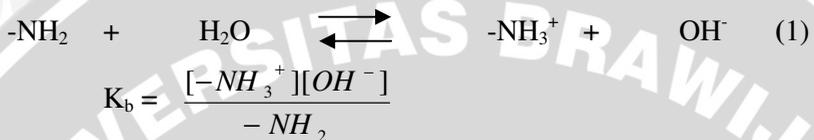


**Gambar 2.3.** Struktur pori kitosan-karbon aktif (Cooney, 2007).

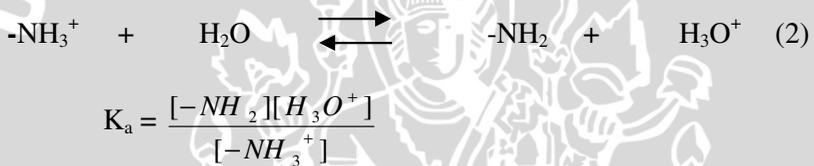
Apabila dibandingkan ukuran pori kitosan-karbon aktif 10 kali lebih kecil dibandingkan dengan kitosan tanpa penambahan karbon aktif. Adanya karbon aktif maka pori-pori kitosan akan terisi oleh karbon aktif (Cooney, 2007).

Kitosan dapat dimodifikasi menjadi butiran hidrogel yang dapat dimanfaatkan sebagai fasa padat pada pemisahan. Pembuatan butiran kitosan dilakukan dengan melarutkan kitosan kedalam asam asetat. Larutan kitosan selanjutnya diteteskan ke dalam larutan casting alkalis. Larutan kitosan akan menggumpal dalam suasana basa membentuk butiran-butiran kitosan (Ruiz, 2002). Butiran kitosan yang terbentuk mempunyai gugus  $-NH_2$  dimana dalam air

dengan sedikit suasana asam pada  $pK_a = 6,5$  dapat berubah menjadi ion amina  $-NH_3^+$  sehingga kitosan dapat digunakan sebagai penukar ion. Kitosan larut dalam suasana asam (konsentrasi rendah) karena terjadi protonasi membentuk gugus amino bebas, namun kitosan hanya sebagian kecil larut dalam asam sulfat encer pada suhu ruang. Konstanta disosiasi basa ( $K_b$ ) gugus amino diperoleh pada kesetimbangan (Roberts, 1992)



Konstanta disosiasi asam ( $K_a$ ) konjugat gugus amino diperoleh dari kesetimbangan (Robert, 1999)



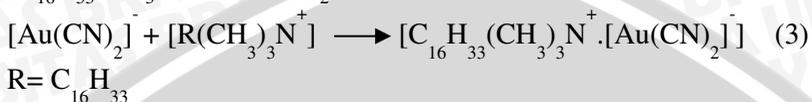
Nilai  $pK_a$  dari kitosan didapatkan sebesar 6,5 (Roberts, 1992). Pada  $pH < pK_a$  gugus  $NH_2$  akan lebih banyak membentuk  $-NH_3^+$  dan sebaliknya pada  $pH > pK_a$  jumlah  $-NH_3^+$  yang terbentuk sedikit

Untuk mengurangi terjadinya *swelling* diantara butiran-butiran kitosan dapat dilakukan dengan membentuk ikatan silang. Salah satu reagen pembentuk ikatan silang adalah glutaraldehid. Reaksi pembentukan ikatan silang merupakan reaksi yang terjadi antara kitosan dengan aldehid dalam suasana asam asetat yang akan menghasilkan butiran-butiran kitosan. (Koyama dan Taniguchi, 1986).

## 2.2 Recovery $Au(CN)_2^-$ Secara Ekstraksi Fasa Padat

*Recovery* logam emas secara ekstraksi fasa padat dapat dilakukan menggunakan karbon aktif sebagai adsorben melalui pelarutan emas dalam sianida terlebih dahulu menjadi  $Au(CN)_2^-$

Karbon aktif mengadsorpsi molekul netral sehingga  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  harus direaksikan dengan CTAB membentuk kompleks pasangan ion  $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}]^+ \cdot [\text{Au}(\text{CN})_2^-]$  (Rohm dan Hass, 2004).



Pada proses adsorpsi menggunakan karbon aktif sebagai adsorben maka  $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]$  direaksikan dengan CTAB membentuk kompleks pasangan ion  $[[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}]^+ \cdot [\text{Au}(\text{CN})_2^-]]$ . Untuk melepaskan kembali emas(I) dari karbon aktif maka dilakukan proses desorpsi. Proses desorpsi  $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]$  dapat terjadi dengan adanya pertukaran pasangan ion, yaitu mengganti kompleks pasangan ion menjadi kompleks pasangan ion yang baru. Hal itu dapat dilakukan dengan penggantian  $[\text{Au}(\text{CN})_2^-]$  dengan anion seperti ion tiosianat ( $\text{SCN}^-$ ) (Rohm dan Hass, 2004).



*Recovery*  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  secara ekstraksi fasa padat juga dapat dilakukan dengan metode penukar anion, pada metode ini kompleks  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  tidak perlu membentuk kompleks pasangan ion. Fasa padat yang digunakan berupa ammonium kuartener yang apabila dalam asam sulfat membentuk gugus aktif ( $\text{R}_3\text{N}:\text{H}^+$ ). Setiap mol  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  dapat terikat pada 1 mol ( $\text{R}_3\text{N}:\text{H}^+$ ) yang dapat dijelaskan melalui mekanisme berikut (Dofner, 1994).



Untuk mendapatkan emas kembali, maka dapat dilakukan dengan mengalirkan NaOH ke dalam kolom resin penukar anion yang telah mengikat  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  pada gugus aktif  $\text{R}_3\text{N}:\text{H}^+$ ,  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  akan terdesorpsi karena ion  $\text{H}^+$  berikatan dengan ion  $\text{OH}^-$  membentuk

molekul air (H<sub>2</sub>O) sehingga gugus aktif (R<sub>3</sub>N:H<sup>+</sup>) berubah menjadi tidak bermuatan kembali (R<sub>3</sub>N:). Untuk lebih jelasnya berikut adalah mekanismenya (Doftner, 1994).



Mengacu pada reaksi yang diajukan Doftner (1994) sehingga dapat diperkirakan mekanisme pertukaran ion bila menggunakan kitosan yang juga mempunyai gugus aktif ammonia adalah.



Penukaran ion dipengaruhi oleh konsentrasi dan jari-jari ion terhidrasi ion penukar, semakin tinggi konsentrasi maka semakin banyak ion yang akan ditukarkan terhadap kompleks yang terikat pada fasa padat sehingga jumlah *recovery* juga semakin besar. Jari-jari ion terhidrasi adalah jari-jari yang terbentuk ketika ion berada disekitar molekul-molekul air, semakin besar jari-jari ion terhidrasi suatu anion maka kemampuan untuk berikatan dengan fasa padat yang mempunyai gugus aktif ammonium (R<sub>3</sub>N:H<sup>+</sup>) semakin berkurang. (Sphigun dan Zolotov, 1988). Jari-jari ion terhidrasi anion OH<sup>-</sup> adalah 350 pm sedangkan Cl<sup>-</sup> 300 pm sehingga kemampuan OH<sup>-</sup> untuk berikatan dengan fasa padat semakin berkurang dibandingkan Cl<sup>-</sup> (J. Killand, 1996).

### 2.3 Hipotesis

Berdasarkan tinjauan teoritis dapat disusun hipotesis bahwa proses *recovery* emas(I) sianida dipengaruhi oleh kemampuan tukar anion, pH, konsentrasi dan jari-jari ion terhidrasi.

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan di Laboratorium Kimia Analitik jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Brawijaya, Malang.

### **3.2 Bahan Penelitian**

#### **3.2.1 Bahan yang digunakan**

Bahan sampel yang digunakan adalah kitosan dan logam emas murni (Au).

#### **3.2.2 Bahan kimia**

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan kimia proanalisis (p.a) yaitu asam asetat 2%, natrium hidroksida, glutaraldehid, kalium sianida, asam sulfat, natrium klorida kecuali akuades.

### **3.3 Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : oven, neraca analitis mettler, pengaduk magnetis, botol semprot, bola hisap, kertas saring, peralatan gelas serta Spektroskopi serapan atom (SSA) Shimadzu tipe AA-6200.

### **3.4 Tahapan Penelitian**

1. Pembuatan fasa padat butiran kitosan-karbon aktif
2. *Recovery* Au
  - a. Sianidasi Au
  - b. Penentuan jumlah yang teradsorpsi oleh fasa padat kitosan-karbon aktif.
  - c. Penentuan Pengaruh jenis dan konsentrasi ekstrak terhadap *recovery* emas(I) sianida
  - d. Deteksi Au menggunakan SSA
3. Analisis data hasil pengamatan

### **3.5 Cara Kerja Penelitian**

#### **3.5.1 Pembuatan fasa padat kitosan-karbon aktif**

Mengacu pada prosedur preparasi butiran kitosan penukar ion oleh (Ruiz, 2002), Kitosan sebanyak 3,5 gram dilarutkan dalam 200 mL asam asetat 1,75 %. Larutan kitosan ditambah 0,118 g karbon aktif agar kadar karbon aktif dalam larutan sebesar 5 %. Larutan kitosan diteteskan dalam larutan NaOH 1M. Butiran-butiran kitosan yang terbentuk disaring kemudian direndam dalam glutaraldehid dan disaring kembali. Butiran kitosan-karbon aktif dinetralkan menggunakan akuades kemudian dikeringkan dalam oven 40°C selama 2 jam.

#### **3.5.2 Penentuan jumlah adsorpsi kitosan-karbon aktif**

Butiran kitosan-karbon aktif ditimbang sebanyak 5 gram kemudian direndam dalam  $H_2SO_4$   $10^{-3}M$ . Larutan  $Au(CN)_2^-$  100 ppm sebanyak 50 mL dimasukkan dalam erlenmeyer yang berisi butiran kitosan-karbon aktif. Kemudian dikocok satu jam dengan kecepatan 100 rpm, larutan yang tidak teradsorpsi disimpan dalam botol film. Setelah itu larutan standart  $Au(CN)_2^-$  100 ppm dan larutan yang tidak teradsorpsi ditambah dengan  $HNO_3$  pekat dianalisis menggunakan SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) sehingga diperoleh data absorbansi, kemudian ditentukan kapasitas adsorpsi menggunakan persamaan (3.5).

#### **3.5.2 Recovery emas(I) sianida**

##### **3.5.21 Recovery emas(I) sianida menggunakan NaCl 0,005 M; 0,01 M; 0,05 M sebagai ekstraktan**

Butiran fasa padat kitosan-karbon aktif 1 gram disiapkan dalam erlenmeyer 250 mL kemudian dimasukkan larutan  $Au(CN)_2^-$  20 ppm sebanyak 20 mL, dikocok 1 jam dengan kecepatan 100 rpm sebagai proses adsorpsi, larutan didekantasi dan filtrat yang tidak teradsorpsi disimpan dalam botol film. Butiran kitosan-karbon aktif kemudian dicuci dengan akuades. Larutan NaCl 0,005M; 0,01M; 0,05M sebanyak 20 mL ditambahkan pada masing-masing erlenmeyer kemudian dikocok kembali dengan kecepatan 100 rpm selama 1 jam, larutan didekantasi dan filtratnya disimpan. Semua filtrat ditambah dengan satu tetes  $HNO_3$  pekat lalu dianalisis

menggunakan SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) dan diperoleh data absorbansi. Dari data absorbansi ditentukan massanya menggunakan persamaan (3.3) sehingga dapat ditentukan *recovery* emas(I) sianida.

### 3.5.5.2 *Recovery emas(I) sianida menggunakan NH<sub>4</sub>OH 0,005 M; 0,01 M; 0,05 M sebagai ekstraktan*

Butiran fasa padat kitosan-karbon aktif 1 gram disiapkan dalam erlenmeyer 250 mL kemudian dimasukkan Larutan Au(CN)<sub>2</sub><sup>-</sup> 20 ppm sebanyak 20 mL, dikocok satu jam dengan kecepatan 100 rpm sebagai proses adsorpsi, larutan didekantasi dan filtrat yang tidak teradsorpsi disimpan dalam botol film. Butiran kitosan-karbon aktif kemudian dicuci dengan akuades. Larutan NH<sub>4</sub>OH 0,005M; 0,01M; 0,05M sebanyak 20 mL ditambahkan pada masing-masing erlenmeyer kemudian dikocok kembali dengan kecepatan 100 rpm selama 1 jam, larutan didekantasi dan filtratnya disimpan. Semua filtrat ditambah dengan satu tetes HNO<sub>3</sub> pekat lalu dianalisis menggunakan SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) dan diperoleh data absorbansi. Dari data absorbansi ditentukan massanya menggunakan persamaan (3.3) sehingga dapat ditentukan *recovery* (%) emas(I) sianida.

## 3.6 Pengolahan Data

### 3.6.1 Perhitungan massa emas dalam filtrat

Pada perhitungan massa Au<sup>+</sup> dalam fraksi digunakan persamaan:

$$\text{massa Au} = \frac{C_{\text{Au dalam filtrat}}(\text{mg})}{1000 \text{ mL}} \times V_{\text{filtrat}}(\text{mL}) \quad (3.1)$$

### 3.6.2 Penentuan jumlah adsorpsi fasa padat kitosan-karbon aktif

Untuk menentukan jumlah adsorpsi fasa padat kitosan melalui tahapan berikut ini

a. Menghitung konsentrasi Au yang teradsorpsi

$$C_{\text{Au}} = \frac{\text{Abs awal} - \text{Abs sisa}}{\text{Abs awal}} \times 100\% \times C_{\text{standar}} (\text{ppm}) \quad (3.2)$$

b. Menghitung massa Au yang teradsorpsi

$$\text{massa Au} = \frac{C \text{ Au teradsorpsi (mg)}}{1000 \text{ mL}} \times V \text{ filtrat (mL)} \quad (3.3)$$

c. Menghitung mol yang teradsorpsi

$$\text{Mol Au} = \frac{\text{massa Au teradsorpsi (mg)}}{Ar \text{ Au (} \overset{197}{\text{g}} \text{ / mmol)}} \quad (3.4)$$

d. Menghitung jumlah emas(I) sianida yang teradsorpsi fasa padat kitosan-karbon aktif

$$\text{Jumlah teradsorpsi} = \frac{\text{mol Au teradsorpsi (mmol)}}{\text{massa fasa padat (gram)}} \times 100 \% \quad (3.5)$$

### 3.6.3 Perhitungan *recovery* (%) emas

**Untuk menghitung nilai *recovery* (%) emas digunakan persamaan sebagai berikut :**

$$\text{Recovery} = \frac{\text{massa emas terdesorpsi (mg)}}{\text{massa emas awal (mg)}} \times 100 \% \quad (3.6)$$

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Butiran Kitosan-Karbon Aktif Sebagai Fasa Padat

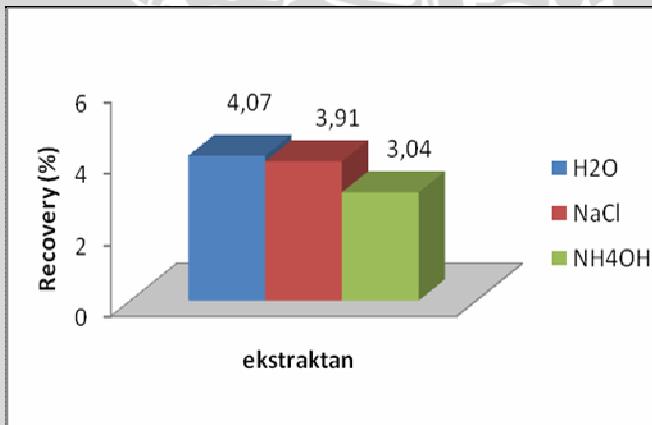
Butiran kitosan yang diperoleh sebanyak 70,016 g yang berasal dari pelarutan kitosan 3,5 gram kitosan dalam asam asetat 2 % sebanyak 180 gram (Ruiz, 2002), kitosan didalam asam asetat larut membentuk larutan kental, karena dalam suasana asam asetat maka terbentuk gugus aktif kitosan yaitu  $-\text{NH}_3^+$ . Larutan kental kitosan ditambah karbon aktif 0,5 % guna memperkecil ukuran pori kitosan karena karbon aktif akan menempati pori kitosan. Ukuran pori yang kecil akan mengurangi terjadinya adsorpsi secara fisika sehingga adsorpsi emas(I) sianida oleh fasa padat kitosan-karbon aktif cenderung membentuk ikatan ion. Secara teoritis ukuran pori kitosan-karbon aktif apabila dibandingkan dengan ukuran pori kitosan tanpa penambahan karbon aktif 10 kali lebih kecil sehingga kemungkinan terjebaknya emas (I) sianida didalam pori kitosan semakin kecil dan emas(I) sianida akan lebih mudah untuk terdesorpsi.

Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh jumlah yang teradsorpsi oleh kitosan-karbon aktif yang telah direndam dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  terhadap emas(I) sianida adalah  $6,6 \times 10^{-3}$  mmol/gram, sedangkan kapasitas adsorpsi kitosan tanpa perendaman dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah  $5 \times 10^{-4}$  mmol/gram. Apabila kedua nilai yang teradsorpsi tersebut dibandingkan, menunjukkan bahwa adanya perendaman kitosan-karbon aktif dalam asam yaitu  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dapat meningkatkan jumlah yang teradsorpsi, Hal ini membuktikan bahwa semakin banyak gugus aktif  $-\text{NH}_3^+$  yang terbentuk maka kemampuan kitosan-karbon aktif untuk mengadsorpsi emas(I) sianida dengan membentuk ikatan ion juga semakin besar. Gugus  $-\text{NH}_2$  pada kitosan-karbon aktif agar dapat digunakan sebagai penukar ion harus dalam bentuk aktif yaitu  $-\text{NH}_3^+$  sehingga butiran kitosan harus direndam dalam larutan asam sulfat. Digunakan asam sulfat karena butiran kitosan hanya sebagian kecil yang larut dalam asam sulfat encer pada suhu ruang.

## 4.2 Pengaruh jenis anion terhadap *recovery* emas(I) sianida

*Recovery* emas(I) sianida dilakukan secara ekstraksi fasa padat melalui pengikatan  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  oleh fasa padat butiran kitosan dan dilanjutkan dengan desorpsi dengan larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{NaCl}$ . Anion  $\text{OH}^-$  dari  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{Cl}^-$  dari  $\text{NaCl}$  akan berfungsi sebagai ion penukar  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ . Jumlah mol  $\text{OH}^-$  dan  $\text{Cl}^-$  yang diperlukan untuk menukar ekivalen dengan jumlah  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ . Konsentrasi ekstrak  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan  $\text{NaCl}$  akan sangat berpengaruh terhadap *recovery* yang diperoleh, disamping itu juga dipengaruhi oleh ukuran pori fasa padat, dan kekuatan ion penukar. Pada penelitian ini digunakan akuades sebagai pembanding bagi kedua ekstrak yaitu  $\text{NaCl}$  dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sehingga diketahui proses desorpsi yang sebenarnya terjadi apakah melalui penukaran ion atau hanya penggantian emas(I) sianida secara fisika. Konsentrasi  $\text{NaCl}$  dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang dibandingkan adalah 0,005 M karena merupakan konsentrasi terendah dimana jumlah anion  $\text{OH}^-$  dan  $\text{Cl}^-$  juga sedikit.

Pada penelitian ini diketahui bahwa jumlah *recovery* Au yang menggunakan akuades sebagai ekstrak adalah 4,07 % sedangkan dengan  $\text{NaCl}$  dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan konsentrasi yang sama yaitu 0,005 M sebesar 3,91 % dan 3,04 %, dapat dilihat perbandingannya pada diagram batang berikut,



**Gambar 4.1.** Pengaruh jenis ekstrak

Pada gambar 4.1 diketahui bahwa *recovery* yang diperoleh dengan H<sub>2</sub>O dan NaCl 0,005M sebagai ekstraktan relatif sama. Hal ini membuktikan bahwa proses desorpsi emas(I) sianida pada fasa padat kitosan menggunakan ekstraktan H<sub>2</sub>O dan NaCl bukan merupakan penukaran ion melainkan penggantian emas(I) sianida secara desorpsi fisika, karena emas(I) sianida  $6,6 \times 10^{-3}$  mmol mampu terdesorpsi oleh air yang mempunyai jumlah anion OH<sup>-</sup>  $2 \times 10^{-6}$  mmol dan penggunaan NaCl 0,005 M yang mempunyai anion Cl<sup>-</sup> sebesar  $6,06 \times 10^{-2}$  mmol menghasilkan *recovery* yang relatif sama. Hal ini menunjukkan bahwa proses desorpsi terjadi pada emas(I) sianida yang teradsorpsi secara fisika.

Jumlah emas(I) sianida yang terikat oleh fasa padat kitosan-karbon aktif adalah  $6,6 \times 10^{-3}$  mmol sedangkan ekstraktan NH<sub>4</sub>OH yang digunakan pada proses desorpsi mempunyai jumlah OH<sup>-</sup> sebanyak  $4,8 \times 10^{-2}$  mmol 0,79 kali lebih kecil bila dibandingkan dengan NaCl dengan jumlah Cl<sup>-</sup> pada tiap konsentrasi NaCl  $6,06 \times 10^{-2}$  mmol. Berdasarkan diagram tersebut *recovery* yang diperoleh menggunakan NH<sub>4</sub>OH 0,77 kali lebih kecil bila menggunakan NaCl nilai ini sesuai dengan perbandingan jumlah anion. Sehingga dapat diketahui bahwa proses desorpsi pada konsentrasi NH<sub>4</sub>OH 0,005 M merupakan hasil desorpsi secara fisika karena perubahan pH yang ditimbulkan kecil yaitu menjadi pH = 7,8. Perubahan pH yang relatif sedikit memungkinkan gugus -NH<sub>2</sub> masih berada dalam bentuk aktif yaitu -NH<sub>3</sub><sup>+</sup> sehingga emas(I) sianida masih terikat pada kitosan-karbon aktif. Proses desorpsi yang terjadi adalah desorpsi terhadap emas(I) sianida yang terikat secara fisika.

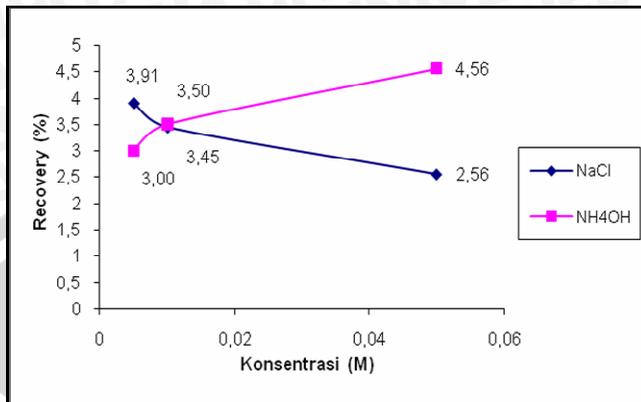
Proses adsorpsi secara fisika sangat dipengaruhi oleh ukuran pori adsorben yaitu kitosan-karbon aktif. Pada proses adsorpsi dimungkinkan bahwa Au(CN)<sub>2</sub><sup>-</sup> terjebak didalam pori kitosan sehingga untuk mendesorpsi emas(I) sianida yang terikat dibutuhkan senyawa yang mempunyai ukuran molekul yang kecil agar molekul penukar dapat masuk kedalam pori kitosan dan menggantikan Au(CN)<sub>2</sub><sup>-</sup>. Berdasarkan ukuran molekul H<sub>2</sub>O merupakan molekul yang memiliki ukuran terkecil dengan jari-jari ion 580 pm sedangkan NaCl 690 pm sehingga jumlah emas(I) sianida yang terdesorpsi oleh air lebih besar dibandingkan menggunakan NaCl, namun pada penggunaan NH<sub>4</sub>OH diperoleh

recovery yang kecil karena ukuran molekul  $\text{NH}_4\text{OH}$  yang besar dan terdiri dari enam molekul serta adanya pasangan elektron bebas pada atom N menyebabkan terjadinya tolakan terhadap atom-atom yang lain sehingga bentuk geometri dan ukurannya juga semakin besar.

#### 4.3 Pengaruh konsentrasi ekstraktan terhadap *recovery* emas(I) sianida

Ekstraktan yang digunakan pada *recovery*  $\text{Au}(\text{CN})_2^-$  yaitu NaCl dan  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Pengaruh konsentrasi NaCl dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dapat dilihat pada Gambar 4.2 yang dihasilkan dari pengeplotan data konsentrasi terhadap *recovery*. Data *recovery* diperoleh berdasarkan data absorbansi dari pengocokan 20 ppm larutan  $\text{Au}^+$  sebagai larutan perak(I) sianida dengan metode batch, selanjutnya desorpsi menggunakan NaCl dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dengan variasi konsentrasi 0,005 M; 0,01 M; dan 0,05 M. Selanjutnya dapat dibuat suatu grafik sesuai dengan Gambar 4.2 yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi dengan *recovery* (%).

Penggunaan ekstraktan NaCl dan  $\text{NH}_4\text{OH}$  bertujuan untuk mengetahui pengaruh perubahan konsentrasi terhadap jumlah *recovery*. Larutan NaCl merupakan larutan garam yang bersifat netral sehingga meskipun konsentrasi meningkat nilai pH yang terukur tetap yaitu pH = 6-7 sehingga tidak memberikan perubahan pH dalam proses *recovery*. Sedangkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  merupakan larutan yang bersifat basa, semakin tinggi konsentrasi maka semakin besar sifat kebasaannya sehingga akan memperbesar nilai pH. Nilai pH Pada konsentrasi 0,005 M; 0,01 M; 0,05 M yaitu antara pH = 8-9. Dari data *recovery* dapat dibuat grafik hubungan antara konsentrasi dengan *recovery* seperti berikut,



**Gambar 4.2.** Pengaruh konsentrasi ekstrakran

*Recovery* menggunakan NaCl dan NH<sub>4</sub>OH pada konsentrasi 0,005 M relatif sama sehingga proses desorpsi yang mungkin terjadi adalah desorpsi terhadap emas(I) sianida yang terikat secara fisika. Pada NaCl 0,005 M pH = 6,5 perubahan pH yang ditimbulkan yang ditimbulkan tidak besar dan tetap berada pada kondisi netral. Pada konsentarsi NH<sub>4</sub>OH 0,005 M (pH = 7,8) jumlah anion OH<sup>-</sup> sangat sedikit sehingga gugus aktif -NH<sub>3</sub><sup>+</sup> pada kitosan yang diubah menjadi -NH<sub>2</sub> juga kecil.

Berdasarkan Gambar 4.2 dengan penggunaan NH<sub>4</sub>OH sebagai ekstrakran diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi NH<sub>4</sub>OH maka jumlah emas yang terdesorpsi juga semakin banyak karena semakin tinggi konsentrasi NH<sub>4</sub>OH maka jumlah OH<sup>-</sup> yang dapat dipertukarkan semakin banyak sehingga jumlah emas(I) sianida yang terdesorpsi juga semakin banyak.. Dalam keadaan ini terjadi perubahan pH yang semakin meningkat menjadi basa yang mana peningkatan pH akan mengoptimalkan proses penukaran ion karena gugus aktif (-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>) berubah menjadi gugus yang tidak bermuatan (-NH<sub>2</sub>) sehingga kompleks emas(I) sianida yang terikat dapat terdesorpsi.

Faktor lain yang mempengaruhi adalah jari-jari ion terhidrasi, jari-jari ion terhidrasi OH<sup>-</sup> sebesar 350 pm dan Cl<sup>-</sup> sebesar 300 pm. Kemampuan menukar anion Cl<sup>-</sup> lebih besar dibandingkan OH<sup>-</sup>, karena semakin besar jari-jari ion terhidrasi maka kemungkinan suatu anion untuk dapat terikat pada gugus aktif fasa padat semakin

kecil. Berdasarkan gambar 4.2 jumlah *recovery* menggunakan anion OH<sup>-</sup> meningkat sedangkan anion Cl<sup>-</sup> menurun, karena anion OH<sup>-</sup> mampu mengubah gugus aktif kitosan- karbon aktif yaitu -NH<sub>3</sub><sup>+</sup> menjadi -NH<sub>2</sub>.

Secara teoritis peningkatan konsentrasi ekstrak pada penukaran ion akan meningkatkan jumlah *recovery* karena jumlah anion OH<sup>-</sup> dan Cl<sup>-</sup> yang mempertukarkan juga semakin banyak sehingga kemampuan untuk menukarkan juga semakin besar. Namun, peningkatan konsentrasi NaCl justru menurunkan jumlah *recovery*. Jari- jari ion Cl<sup>-</sup> sebesar 190 pm sedangkan emas(I) sebesar 151 pm . Adanya anion Cl<sup>-</sup> yang terikat pada fasa padat kitosan- karbon aktif memungkinkan terjadinya pergantian anion Cl<sup>-</sup> oleh anion Cl<sup>-</sup> yang lain karena jari-jari ion Cl<sup>-</sup> lebih besar dibandingkan dengan emas sehingga kemungkinan terjadinya tumbukan antar molekul Cl<sup>-</sup> juga lebih besar. Emas(I) sianida yang terikat secara kimia atau dengan membentuk ikatan ion pada fasa padat kitosan- karbon aktif dimungkinkan tidak terdesorpsi oleh NaCl karena tidak terjadi perubahan pH sehingga proses yang terjadi adalah desorpsi secara fisika.



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

*Recovery* emas(I) sianida dipengaruhi oleh jenis anion yang mempertukarkan. Peningkatan konsentrasi NaCl menurunkan *recovery* namun peningkatan konsentrasi NH<sub>4</sub>OH meningkatkan *recovery*. *Recovery* terbesar diperoleh ketika digunakan NH<sub>4</sub>OH 0,05 M yaitu 4,56 %. Proses adsorpsi yang mungkin terjadi adalah adsorpsi fisika dan membentuk ikatan ion. Mekanisme desorpsi ketika kompleks teradsorpsi secara fisik terjadi didasarkan pada perbedaan ukuran molekul penukar sedangkan yang membentuk ikatan ion didasarkan pada perubahan pH dan jari-jari ion terhidrasi.

#### 5.2 Saran

Untuk meningkatkan *recovery* emas(I) menggunakan kitosan-karbon aktif perlu dilakukan penelitian lebih lanjut menggunakan ekstrak lain yang mempunyai kemampuan lebih besar dalam mengubah gugus aktif (-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>) menjadi gugus tidak bermuatan (-NH<sub>2</sub>) yaitu basa kuat namun perlu dilakukan pengaturan konsentrasi.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous 1999, Chitosan Beads, <http://members.tripod.com/%7EDalwoo/index.htm>, diakses tanggal 20 Juli 2007
- Beney, P.J., Breuer, G.M. dan Jacob, G.H., 2004, Review, valuation , and Application of Solid Phase Extraction Methods, University Hygienic Laboratory, Universitas Iowa
- Cooney, M.J., 2007, Macroporous chitosan scaffolds as a material for fabrication of enzyme catalyzed flow through electrodes, Hawaii Natural Energy Institute University of Hawaii at Manoa
- Considine, D.M., dan Considine, G.D., 1989, **Encyclopedia of Chemistry**, 4<sup>th</sup> ed., Van Nostrand Reinhold Company, New York.
- Dionex, 2004, Determination of Metal Cyanide Complexes by Ion Chromatography with On-Line Sample Preconcentration and UV Absorbance Detection, <http://www.dionex.com>, diakses tanggal 07 Agustus 2007
- Doftner, K., 1994, **Ion Exchanger**, Walter de Gruyter Berlin, New York
- Giroux, L., dan D.J. Barkley, 1993, Separation of Metal-Cyanide Complexes by Reversed-phase Ion-interaction High-performance Liquid Chromatography, *Can. J. Chem.*, 7, 269-272
- Goncalves, V.L., M.C.M. Laranjeira, and V.T. Favera, 2006, Effect of Crosslinking Agents on Chitosan Microspheres in Controlled Release of Diclofenac Sodium, Departamento de Quimica, UFSC
- Gu, Z. Y., Xue, P. H., and Li, W. J., 2001, Preparation of the Porous Chitosan Membrane by Cryogenic Induced Phase

- Separation, Department of Macromolecular Science. Fudan University, China
- Guibal, E., Milot, C., Tobin. J.M., 1998, Metal-Anion Sorption by Chitosan Beads : Equilibrium and Kinetic Studies, *Indust.Eng. Chem. Resrch.*, 37(4),1454-1463
- Hariadi, A, 2007, **Pengaruh Konsentrasi Ion Tiosianat Terhadap Pemekatan Emas(I) Sianida Secara Ekstraksi Fase Padat Menggunakan Karbon Aktif Sebagai Asorben**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- Koyama, Y., Taniguchi A., 1986, Studies on Chitin X. Homogenous Crosslinking of Chitosan for Enhanced Ion Adsorption, *J. App. Polym. Sci.*, 31,1951-1954
- Murniawati, L, 2006, **Pengaruh pH Desorpsi dan Konsentrasi Tiosianat Terhadap Recovery Ekstraksi Emas(I) Sianida Menggunakan Karbon Aktif Sebagai Adsorben**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang.
- Oscik, J.B.B., dan Cooper,I.L., 1982, **Adsorption**, Ellis Horwood Limited, England
- Otmakhova, Z.I., Chashchina, O.V., Kashkan, G.V., 1976, *Zavodsk Lab*, 42,146
- Roberts, G.A.F., 1992, Chitin Chemistry, McMillan, London  
<http://chemistry.lamar.edu/~dorriskl/RemovalofHeavyMetals.pdf>
- Ruiz, M., 2002, Development of Techniques Based on Natural Polymers for The *Recovery* of Precious Metal, *Adv.Chitin. Sci.*, 6
- Sphigun, O and Y. A. Zolotov, 1988, **Ion Chromatography In Water Analysis**, Jonh Willey and Sons, New York

Sorensen, S., Sorensen, H., Bjerregard, C. and Michaelsen, S., 1999, **Chromatography and Capillary Electrophoresis in Food Analysis**, MPG Books Ltd, England

Suharta, 2000, Mekanisme dan Selektivitas Pada pemisahan Emas Dengan Metode Agregasi Hidrofobik, <http://digilib.itb.ac.id/go.php?>, tanggal akses: 23 Juni 2006

Townshend, A., 1993, **Encyclopedia of Analytical Science**, vol 4, Academic Press. Limited, London

Weber, Jr. W. J. 1972. **Physical Chemical Processes for Water Quality Control**, John Wiley Interscience. New York



## LAMPIRAN

### LAMPIRAN 1. Preparasi Larutan

#### 1.1 Pembuatan Larutan KCN 0,1 M

Diambil 1,628 gram padatan KCN, kemudian dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades secukupnya. Kemudian ditandabatkan secara kuantitatif dalam labu takar 250 mL.

#### 1.2 Pembuatan Larutan Au<sup>+</sup> 1000 ppm

Diambil 0,5 gram padatan serbuk emas dan dilarutkan dalam 100 mL KCN 0,1 M pada gelas kimia 250 mL. Pelarutan sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet. Setelah semua padatan larut kemudian ditandabatkan dengan akuades pada labu takar 500 mL.

#### 1.3 Pembuatan Larutan Au<sup>+</sup> 25 ppm

Diambil sebanyak 6,25 mL larutan Au<sup>+</sup> 1000 ppm dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu takar 250 mL menggunakan pelarut akuades untuk membuat larutan Au<sup>+</sup> 25 ppm.

#### 1.4 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Diambil 1 gram padatan NaOH dan dilarutkan dalam gelas kimia 250 mL dengan akuades cukupnya. Kemudian ditandabatkan dengan akuades secara kuantitatif dalam labu takar 250 mL.

#### 1.5 Pembuatan Larutan NH<sub>4</sub>OH 1 M

Diambil sebanyak 15,4 mL larutan NH<sub>4</sub>OH 25% dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu takar 100 mL menggunakan pelarut akuades untuk membuat larutan NH<sub>4</sub>OH 1 M.

#### 1.6 Pembuatan Larutan NH<sub>4</sub>OH 0,01 M

Diambil sebanyak 2,5 mL NH<sub>4</sub>OH 1 M dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu takar 250 mL menggunakan pelarut akuades untuk membuat larutan NH<sub>4</sub>OH 0,01 M

#### 1.7 Pembuatan Larutan Glutaraldehid 0,5 %

Diambil sebanyak 2 mL glutaraldehid 25 % dan dilarutkan secara kuantitatif dalam labu takar 100 mL menggunakan pelarut akuades untuk membuat larutan glutaraldehid 0,5 %.

## LAMPIRAN 2. Perhitungan Preparasi Larutan

### 2.1 Pembuatan larutan KCN 0,1 M

Untuk membuat larutan KCN 0,1 M dalam 250 mL maka massa KCN yang harus ditimbang adalah:

$$\begin{aligned}\text{mol KCN} &= 0,1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 0,025 \text{ mol} \\ \text{massa KCN} &= 0,025 \text{ mol} \times 65,12 \text{ g/mol} \\ &= 1,628 \text{ g}\end{aligned}$$

### 2.2 Pembuatan larutan Au<sup>+</sup> 1000 ppm

Untuk membuat larutan Ag 1000 ppm dalam 500 mL, maka massa perak yang harus ditimbang adalah:

$$\begin{aligned}\text{massa perak} &= 1000 \text{ mg/L} \times 0,5 \text{ L} \\ &= 500 \text{ mg} \\ &= 0,5 \text{ g}\end{aligned}$$

### 2.3 Pembuatan larutan Au<sup>+</sup> 20 ppm

Untuk membuat larutan Ag 20 ppm dalam 250 mL maka volume Ag 1000 ppm yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{Volume Ag} &= (20 \text{ mg/L} \times 0,25 \text{ L})/1000 \text{ mg/L} \\ &= 0,005 \text{ L} \\ &= 5 \text{ mL}\end{aligned}$$

### 2.4 Pembuatan larutan NH<sub>4</sub>OH 1 M

Untuk membuat larutan NH<sub>4</sub>OH 1 M dalam 250 mL maka volume NH<sub>4</sub>OH 25 % (6,5 M) yang harus diambil adalah :

$$\begin{aligned}\text{Volume NH}_4\text{OH} &= (1 \text{ mmol/mL} \times 100 \text{ mL})/6,5 \text{ mmol/mL} \\ &= 15,4 \text{ mL}\end{aligned}$$

### 2.5 Pembuatan larutan NH<sub>4</sub>OH 0,05 M

Untuk membuat larutan NH<sub>4</sub>OH 0,05 M dalam 250 mL, volume NH<sub>4</sub>OH 1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume NH}_4\text{OH} &= (0,05 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 12,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

### 2.6 Pembuatan larutan NH<sub>4</sub>OH 0,1M

Untuk membuat larutan NH<sub>4</sub>OH 0,1 M dalam 250 mL, volume NH<sub>4</sub>OH 1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume NH}_4\text{OH} &= (0,1 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 25 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 2.7 Pembuatan larutan $\text{NH}_4\text{OH}$ 0,1M

Untuk membuat larutan  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5 M dalam 250 mL, volume  $\text{NH}_4\text{OH}$  1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume } \text{NH}_4\text{OH} &= (0,5 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 125 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 2.8 Pembuatan larutan $\text{NaCl}$ 1M

Untuk membuat larutan  $\text{NaCl}$  1M dalam 250 mL maka massa  $\text{NaCl}$  yang harus ditimbang adalah :

$$\begin{aligned}\text{mol } \text{NaCl} &= 1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 0,25 \text{ mol} \\ \text{massa } \text{NaCl} &= 0,25 \text{ mol} \times 58,5 \text{ g/mol} \\ &= 14,625 \text{ g}\end{aligned}$$

## 2.9 Pembuatan larutan $\text{NaCl}$ 0,05 M

Untuk membuat larutan  $\text{NaCl}$  0,05 M dalam 250 mL, volume  $\text{NaCl}$  1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume } \text{NaCl} &= (0,05 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 12,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 2.10 Pembuatan larutan $\text{NaCl}$ 0,1 M

Untuk membuat larutan  $\text{NaCl}$  0,1 M dalam 250 mL, volume  $\text{NaCl}$  1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume } \text{NaCl} &= (0,1 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 25 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 2.11 Pembuatan larutan $\text{NaCl}$ 0,5 M

Untuk membuat larutan  $\text{NaCl}$  0,5 M dalam 250 mL, volume  $\text{NaCl}$  1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume } \text{NaCl} &= (0,5 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 125 \text{ mL}\end{aligned}$$

## 2.12 Pembuatan larutan $\text{NaOH}$ 1 M

Untuk membuat larutan  $\text{NaOH}$  0,1M dalam 250 mL, maka massa  $\text{NaOH}$  yang harus ditimbang adalah:

$$\begin{aligned}\text{mol } \text{NaOH} &= 1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 0,25 \text{ mol} \\ \text{massa } \text{NaOH} &= 0,25 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 10 \text{ g}\end{aligned}$$

### 2.13 Pembuatan larutan glutaraldehid 0,5%

Untuk membuat larutan glutaraldehid 0,5% dalam 100 mL, volume glutaraldehid 25% yang harus diambil :

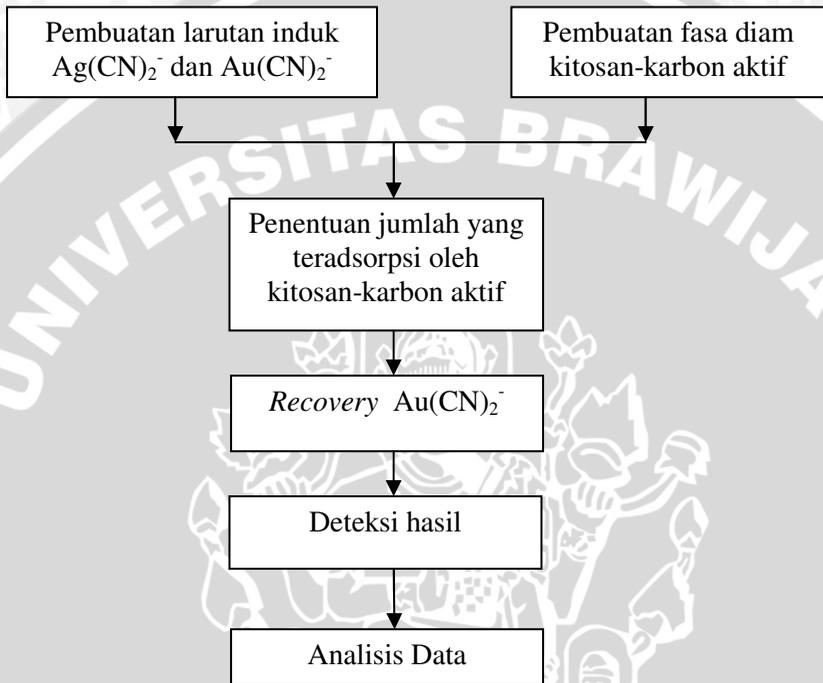
$$\text{Volume} = \frac{0,5\% \times 100 \text{ mL}}{25\%} = 1,925 \text{ mL}$$

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

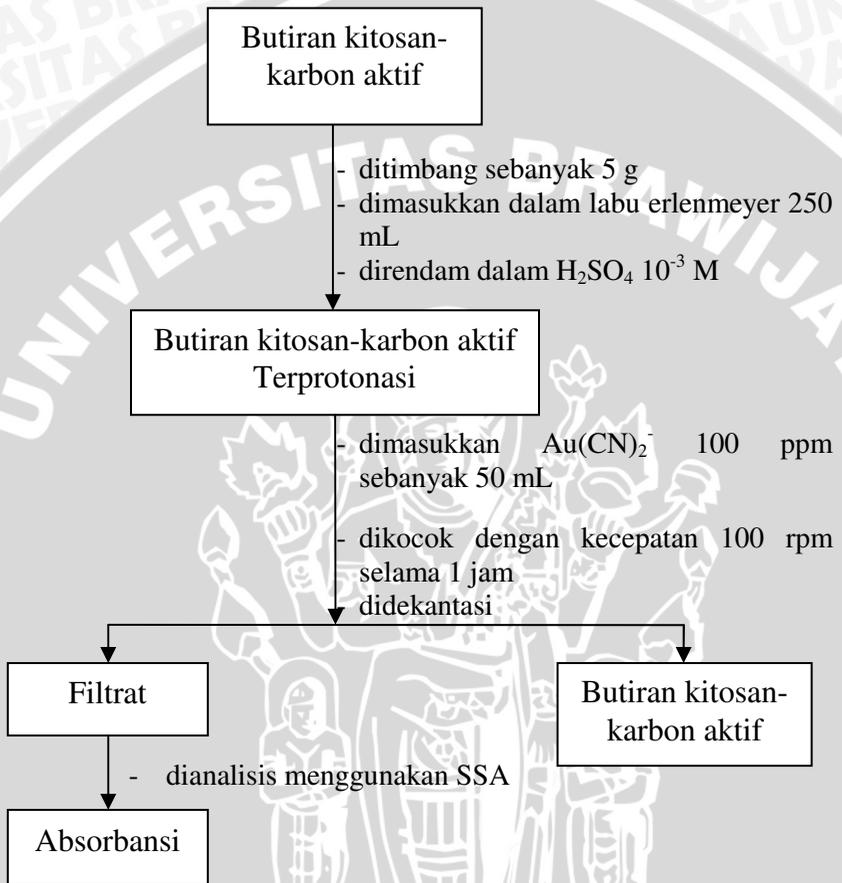


### LAMPIRAN 3. Diagram Alir Penelitian

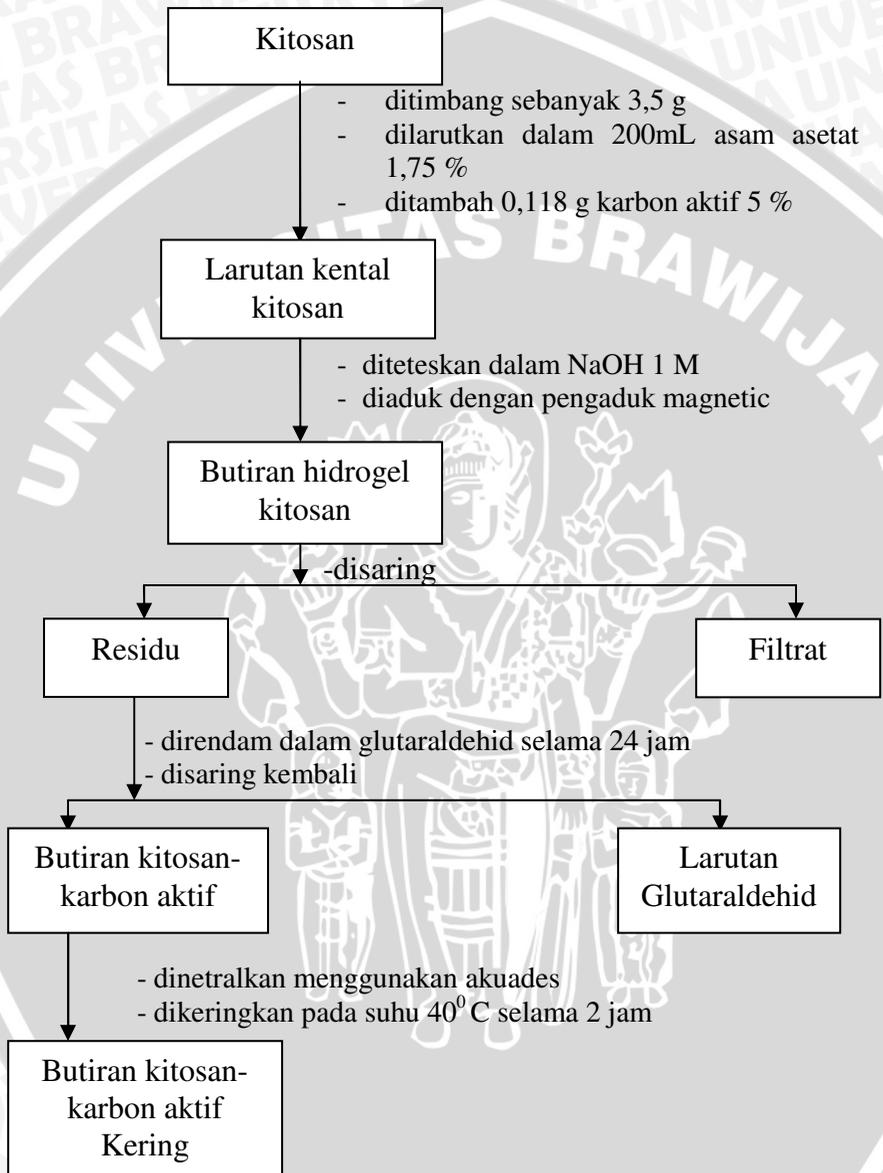
Secara umum diagram alir penelitian dapat digambarkan sebagai berikut :



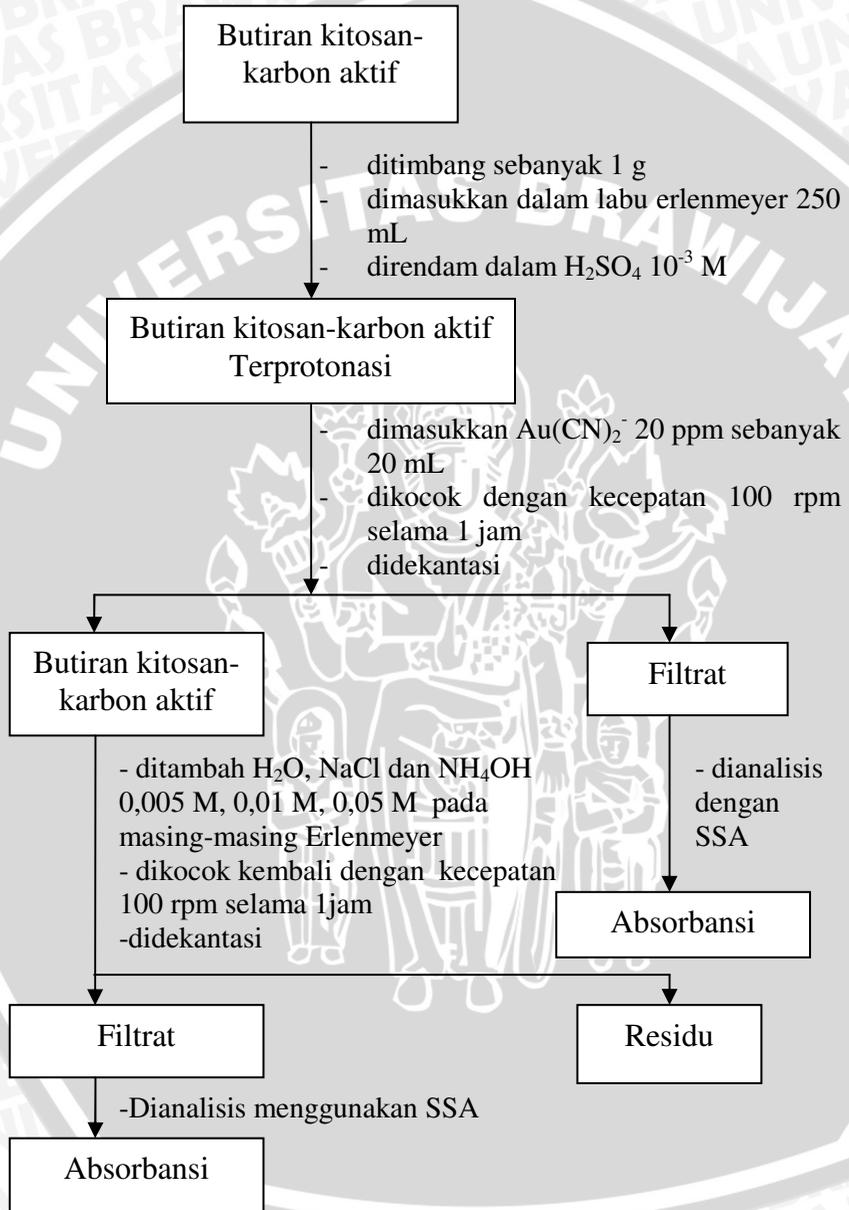
### 3.1 Penentuan jumlah yang teradsorpsi oleh fasa padat kitosan-karbon aktif



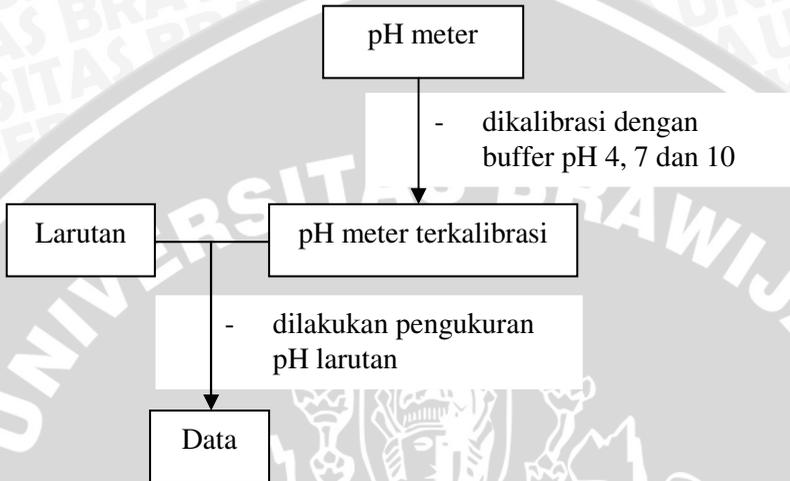
### 3.2 Pembuatan fasa padat kitosan



### 3.3 Recovery $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ menggunakan $\text{NaCl}$ dan $\text{NH}_4\text{OH}$ sebagai ekstraktan



### 3.3 Pengukuran pH larutan



## LAMPIRAN.4 Data Absorbansi dan Penentuan Kapasitas Fasa Diam Kitosan

### 4.1 Data absorbansi

Data	Absorbansi
Awal	1,4966
Yang tidak teradsorpsi	0,0404

### 4.2 Penentuan kapasitas fasa diam kitosan-karbon aktif

Konsentrasi Au yang teradsorpsi

$$= \frac{\text{Abs awal} - \text{Abs sisa}}{\text{Abs awal}} \times 100\% \times C \text{ standart}$$

$$= \frac{1,4966 - 0,0404}{1,4966} \times 100\% \times 100 \text{ ppm}$$

$$= 97,3 \text{ ppm}$$

Massa Au = C Au yang teradsorpsi x 50 mL

$$= 97,3 \frac{\text{mg}}{1000 \text{ mL}} \times 50 \text{ mL}$$

$$= 4,865 \text{ mg}$$

Mol Au teretensi =  $\frac{\text{massa Au teradsorpsi}}{\text{Ar Au}}$

$$= \frac{4,865 \text{ mg}}{147 \text{ mg/mmole}}$$

$$= 0,033 \text{ mmol}$$

*Mol Au teradsorpsi*

$$\text{Jumlah teradsorpsi} = \frac{\text{Massa fasa}}{\text{diam}}$$

$$= \frac{0,033 \text{ mmol}}{5 \text{ gram}}$$

$$= 6,6 \times 10^{-3} \text{ mmol/g}$$



## LAMPIRAN. 5 Data Hasil Penelitian dan Perhitungan *Recovery*

### 5.1 Data Absorbansi Hasil Percobaan

#### 5.1.1 Data Absorbansi $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ Menggunakan NaCl Sebagai Ekstraktan

Tabel. 5.1.1

Konsentrasi M	Absorbansi	ppm	massa (mg)
0,005	0,0241	0,782	0,015
0,01	0,0209	0,69	0,013
0,05	0,0174	0,513	0,010

$$\text{Recovery} = \frac{\text{massa emas terdesorpsi}}{\text{massa perak awal}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} \text{Recovery pada konsentrasi } 0,005\text{M} &= \frac{0,015 \text{ mg}}{0,4 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 3,91 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Recovery pada konsentrasi } 0,01\text{M} &= \frac{0,013 \text{ mg}}{0,4 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 3,45 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Recovery pada konsentrasi } 0,05\text{M} &= \frac{0,0102 \text{ mg}}{0,4 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 2,5 \% \end{aligned}$$

#### 5.1.2 Data Absorbansi $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ Menggunakan $\text{NH}_4\text{OH}$ Sebagai Ekstraktan

Tabel 5.1.2

konsentrasi	Absorbansi	ppm	massa (mg)
0,005	0,0206	0,608	0,012
0,01	0,0238	0,702	0,014
0,05	0,0309	0,912	0,018

$$\begin{aligned} \text{Recovery pada konsentrasi } 0,005\text{M} &= \frac{0,012 \text{ mg}}{0,4 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 3,00 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Recovery pada konsentrasi } 0,01\text{M} &= \frac{0,014 \text{ mg}}{0,4 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 3,5 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Recovery pada konsentrasi } 0,05\text{M} &= \frac{0,018 \text{ mg}}{0,4 \text{ mg}} \times 100 \% \\ &= 4,56 \% \end{aligned}$$

