

**PENGARUH pH ELUSI TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I)
SIANIDA DARI BIJIH EMAS SECARA KROMATOGRAFI
PASANGAN ION MENGGUNAKAN KARBON AKTIF
SEBAGAI FASA DIAM**

SKRIPSI

oleh :
ALFIAN IRVIANSYAH
0310920002-92



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

**PENGARUH pH ELUSI TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I)
SIANIDA DARI BIJIH EMAS SECARA KROMATOGRAFI
PASANGAN ION MENGGUNAKAN KARBON AKTIF
SEBAGAI FASA DIAM**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

oleh :
ALFIAN IRVIANSYAH
0310920002-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH pH ELUSI TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA DARI BIJIH EMAS SECARA KROMATOGRAFI PASANGAN ION MENGGUNAKAN KARBON AKTIF SEBAGAI FASA DIAM

oleh :

ALFIAN IRVIANSYAH

0310920002-92

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

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. Ani Mulyasuryani, MS

NIP 131 960 438

Ulfa Andayani, S.Si, M.Si

NIP 132 125 720

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

M. Farid Rahman, S.Si., M.Si

NIP. 132 158 726

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : ALFIAN IRVIANSYAH

NIM : 0310920002-92

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

“Pengaruh pH Elusi Terhadap *Recovery* Emas(I) Sianida dari Bijih Emas secara Kromatografi Pasangan Ion Menggunakan Karbon Aktif sebagai Fasa Diam”

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi 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 skripsi ini.
 2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi 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, Februari 2008
Yang menyatakan,

(ALFIAN IRVIANSYAH)
NIM. 0310920002-92

**PENGARUH pH ELUSI TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I)
SIANIDA DARI BIJIH EMAS SECARA KROMATOGRAFI
PASANGAN ION MENGGUNAKAN KARBON AKTIF
SEBAGAI FASA DIAM**

ABSTRAK

Kromatografi pasangan ion merupakan metode yang dapat digunakan pada pemisahan kompleks ionik. Pelarutan bijih emas dengan larutan sianida menghasilkan kompleks Au(I), Ag(I) dan Cu(I) sianida. Oleh karena itu, metode kromatografi pasangan ion dapat digunakan dalam *recovery* emas(I) dari bijih emas. Pada penelitian ini dipelajari pengaruh pH elusi terhadap *recovery* emas(I). Tahapan dalam kromatografi pasangan ion adalah pereaksian dengan CTAB, adsorpsi dan desorpsi. Untuk membentuk kompleks pasangan ion digunakan pereaksi CTAB pada pH 4. Selanjutnya kompleks pasangan ion diadsorpsi dengan mengalirkan ke dalam kolom berisi karbon aktif. Proses desorpsi dilakukan pada pH 5, 6, 7, 8 dan 9 menggunakan larutan SCN⁻. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pH elusi berpengaruh terhadap *recovery* emas(I) dari bijih emas. Pada penelitian ini diperoleh pH elusi optimum yaitu pH 5. Pada pH tersebut, diperoleh *recovery* emas(I) sebesar 44,8 % dari sampel bijih emas dalam 20 mL elusi.

THE INFLUENCE OF ELUTION pH TO THE GOLD(I) CYANIDE RECOVERY FROM GOLD ORE BY ION-PAIR CHROMATOGRAPHY USING ACTIVATED CARBON AS STATIONARY PHASE

ABSTRACT

Ion-pair chromatography is an ion complex separation method. Gold ore cyanide leaching process is resulting Au(I), Ag(I) Cu(I) cyanide ion complexes. Therefore, ion-pair chromatography can be used to recover gold(I) from gold ore. This research studied about elution pH as one of affecting factors in gold(I) recovery. Three steps in the ion-pair chromatography were ion-reaction with CTAB, adsorption and desorption. Ion-pair complexes were formed at pH 4 using CTAB as an ion-pair reagent. The ion-pair complexes were adsorbed by active carbon in column. Desorption process was carried out by using SCN^- solution at pH 5, 6, 7, 8 and 9. Result showed that the gold(I) recovery from gold ore is affected by elution pH. In this research, gold(I) could be recovered from gold ore sample and obtained optimum pH at 5. At this condition, 44.8% gold(I) recovery was obtained from gold ore sampel in elution volume at 20 mL.

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT atas rahmat, karunia dan hidayah-Nya sehingga tugas akhir yang berjudul **Pengaruh pH Elusi Terhadap Recovery Emas(I) Sianida Dari Bijih Emas Secara Kromatografi Pasangan Ion Menggunakan Karbon Aktif sebagai Fasa Diam** dapat terselesaikan. Penulisan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat kelulusan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang Kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dr. Ani Mulyasuryani, MS. selaku Dosen Pembimbing I atas bimbingan, pengarahan, nasehat, perhatian, kesabaran dan ilmu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Ulfa Andayani, S.Si, M.Si. selaku Dosen Pembimbing II, atas ilmu, kesabaran dan bimbingan yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Dr. Soebiantoro Apt, MSc. selaku Dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan pengarahan kepada penulis selama menempuh studi di jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
4. Drs. Warsito, MS.; Drs. Sutrisno, MSi.; Siti Mutrofin, S.Si., M.Sc dan Dr. Diah Mardiana, MS. selaku Dosen Penguji atas saran yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir.
5. M. Farid Rahman S.Si. M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
6. Seluruh dosen dan karyawan jurusan Kimia Universitas Brawijaya atas ilmu dan bantuan yang telah diberikan.
7. Kedua orang tua dan adik atas doa, bantuan, perhatian, dukungan dan kasih sayangnya.
8. Semua teman-teman di Jurusan Kimia atas semangat, doa dan dukungannya.

Penulis menyadari bahwa tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Dengan kerendahan hati, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca dan semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan.

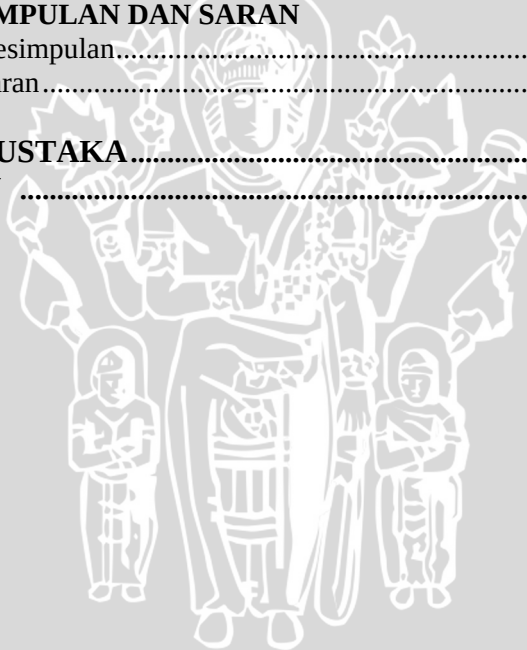
Malang, Februari 2008

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
LEMBAR PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	2
1.3. Batasan Masalah.....	2
1.3. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Kromatografi Pasangan Ion.....	4
2.2. Karbon aktif sebagai fase diam	5
2.3. Mekanisme <i>Recovery</i> Emas(I) Menggunakan Kroma- tografi pasangan Ion.....	6
2.4. Hipotesis	10
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian	11
3.2. Bahan dan Alat Penelitian	11
3.2.1. Bahan penelitian.....	11
3.2.2. Alat penelitian	11
3.3. Tahapan Penelitian	11
3.4. Cara Kerja Penelitian.....	12
3.4.1. Pembuatan larutan emas(I) sianida, perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida dari sampel bijih emas.....	12
3.4.2. Pembuatan buffer.....	12

3.4.3. Pembuatan kurva baku.....	12
3.4.4. Pengaruh pH elusi terhadap <i>recovery</i> emas(I) dari Bijih Emas.....	12
3.4.5. Pengujian pada sampel bijih emas yang lain ...	13
3.5. Analisa Data	14
3.5.1. Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi kurva baku.....	14
3.5.2. Pengaruh pH elusi terhadap <i>recovery</i> emas(I) .	14
3.5.3. Perhitungan <i>recovery</i> emas(I)	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.2. Pengaruh pH elusi.....	15
4.2. Pengujian pada Sampel Bijih Emas yang baru.....	21
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1. Kesimpulan.....	22
5.2. Saran.....	22
DAFTAR PUSTAKA.....	23
LAMPIRAN	25



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1. Mekanisme retensi kromatografi pasangan ion ...	5
Gambar 2.2. Struktur permukaan karbon aktif	6
Gambar 3.1. Proses adsorpsi dan desorpsi.....	8
Gambar 4.1. Kurva hubungan antara <i>recovery</i> emas(I), perak(I) dan tembaga(I) dengan volume eluat pada pH 5	16
Gambar 4.2. Kurva hubungan antara <i>recovery</i> emas(I), perak(I) dan tembaga(I) dengan volume eluat pada pH 6.....	17
Gambar 4.3. Kurva hubungan antara <i>recovery</i> emas(I), perak(I) dan tembaga(I) dengan volume eluat pada pH 7	18
Gambar 4.4. Kurva hubungan antara <i>recovery</i> emas(I), perak(I) dan tembaga(I) dengan volume eluat pada pH 8	19
Gambar 4.5. Kurva hubungan antara <i>recovery</i> emas(I), perak(I) dan tembaga(I) dengan volume eluat pada pH 9	19
Gambar 4.6. <i>recovery</i> Au(I), Ag(I) dan Cu(I) pada berbagai pH.	20
Gambar L.4.1. Kurva hubungan antara konsentrasi emas(I) dengan absorbansi	32
Gambar L.4.2. Kurva hubungan antara konsentrasi perak(I) dengan absorbansi	33
Gambar L.4.3. Kurva hubungan antara konsentrasi tembaga(I) dengan absorbansi	35

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1. Kadar Au(I), Ag(I) dan Cu(I) pada bijih emas	15
Tabel 4.2. <i>Recovery</i> rata-rata dalam 20 mL eluat desorpsi.....	21
Tabel L.4.1. Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku emas(I) Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku emas(I) ..	31
Tabel L.4.2. Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku perak(I)	32
Tabel L.4.3. Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku tembaga(I)	34
Tabel L.5.1.1 Data absorbansi dan massa sampel sebelum adsorpsi	36
Tabel L.5.1.2 Data Desorpsi pada Tiap pH	36
Tabel L.5.1.3. Data Jumlah Logam teradsorpsi	36
Tabel L.5.1.4. Data <i>recovery</i> pada pH 5	36
Tabel L.5.1.5 Data <i>recovery</i> pada pH 6	37
Tabel L.5.1.6 Data <i>recovery</i> pada pH 7	37
Tabel L.5.1.7 Data <i>recovery</i> pada pH 8	37
Tabel L.5.1.8 Data <i>recovery</i> pada pH 9	38
Tabel L.5.2.1 Data absorbansi dan massa logam dalam sampel baru sebelum adsorpsi	38
Tabel L.5.2.2 Data <i>Recovery</i> Pada pH 4 Ulangan Pertama	38
Tabel L.5.2.3 Data <i>Recovery</i> Pada pH 4 Ulangan kedua	38

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Pembuatan Larutan.....	25
Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan.....	27
Lampiran 3. Diagram alir penelitian	30
Lampiran 4. Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi kurva baku emas(I), perak(I) dan tembaga(I)	31
Lampiran 5. Data hasil penelitian	36
Lampiran 6. Contoh Perhitungan.....	39
Lampiran 6. Cara kerja kolom	40



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Emas terdapat sebagai mineral maupun sebagai logam ikutan dalam bijih tembaga ataupun timah. Mineral emas terdistribusi secara luas di alam, umumnya terdapat dalam jumlah sedikit. Pada kulit bumi kadar emas sekitar 0,004 g/ton dan dalam air laut sekitar 0,005 g/ton (Townshend, 1995). Recovery emas dari bijihnya sangat diperlukan untuk mendapatkan emas dengan kadar yang tinggi, karena kadar emas yang terdapat dalam bijih emas sangat kecil yaitu kurang dari 10g/ton (10 ppm) (Anonimous, 2005). Salah satu metode pelarutan bijih emas adalah secara sianidasi dengan menggunakan larutan alkali sianida menghasilkan ion kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ (Samosir, 2000 dan Lee, 1991). Dalam pelarutan bijih emas, selain kompleks sianida dari emas(I) juga dihasilkan ion kompleks sianida dari perak(I) dan tembaga(I). Oleh karena itu diperlukan suatu metode pemisahan emas dari campurannya, untuk mendapatkan emas dari bijihnya dengan persen recovery yang maksimum.

Metode pemisahan emas yang telah dikembangkan adalah metode ekstraksi fasa padat sistem alir menggunakan karbon aktif sebagai adsorben. Ion kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ direaksikan dengan CTAB membentuk kompleks pasangan ion netral yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif, kemudian dielusi dengan larutan tiosianat dan diperoleh *recovery* < 10 % (Elya, 2006).

Metode lain yang dikembangkan untuk meningkatkan *recovery* emas(I) adalah metode kromatografi pasangan ion (Auliya, 2007). Pada penelitian tersebut dipelajari pengaruh panjang kolom terhadap *recovery* emas(I). Diperoleh panjang kolom optimum 5 cm dengan *recovery* 56,13 %. Hasil penelitian menunjukkan bahwa jumlah emas yang diadsorpsi, selain dipengaruhi oleh daya adsorpsi karbon aktif juga dipengaruhi oleh pH adsorpsi. Oleh karena itu, dengan metode yang sama dipelajari pengaruh pH adsorpsi terhadap *recovery* emas(I) dari bijih emas oleh Khery (2007). Pada penelitian tersebut diketahui bahwa peningkatan pH adsorpsi mengakibatkan penurunan *recovery* emas(I). Kondisi optimum diperoleh pada pH 4 dengan adsorpsi emas(I) 80,03% dan *recovery* emas(I) sebesar 43,96%.

Berdasarkan hasil penelitian Khery (2007) dapat diketahui bahwa selain pH adsorpsi, *recovery* emas(I) juga dipengaruhi oleh pH elusi. Pada pH adsorpsi 4, kompleks yang berikatan dengan CTAB berada dalam bentuk $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$, $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ dan $[\text{Cu}(\text{CN})_2]^-$. Kompleks-kompleks sianida tersebut mempunyai kestabilan yang berbeda. Semakin besar pH elusi maka konsentrasi $[\text{H}^+]$ berkurang dan pengaruhnya dalam mengganggu kestabilan kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ semakin kecil. Semakin kecil pengaruh $[\text{H}^+]$ terhadap kestabilan kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ maka kemungkinan kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ yang terurai semakin berkurang dan ikatan $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ dengan CTAB semakin kuat. Semakin kuat ikatan antara $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ dengan CTAB maka akan semakin sukar $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ untuk digantikan oleh SCN^- . Hal tersebut berpengaruh terhadap jumlah emas(I) yang terdesorpsi dan nilai *recovery* emas(I). oleh karena itu, pada penelitian ini dipelajari pengaruh pH elusi terhadap *recovery* emas(I) secara kromatografi pasangan ion.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah tersebut maka dirumuskan suatu permasalahan bagaimana pengaruh pH elusi terhadap *recovery* emas(I) sianida dari bijih emas dengan menggunakan metode kromatografi pasangan ion?

1.3. Batasan Masalah

- a. Sampel yang digunakan adalah bijih emas yang mengandung emas(I), perak(I) dan tembaga(I) yang dilarutkan dengan KCN.
- b. Karbon aktif yang digunakan adalah karbon aktif granula 20-30 mesh.
- c. Diameter kolom 3 cm dengan panjang kolom 5 cm.
- d. Kondisi adsorpsi adalah:
 1. larutan CTAB 2,5 mM
 2. pH eluen saat adsorpsi = 4
 3. volume analit 100 mL.
- e. Kondisi desorpsi adalah:
 1. pH eluen saat desorpsi = 5, 6, 7, 8 dan 9
 2. larutan SCN^- 1 M
 3. volume eluat 50 mL.

1.4. Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh pH elusi terhadap *recovery* emas(I) sianida dari campuran perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida.

1.5. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat diketahui pH elusi optimum pada pemisahan emas secara kromatografi pasangan ion menggunakan karbon aktif sebagai fasa diam, sehingga dapat diterapkan dalam pemisahan emas dari bijihnya.



BAB II

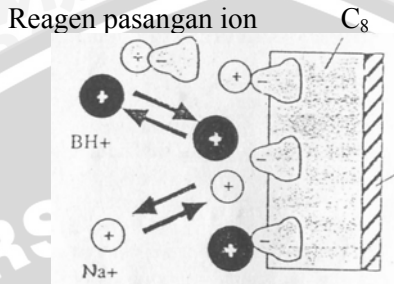
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Kromatografi Pasangan Ion

Kromatografi adalah sistem pemisahan dinamis suatu campuran yang melibatkan dua komponen pendukung yaitu fasa diam dan fasa gerak. Fasa gerak berupa fluida yang membawa komponen-komponen sampel melalui suatu kolom kromatografi. Selama proses pemisahan dalam kolom, komponen sampel yang dibawa oleh fasa gerak berinteraksi dengan fasa diam. Interaksi diantara kedua fasa dengan komponen-komponen sampel tergantung pada sifat fisik dan afinitas fasa diam. Perbedaan interaksi tersebut menyebabkan terjadi partisi masing-masing komponen yang terdistribusi diantara fasa diam dan fasa gerak. Berdasarkan mekanismenya, kromatografi semacam itu merupakan kromatografi kolom adsorpsi (Christian, 1994).

Kromatografi adsorpsi dikenal kromatografi pasangan ion (*ion pair chromatography/IPC*) sebagai salah satu metode yang dapat digunakan untuk pemisahan senyawa dengan komponen ion dan nonion. Kromatografi pasangan ion banyak dilakukan pada kondisi kromatografi fasa balik (fasa diam mempunyai kepolaran lebih rendah daripada fasa gerak). Mekanisme pemisahan dalam kromatografi pasangan ion melibatkan pembentukan kompleks pasangan ion dan pertukaran ion (Hadjar, 1985). Ion-ion anorganik dapat berasosiasi dengan ion-ion yang bermuatan berlawanan dengan membentuk suatu spesi netral yang dapat terekstraksi kedalam suatu fasa organik atau teradsorpsi ke dalam adsorben netral. Pada kromatografi pasangan ion, pembentukan pasangan ion dapat mengurangi polaritas suatu senyawa ionik dan dapat diatur sehingga polaritasnya sesuai untuk suatu proses adsorpsi dengan adsorben netral. Pembentukan pasangan ion dapat dilakukan dengan menambah sejumlah asam, basa atau menggunakan ion *cetyl trimethylammonium* atau *tetrabutylammonium* dari suatu garam kuarterner yang pembentukan pasangan ionnya lebih lemah (Knox, 1978). Komponen yang tertinggal pada fasa diam dapat dilepas kembali melalui penggantian dengan adsorbat lain atau dengan penambahan suatu komponen senyawa yang dapat mengubah muatan adsorbat sehingga tidak dapat terikat lagi pada fasa diam. Adapun

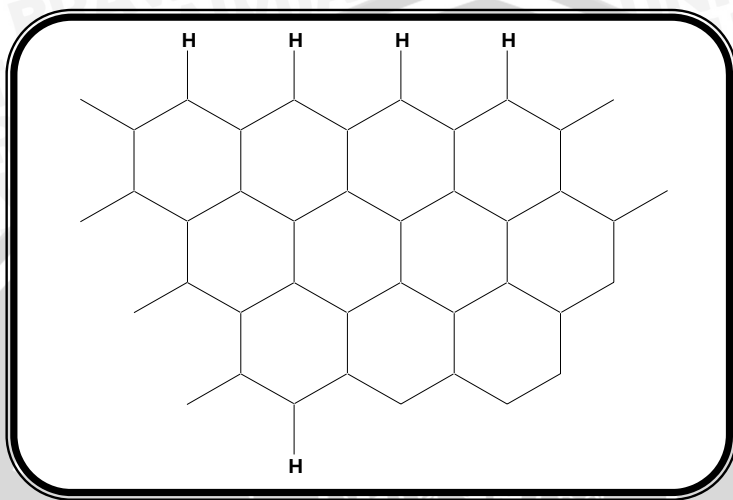
proses retensi dalam IPC (Ion-pair Chromatography) ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1. Mekanisme retensi kromatografi pasangan ion

2.2. Karbon Aktif sebagai Fasa Diam

Karbon aktif merupakan senyawa karbon amorf, dihasilkan dari bahan-bahan yang mengandung karbon dan diperlakukan dengan cara khusus untuk mendapatkan permukaan lebih luas. Luas permukaan karbon aktif berkisar antara 300-3500 m^2 /gram. Luas permukaan karbon aktif ini berhubungan dengan struktur pori internal yang menyebabkan karbon aktif mempunyai sifat sebagai adsorben. Karbon aktif dapat mengadsorpsi gas dan senyawa-senyawa kimia tertentu. Adsorpsi karbon aktif bersifat selektif, tergantung pada besar atau volume pori-pori dan luas permukaan. Daya serap karbon aktif sangat besar, yaitu 25-1000% terhadap berat arang aktif (Sembiring dan Sinaga, 2003). Sifat kimia yang paling banyak berperan dalam aplikasi karbon aktif meliputi sifat asam, basa atau amfoter. Munculnya sifat-sifat ini disebabkan karena adanya gugus fungsional yang mengandung oksigen pada permukaan karbon dan dalam hal ini dapat digunakan untuk memperkirakan sifat hidrofilik suatu permukaan karbon. Ketidaksesuaian yang sering terjadi dari perkiraan luas permukaan, ukuran pori dan kapasitas adsorpsi dapat dijelaskan dengan memperhitungkan keberadaan gugus-gugus tersebut (Kirk dan Othmer, 1979). Struktur dari karbon aktif adalah (Economy, 2003):



Gambar 2.2. Struktur Permukaan Karbon Aktif

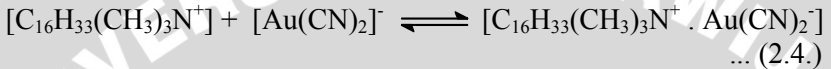
Karbon aktif sebagai adsorben banyak dimanfaatkan dalam pemisahan secara kromatografi. Umumnya karbon yang digunakan adalah berukuran sekitar 2 sampai 300 μm , tetapi yang paling umum adalah berukuran 2 sampai 5 μm . Proses pemisahan yang terjadi yaitu adsorbat yang terdiri dari beberapa komponen dialirkan melalui kolom dan diberi tekanan. Pemisahan terjadi karena adanya perbedaan kepolaran dari masing-masing komponen dan hambatan oleh karbon aktif (Glaude dan Kyrilidis, 2004).

2..3. Recovery Emas(I) Menggunakan Kromatografi Pasangan Ion

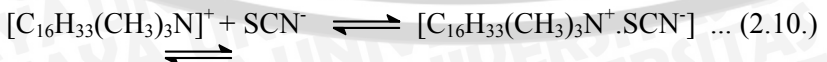
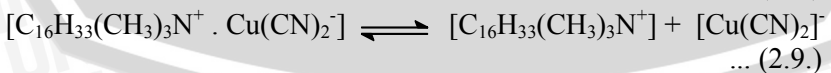
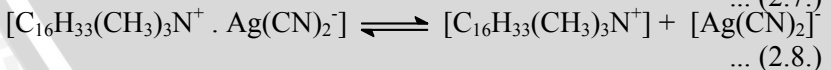
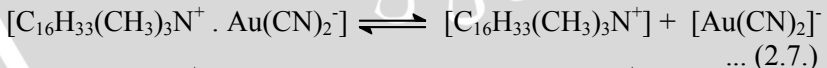
Untuk melarutkan bijih emas yang mengandung emas, perak dan tembaga digunakan larutan sianida (proses sianidasi/pelindihan) yang menghasilkan kompleks sianida dengan tetapan kestabilan yang tinggi. Berdasarkan Ringbom (1963), tetapan kestabilan kompleks sianida yang terbentuk pada pH 4 adalah:



Kompleks pasangan ion dapat terbentuk jika ditambahkan anion basa kuat misalnya CTAB ($\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+.\text{Br}^-$) ke dalam larutan yang mengandung kompleks-kompleks sianida tersebut. Reaksi yang terjadi adalah (Rohm dan Hass, 2004):



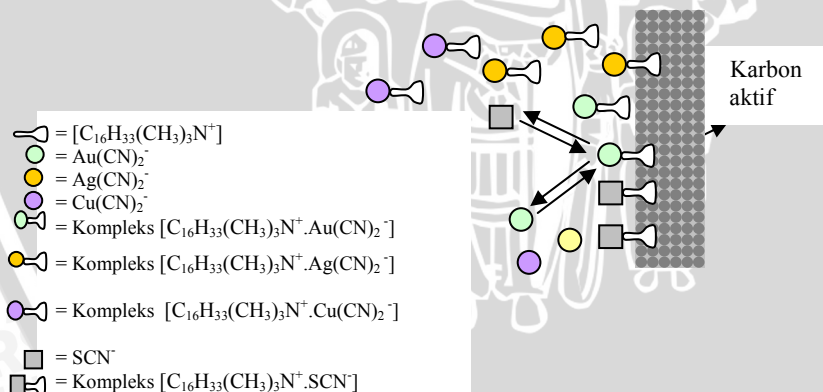
Setelah kompleks pasangan ion tersebut diadsorpsi oleh karbon aktif, maka proses selanjutnya adalah desorpsi dari $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$, $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ dan $[\text{Cu}(\text{CN})_2]^-$. Desorpsi yaitu proses pelepasan kembali molekul adsorbat yang telah diadsorpsi oleh permukaan adsorben. Adsorpsi secara fisik mempunyai kecenderungan desorpsi lebih tinggi dibandingkan adsorpsi secara kimia karena berkaitan dengan ikatan yang terjadi antara adsorben dengan komponen dalam adsorbat (Castellan, 1984). Proses desorpsi tersebut dapat terjadi melalui proses pertukaran ion dengan anion basa dari larutan eluen. Anion basa yang digunakan harus dapat diadsorpsi lebih kuat oleh karbon aktif daripada $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$, $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ dan $[\text{Cu}(\text{CN})_2]^-$. Larutan eluen yang dapat digunakan adalah tiosianat (SCN^-). Adapun reaksi yang terjadi adalah (Rohm dan Haas, 2004):





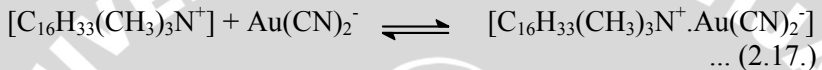
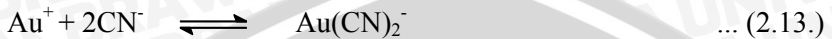
Pada proses desorpsi, perlu diperhatikan laju alir eluen. Laju alir tersebut dipengaruhi oleh jenis kromatografi dan ukuran kolom. Pada umumnya untuk ukuran kolom berdiameter 1,5 cm dan tinggi 5 cm, laju alir yang digunakan sekitar 1 sampai 2 mL/menit. Laju alir dapat dipercepat jika pemisahan tidak terlalu sulit (Christian, G. D., 1994; Day, R. A., dan A. L. Underwood., 1993).

Pada proses desorpsi dapat dilihat bahwa pH sangat berpengaruh pada kestabilan kompleks yang terikat pada adsorben. Ini dapat dilihat pada reaksi 2.20 semakin banyak H_3O^+ mengakibatkan kesetimbangan akan bergeser ke kanan, memungkinkan banyak terbentuknya HCN. Hal ini dapat diartikan bahwa semakin besar kemungkinan $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ terurai menjadi ion-ionnya yaitu Au^+ dan CN^- . Jadi pada pH asam akan semakin banyak H_3O^+ yang mengganggu kesetimbangan ikatan antara CTAB dengan $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, mengakibatkan ikatan kompleks pasangan ion tersebut tidak stabil sehingga mudah untuk digantikan dengan eluen SCN^- . Begitu pula sebaliknya yang terjadi pada pH basa (Snyder, et all., 1997) :

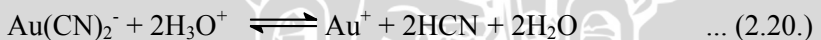


Gambar 2.3. Proses adsorpsi dan desorpsi

Reaksi yang terjadi pada proses adsorpsi yaitu:



Reaksi yang terjadi pada proses desorpsi yaitu :



Berdasarkan penjelasan diatas maka proses recovery emas(I) sianida dari campuran perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida dapat dilakukan dengan kromatografi pasangan ion menggunakan karbon aktif sebagai fasa diam yang permukaannya akan dikelilingi oleh molekul kompleks pasangan ion $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+.\text{Au}(\text{CN})_2^-]$. Kompleks tersebut terbentuk dari reaksi antara CTAB dengan $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ yang dapat diadsorpsi oleh karbon aktif karena sifat hidrofobik dari $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+]$, sehingga permukaan karbon aktif dikelilingi oleh $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+]$ yang berikatan dengan $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$. adanya eluen yang mengandung molekul bermuatan negatif yaitu SCN^- , akan dapat menggantikan $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ yang terikat pada $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+]$ dan terbentuk kompleks $[\text{C}_{16}\text{H}_{33}(\text{CH}_3)_3\text{N}^+.\text{SCN}^-]$.

2.4. Hipotesis

Berdasarkan tinjauan pustaka di atas, dapat diketahui bahwa persen *recovery* emas(I) dari bijih emas dipengaruhi oleh pH elusi. Semakin besar pH maka H^+ yang dimasukkan kedalam kolom semakin sedikit, mengakibatkan jumlah $Au(CN)_2^-$ yang terurai semakin kecil dan akan sulit untuk terelusi. Sehingga mengakibatkan nilai *recovery* nya kecil.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang, pada bulan September sampai dengan bulan Oktober 2006.

3.2. Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1. Bahan penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini dengan derajat pro analisis, kecuali bijih emas, serbuk emas, serbuk perak, serbuk tembaga, karbon aktif (butiran) dan aquades. Sedangkan bahan-bahan kimia dengan derajat pro analisis yaitu CTAB (*Cetyltrimethylammonium Bromide*) ($M_r = 364,46 \text{ g/mol}$), kalium sianida (KCN) ($M_r = 65,12 \text{ g/mol}$), kalium tiosianat (KSCN) ($M_r = 97,18 \text{ g/mol}$), asam asetat (CH_3COOH) 99,5% ($b_j = 1,05 \text{ kg/L}$; $M_r = 60,04 \text{ g/mol}$), asam ortofosfat (H_3PO_4) 85% ($b_j = 1,71 \text{ kg/L}$; $M_r = 98 \text{ g/mol}$), natrium hidroksida (NaOH) ($M_r = 40 \text{ g/mol}$).

3.2.2. Alat penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, kolom gelas dengan diameter 2,5 cm, pompa vakum, neraca analitik Mettler AE 50, SSA merek Shimadzu Tipe AA-6200, konduktometer tipe WPW dan pH-meter Orion 420A.

3.3. Tahapan Penelitian

Tahapan pada penelitian pemisahan emas sebagai kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$, $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$, dan $[\text{Cu}(\text{CN})_2]^-$ menggunakan karbon aktif sebagai fasa diam secara kromatografi kolom adalah:

1. Pembuatan larutan emas(I) sianida, perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida dari sampel bijih emas.
2. Pembuatan buffer.
3. Pembuatan kurva baku emas, perak dan tembaga.
4. Pengaruh pH elusi terhadap persen *recovery* emas.

5. pengujian persen *recovery* emas terhadap sampel bijih emas yang lain.

3.4. Cara Kerja Penelitian

3.4.1. Pembuatan larutan emas(I) sianida, perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida dari sampel bijih emas

Sampel bijih emas ditimbang sebanyak 20,0 gram dan ditambah dengan 250 mL KCN 0,1 M, kemudian dilakukan pengadukan dan diaerasi (pengaliran udara) selama lima hari. Larutan hasil aerasi disaring dan filtrat diencerkan dengan aquades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan campuran kompleks emas(I) sianida, perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida dengan konsentrasi yang belum diketahui.

3.4.2. Pembuatan buffer

Dibuat larutan asam asetat 0,5 M dan larutan asam fosfat 0,5 M, kemudian dari masing-masing larutan tersebut ditetesi larutan NaOH 0,1 M hingga didapat pH yang sesuai. Untuk pH 4 digunakan asam asetat, sedangkan untuk pH 5, 6, 7, 8 dan 9 digunakan asam fosfat.

3.4.3. Pembuatan kurva baku emas, perak, dan tembaga

Larutan standar emas 1000 ppm diencerkan menjadi 1; 5; 10; 15 dan 20 ppm. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan AgNO_3 masing-masing 3,929 mg dan 1,5748 mg dilarutkan dan diencerkan dalam labu takar 10,0 mL dan ditandabatkan sehingga diperoleh larutan Cu dan Ag 100 ppm, kemudian diencerkan menjadi 1; 5; 7,5; 10 dan 15 ppm/ larutan standar Au, Ag dan Cu diukur absorbansinya dengan SSA, kemudian dibuat kurva hubungan konsentrasi terhadap absorbansi masing-masing logam.

3.4.4. Pengaruh pH elusi terhadap persen *recovery* emas

Larutan campuran emas(I) sianida, perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida direaksikan dengan CTAB dengan cara mengencerkan 20 mL larutan sampel ditambah 20 mL CTAB 2,5 mM dan diencerkan dengan buffer asetat pH 4 hingga 100mL. Masing-masing larutan sampel dielusi ke dalam kolom adsorpsi

dengan karbon aktif sebagai fasa diam dan tinggi kolom 5 cm (± 25 gram karbon). Eluat yang dihasilkan ditampung pada botol sampel dan disimpan. Setelah semua eluat keluar (proses adsorpsi selesai), kemudian dielusi menggunakan larutan tiosianat 1M dalam buffer fosfat pH 5, 6, 7, 8 dan 9 sebanyak 50 mL (proses desorpsi). Dari masing-masing perlakuan pH, eluat ditampung setiap 10 mL sebagai fraksi volume sebanyak 5 fraksi. Diukur kadar emas, perak dan tembaga di dalam setiap eluat yang diperoleh dari proses adsorpsi dan setiap fraksi larutan dengan menggunakan SSA. Hasil pengukuran menggunakan SSA diplotkan ke dalam kurva baku masing-masing logam. Dibuat kromatogram sesuai dengan banyaknya variasi pH. Dari kurva serapan tersebut maka dapat diketahui urutan fraksi dimana emas teradsorpsi paling banyak pada fasa diam, sehingga pH optimum *recovery* emas pada proses elusi dapat ditentukan.

3.4.5. Pengujian persen *recovery* terhadap sampel bijih emas yang lain

Sebanyak 20 gram sampel bijih emas ditambahkan dengan 50 mL KCN 0,2 M, kemudian diaduk dan diaerasi (pengaliran udara) sampai larut. Setelah larut, diencerkan dengan aquades sampai 1000 mL. Kemudian 20 mL larutan sampel bijih emas diencerkan menggunakan aquades hingga 100 mL. Diukur absorbansi logam emas, perak dan tembaga menggunakan instrumen SSA. Diplotkan absorbansi pada kurva baku, sehingga konsentrasi mula-mula emas, perak dan tembaga pada larutan sampel bijih emas dapat ditentukan.

Sebanyak 20 mL larutan sampel bijih emas ditambah dengan 20 mL CTAB 2,5 mM, kemudian diencerkan dengan buffer asetat pH 4 hingga 100 mL. Masing-masing larutan sampel dielusi ke dalam kolom adsorpsi dengan karbon aktif sebagai fasa diam dan tinggi kolom 5 cm (± 25 gram karbon). Eluat ditampung pada botol sampel dan disimpan. Setelah semua eluat keluar kolom, kemudian dielusi menggunakan larutan tiosianat 1 M dalam buffer fosfat pH 5 (pH optimum) sebanyak 50 mL. Eluat ditampung setiap 10 mL sebagai fraksi volume sebanyak 5 fraksi. Diukur kadar emas, perak dan tembaga di dalam setiap eluat yang diperoleh dari proses adsorpsi dan setiap fraksi menggunakan SSA. Hasil pengukuran menggunakan SSA diplotkan ke dalam kurva baku masing-masing logam. Dibuat kromatogram sesuai dengan banyaknya variasi pH.

Dari kurva serapan tersebut maka dapat diketahui urutan fraksi dimana emas teradsorpsi paling banyak pada fasa diam, sehingga pH optimum *recovery* emas pada proses elusi dapat ditentukan.

3. 5. Analisa Data

3.5.1. Perhitungan persamaan regresi linier dan koefisien korelasi untuk kurva baku emas, perak dan tembaga

Kurva baku dinyatakan dalam persamaan regresi linier $y = ax$, dimana y adalah serapan emas dan x adalah konsentrasi emas yang terukur. Nilai koefisien a dihitung dengan persamaan:

$$a = \frac{\sum XY}{\sum X^2}$$

Sedangkan koefisien korelasi yang menyatakan kelinieran kurva ditentukan dengan persamaan :

$$r = \frac{\sum XY}{\sqrt{\sum X^2 \sum Y^2}}$$

3.5.2. Pengaruh pH elusi terhadap *recovery* emas(I)

Data absorbansi yang diperoleh dari perlakuan 3.4.4. diplotkan ke dalam kurva baku masing-masing logam agar diperoleh kadar setiap logam (emas, perak dan tembaga) dalam fraksi eluat, kemudian dibuat kurva hubungan antara pH elusi terhadap *recovery* emas(I).

3.5.3. Perhitungan *recovery* emas(I)

Persen *recovery* emas(I) ditentukan berdasarkan persamaan:

$$\% Recovery = \frac{\text{Massa Au terdesorpsi}}{\text{Massa Au awal}} \times 100 \%$$

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil pengujian *recovery* ini dipersiapkan dari pelarutan sampel bijih emas dalam larutan KCN 0,1 M, dimana kadar ion Au^+ , Ag^+ dan Cu^+ pada larutan bijih emas diukur secara SSA dengan hasil yang sesuai pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Kadar ion Au^+ , Ag^+ dan Cu^+ pada larutan bijih emas

Ion logam	Serapan	C (ppm)	Massa (mg)
$\text{Au}(\text{CN})_2^-$	0,0123	1,836	0,184
$\text{Ag}(\text{CN})_2^-$	0,9554	75,228	7,523
$\text{Cu}(\text{CN})_2^-$	0,0848	6,281	0,628

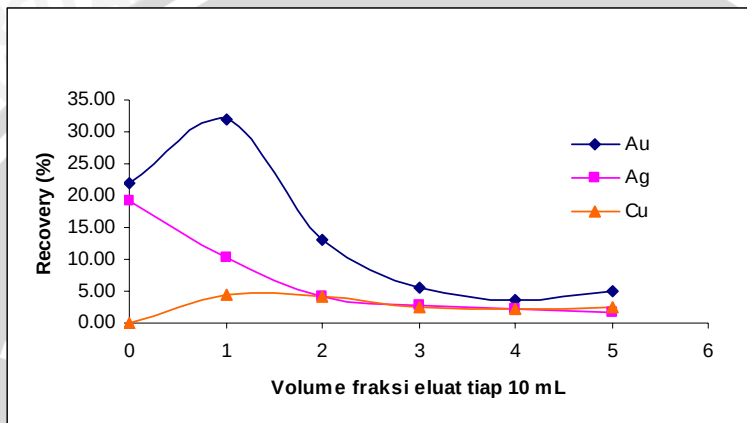
Pada penelitian ini, ion-ion Au^+ , Ag^+ dan Cu^+ dalam larutan sampel bijih emas adalah dalam bentuk ion kompleks sianida, pada penelitian ini sampel bijih emas yang digunakan sebanyak 100 mL sehingga mengandung ion kompleks $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ ($6,1 \times 10^{-4}$ mmol), $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ ($1,8 \times 10^{-2}$ mmol) dan $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$ ($3,8 \times 10^{-3}$ mmol).

Tahapan penelitian terdiri dari tiga tahap yaitu pereaksian dengan CTAB, adsorpsi dan desorpsi. Jumlah CTAB yang digunakan sebanyak 0,05 mmol dan proses adsorpsi dilakukan pada pH 4 dengan menggunakan buffer asetat. Hasil penelitian diperoleh jumlah yang teradsorpsi adalah sebesar 78,05% untuk emas(I); 80,72% untuk perak(I) dan 100% untuk tembaga(I) (pada lampiran 5). Proses desorpsi dilakukan pada pH 5-9.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa perubahan pH mengakibatkan perubahan kestabilan kompleks. Semakin besar suatu pH maka kompleks akan menjadi semakin stabil dan mengakibatkan kompleks tersebut susah terurai menjadi ion-ionnya. Maka ikatan yang terbentuk dengan CTAB akan semakin kuat, sehingga menjadi semakin sulit untuk digantikan oleh SCN^- . Pada akhirnya akan berpengaruh pada jumlah kompleks yang terdesorpsi. Dengan demikian, pada penelitian ini dipelajari pengaruh pH terhadap hasil desorpsi yang ditunjukkan dengan %*recovery*.

4.1. Pengaruh pH Elusi

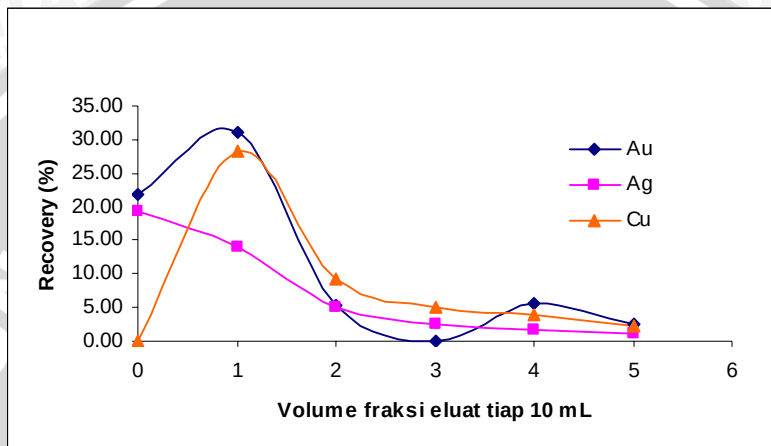
Pengaruh pH elusi terhadap *recovery* Au^+ , Ag^+ dan Cu^+ dapat diketahui berdasarkan fraksinasi elusi setiap 10 mL eluat yang ditampung. Hasil penelitian disajikan pada gambar 4.1- 4.5.



Gambar 4.1. Kurva hubungan antara Volume Eluat terhadap *Recovery* emas(I), perak(I), dan tembaga(I) pada pH desorpsi 5

Gambar 4.1 menunjukkan bahwa pada pH elusi 5, diperoleh *recovery* Au(I) yang lebih besar daripada *recovery* Cu(I) dan Ag(I). Hal ini dikarenakan kompleks $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ memiliki nilai kestabilan kompleks yang lebih besar daripada $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ dan $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$. Berdasarkan nilai kestabilan kompleks, seharusnya pada pH 5 $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ dan $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$ lebih mudah terdesorpsi karena kestabilannya paling rendah. Akan tetapi, kestabilan kompleks yang rendah menyebabkan $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ dan $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$ mudah terurai membentuk AgCN ($K_{\text{sp}} = 5,97 \times 10^{-17}$) dan CuCN ($K_{\text{sp}} = 3,47 \times 10^{-20}$) tidak bermuatan yang dapat teradsorpsi kembali ke dalam karbon aktif (tidak menjadi AgSCN dan CuSCN, karena nilai K_{sp} AgCN dan CuCN lebih kecil daripada K_{sp} AgSCN dan CuSCN). Jika dilihat dari nilai K_{sp} harusnya CuCN terbentuk lebih dahulu dan akan banyak teradsorpsi. Tetapi dari hasil penelitian menunjukkan AgCN yang lebih banyak teradsorpsi, hal ini dikarenakan kompleks perak(I) sianida mempunyai nilai K_{st} yang lebih kecil daripada nilai K_{st} kompleks tembaga(I) sianida. Sehingga mengakibatkan kompleks

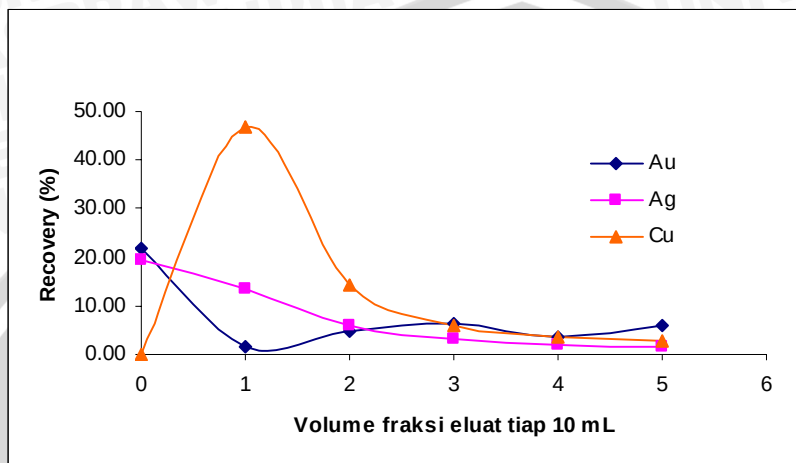
perak(I) sianida lebih mudah terurai membentuk AgCN . Serta didukung jumlah mol yang besar dari kompleks perak(I) sianida di dalam bijih emas. Dengan demikian, nilai *recovery* perak(I) dan tembaga(I) menjadi kecil.



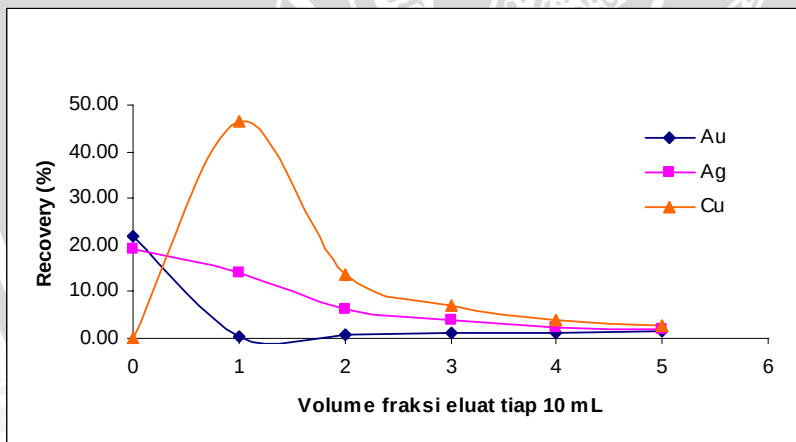
Gambar 4.2. Kurva hubungan antara Volume Eluat terhadap *Recovery* emas(I), perak(I), dan tembaga(I) pada pH desorpsi 6

Gambar 4.2. menunjukkan bahwa pada pH elusi 6, *recovery* Au(I) lebih kecil daripada pH 5. Hal ini dikarenakan pada pH 6, keberadaan H^+ nya semakin berkurang bila dibandingkan pada pH 5. Keberadaan H^+ yang berkurang mengakibatkan jumlah Au(CN)_2^- yang terurai menjadi semakin berkurang. Sehingga ikatan Au(CN)_2^- dengan CTAB menjadi semakin kuat dan susah digantikan oleh SCN^- . Pada pH ini juga dapat dilihat bahwa Au(I) masih mempunyai *recovery* yang lebih besar dibandingkan Ag(I) dan Cu(I). Akan tetapi, terjadi kenaikan *recovery* Cu(I) bila dibandingkan pada pH 5. hal ini dikarenakan pada pH 6, kestabilan Cu(CN)_2^- akan semakin meningkat sehingga mengakibatkan jumlah Cu(CN)_2^- yang terurai menjadi CuCN akan semakin berkurang. Maka jumlah CuCN yang teradsorpsi kembali semakin sedikit dan jumlah Cu(CN)_2^- yang terdesorpsi akan semakin banyak. Hal ini ditunjukkan dengan naiknya % *recovery* Cu(I). Sedangkan untuk Ag(CN)_2^- tidak terlalu mengalami peningkatan *recovery*, dikarenakan nilai kestabilan kompleks yang paling rendah. Maka pada pH asam atau basa

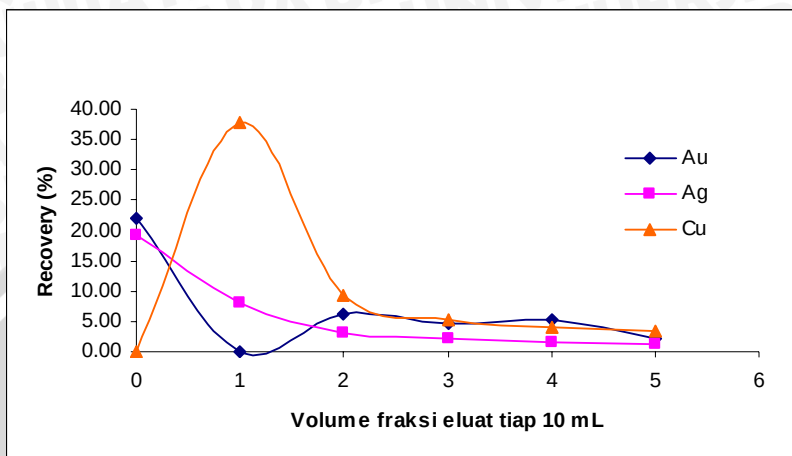
$\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ akan selalu terurai menjadi AgCN yang akan teradsorpsi kembali kedalam karbon aktif.



Gambar 4.3. Kurva hubungan antara Volume Eluat terhadap *Recovery* emas(I), perak(I), dan tembaga(I) pada pH desorpsi 7



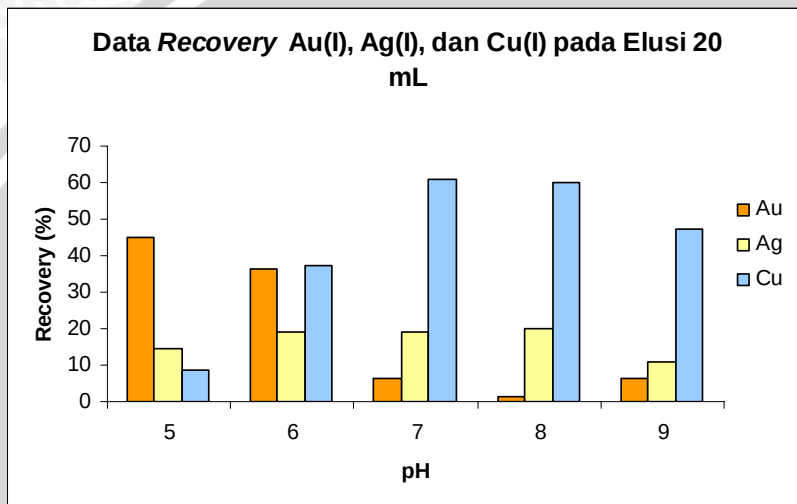
Gambar 4.4. Kurva hubungan antara Volume Eluat terhadap *Recovery* emas(I), perak(I), dan tembaga(I) pada pH desorpsi 8



Gambar 4.5. Kurva hubungan antara Volume Eluat terhadap *Recovery* emas(I), perak(I), dan tembaga(I) pada pH desorpsi 9

Pada gambar 4.3 – 4.5. menunjukkan bahwa kenaikan pH dari 7 – 9 menyebabkan peningkatan kestabilan kompleks $\text{Au}(\text{CN})_2^-$, $\text{Ag}(\text{CN})_2^-$ dan $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$. Peningkatan pH mengakibatkan ikatan antara $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ dengan CTAB akan semakin kuat, sehingga Au(I) semakin sulit untuk didesorpsi oleh SCN^- . Hal ini dibuktikan dengan turunnya *recovery* pada pH 7 – 9. Berdasarkan Gambar 4.3-4.5. juga dapat diketahui bahwa nilai *recovery* Cu(I) pada pH elusi 7-9 lebih besar daripada Au(I). Hal tersebut disebabkan oleh nilai K_{st} Au(I) dan Cu(I) yang tidak berbeda jauh. Selain itu juga disebabkan oleh peningkatan kestabilan kompleks Cu(I) akibat peningkatan pH elusi. Nilai K_{st} Cu(I) dan Au(I) yang tidak berbeda jauh menyebabkan adanya kompetisi antara Cu(I) dan Au(I) untuk didesorpsi. Nilai K_{st} Cu(I) yang lebih rendah daripada Au(I) menyebabkan kestabilan kompleks Cu(I) lebih rendah dan lebih mudah didesorpsi daripada Au(I). Peningkatan jumlah Cu(I) yang terdesorpsi tersebut juga disebabkan oleh peningkatan pH elusi. Peningkatan pH elusi menyebabkan peningkatan kestabilan kompleks $\text{Cu}(\text{CN})_2^-$ dan peluang terbentuknya CuCN semakin kecil.

Gambar 4.1.–4.5. menunjukkan bahwa *recovery* emas(I) optimum diperoleh sampai dengan 20 mL volume eluat. Kurva yang menunjukkan hubungan antara pH terhadap *recovery* Au(I), Ag(I) dan Cu(I) pada 20 mL larutan tiosianat dapat diketahui dari Gambar 4.6.



Gambar 4.6. Data *Recovery* emas(I), perak(I), dan tembaga(I) pada berbagai pH

Pada penelitian ini, diperoleh elusi emas(I) optimum pada pH 5. Berdasarkan Gambar 4.6. diketahui bahwa *recovery* emas(I) mencapai 44,8% sedangkan perak(I) dan tembaga(I) masing-masing mencapai 14,55% dan 8,63%.

4.2. Uji *recovery* Emas(I) pada Sampel yang Baru

Setelah diketahui pH optimum maka selanjutnya dilakukan pengujian terhadap larutan sampel bijih emas yang baru sebagai pembanding. Pengujian dilakukan dalam dua ulangan. Adapun data yang diperoleh adalah sebagai berikut:

Tabel 4.2. *Recovery* rata-rata dalam 20 mL eluat desorpsi

Ion Logam	Massa Sampel (mg)	Massa Desorpsi (mg)	<i>Recovery</i> (%)
Au	0,0746	0,0403	54,02
Ag	2,6850	0,0720	2,68
Cu	0,1480	0,0252	17,03

Sampel bijih emas ini mengandung Au(I) lebih sedikit daripada Cu(I) dan Ag(I) dengan perbandingan mol 1:6:63, dimana *recovery* Au(I) yang diperoleh lebih tinggi dibandingkan pada sampel bijih emas yang sebelumnya. Hal ini menunjukkan bahwa penurunan konsentrasi ion logam ikutan dalam larutan sampel bijih emas dapat menaikkan *recovery* Au(I).

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa *recovery* emas(I) sianida secara kromatografi pasangan ion dari larutan sampel bijih emas yang mengandung perak(I) sianida dan tembaga(I) sianida dipengaruhi oleh pH desorpsi. Peningkatan pH menyebabkan terjadinya penurunan *recovery* emas(I). kondisi optimum *recovery* diperoleh pada pH 5 dengan desorpsi emas sebesar 44,8 % dengan volume elusi 20 mL.

5.2. Saran

Untuk meningkatkan *recovery* emas(I) dengan metode kromatografi pasangan ion menggunakan karbon aktif sebagai fasa diam, maka perlu penelitian pengaturan laju alir terhadap *recovery* emas(I) dengan mengatur kehomogenan karbon aktif.

DAFTAR PUSTAKA

- Auliya, E., 2007, **Pengaruh Panjang Kolom Terhadap Recovery Emas(I) Dari Campuran Perak(I) dan Tembaga(I) Secara Kromatografi Pasangan Ion**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- Anonim, 2005, **Informasi Mineral dan Batu Bara**, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batu Bara, <http://www.tekmira.esdm.go.id/data/Emas/Ulasan.asp>, tanggal akses: 30 Maret 2006
- Castellan, W. G., 1983, **Physical Chemistry**, 3rd ed., Wesley Publishing Company University of Maryland, Canada, 423-434
- Christian, G. D., 1994, **Analytical Chemistry**, John Wiley and Sons, Inc., USA, 509-510
- Day, R. A., dan Underwood, A. L., 1993, **Analisis Kimia Kuantitatif**, Erlangga, Jakarta, 664-665
- Economy, J., dan Zhongren Y., John V., and Shuixie C., 2003, **Activated carbon Fibers**, Economy's Group, <http://economy.mse.uiuc.edu/ACF.htm>, tanggal akses: 19 April 2006
- Elya, E., 2007, **Pengaruh pH Desorpsi Terhadap Recovery Emas(I) Secara Ekstraksi Fasa Padat Sistem Alir**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang
- Gaude, G. T., and Kyrilidis A., 2004, **Material for Chromatography**, Cabot Corporation, Boston, <http://www.freepatentsonline.com/search.html>, tanggal akses : 3 Juni 2006

Khery, Y., 2007, **Pengaruh pH Adsorpsi Terhadap Recovery Emas(I) Dari Campurannya Secara Kromatografi Pasangan Ion**, Skripsi, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya, Malang

Knox, J. H., 1978, **High Performance Liquid Chromatography**, Edinburg University Press, Edinburg, 64

Othmer, D. F., and Kirk, 1979, **Encyclopedia of Chemical Technology**, vol. 15, John Wiley and Sons, New York, 310

Ringbom, A., 1963, **Complexation in Analytical Chemistry**, John Wiley and Sons, New York, 310

Rohm dan Haas, 2004, **Gold Recovery from Cyanide liquors**, <http://www.rohmhaas.com/ionexchange/ip/goldrecovery.htm>, tanggal akses : 15 november 2006

Sembiring, M. T., dan Sinaga T. S., 2003, **Arang Aktif: Pengenalan dan Proses Pembuatannya**, USU Digital Lybrary, Sumatra Utara

Snyder, L. R., Joseph, J. K., dan Joseph, L. G., 1997, **Practical HPLC Method Development**, 2nd ed., John Wiley and Sons, Inc., New York, 318-320

Townsend, A., 1995, **Encyclopedia of Analytical Science**, vol 4, Academic Barnes and Nobel Inc, 296 - 300

LAMPIRAN 1. Pembuatan Larutan

L.1.1. Larutan KCN 0,1M

Ditimbang 1,68 gram padatan KCN dan dilarutkan dengan aquades hingga volume 250 mL.

L.1.2. Larutan NaOH 1M

Sebanyak 4,00 g NaOH dan dilarutkan dengan aquades hingga 100 mL dalam gelas kimia 250 mL

L.1.3. Larutan Buffer Asetat pH 4

Sebanyak 29 mL larutan CH_3COOH pekat (100%, $\rho = 1,05 \text{ kg/L}$) dan ditambah aquades sampai volume larutan menjadi 1000 mL sehingga diperoleh larutan CH_3COOH 0,5 M. 100 mL larutan asam asetat tersebut ditambah larutan NaOH 1 M sedikit demi sedikit sambil diaduk hingga pH meter menunjukkan nilai pH 4.

L.1.4. Larutan Buffer Fosfat pH 5, 6, 7, 8 dan 9

Sebanyak 29 mL larutan H_3PO_4 pekat (85%, $\rho = 1,71 \text{ kg/L}$) dan ditambah aquades sampai volume larutan H_3PO_4 0,5 M. Larutan asam fosfat tersebut ditambah larutan NaOH 1 M sambil diaduk hingga pH meter menunjukkan nilai pH yang diinginkan.

L.1.5. Larutan KSCN 1M dalam Buffer Fosfat pH 5, 6, 7, 8 dan 9

Ditimbang 9,718 gram KSCN dan dilarutkan dalam buffer fosfat pH yang diinginkan hingga volume 50 mL dalam gelas kimia 100 mL. Kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah larutan buffer fosfat pH yang diinginkan hingga tanda batas. Dibuat larutan KSCN 1 M dalam buffer fosfat pH yang diinginkan sebanyak 300 mL.

L.1.6. Larutan CTAB 2,5 mM Dalam Buffer Asetat pH 4

Dilarutkan $9,11 \times 10^{-2}$ gram CTAB dengan larutan buffer asetat pH 4 hingga volume 25 mL dalam gelas kimia 100 mL. Larutan CTAB kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah larutan buffer asetat pH 4 hingga tanda batas.

L.1.7. Larutan Cu 100 ppm

Dilarutkan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 3,929 mg, kemudian diencerkan dalam labu takar 10 mL dan ditandabatkan.

L.1.7. Larutan Ag 100 ppm

Dilarutkan AgNO_3 1,5748 mg, kemudian diencerkan dalam labu takar 10 mL dan ditandabatkan.



Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan

L.2.1. Larutan KCN 0,1 M

Untuk membuat larutan KCN 1M sebanyak 250 mL, maka:

n KCN = konsentrasi x Volume
= $0,1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L}$
= $0,025 \text{ mol}$

Massa KCN = mol KCN x Mr KCN : %b/b
= $0,025 \text{ mol} \times 65,12 \text{ g/mol} : 97\%$
= $1,67835 \text{ g}$

Jadi, banyaknya KCN yang ditimbang adalah $1,67835 \text{ g}$.

L.2.2. Larutan CTAB 2,5 mM

Untuk membuat larutan CTAB 0,5mM sebanyak 100 mL, maka :

n CTAB = konsentrasi x Volume
= $2,5 \text{ mmol/L} \times 0,1 \text{ L}$
= $0,25 \text{ mmol}$

Massa CTAB = mol CTAB x Mr CTAB
= $0,25 \text{ mmol} \times 364,46 \text{ mg/mmol}$
= $91,115 \text{ mg} = 0,0911 \text{ g}$

Jadi, banyaknya CTAB yang ditimbang adalah $0,0911 \text{ g}$.

L.2.3. Larutan KSCN 1M

Untuk membuat larutan KSCN 1M sebanyak 100 mL, maka:

n KSCN = konsentrasi x Volume
= $1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L}$
= $0,1 \text{ mol}$

Massa KSCN = mol KSCN x Mr KSCN
= $0,1 \text{ mol} \times 97,18 \text{ g/mol}$
= $9,718 \text{ g}$

Jadi, banyaknya KSCN yang ditimbang adalah $9,718 \text{ g}$.

L.2.4. Larutan Buffer Asetat 0,5M

Untuk membuat 1000 mL larutan CH_3COOH 0,5M dari larutan CH_3COOH pekat (100%, $\rho = 1,05 \text{ kg/L}$), maka:

n CH_3COOH = konsentrasi x Volume

$$= 0,5 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L}$$

$$= 0,5 \text{ mol}$$

$$\text{Massa CH}_3\text{COOH} = \text{mol CH}_3\text{COOH} \times \text{Mr CH}_3\text{COOH}$$

$$= 0,5 \text{ mol} \times 60,04 \text{ g/mol}$$

$$= 30,025 \text{ g}$$

Banyaknya CH_3COOH pekat yang diambil untuk membuat 1000mL larutan CH_3COOH 0,5 M adalah :

$$\text{Volume} = \frac{\text{Massa}}{\text{Kadar} \times \text{Massa jenis}}$$

$$= \frac{30,025 \text{ g}}{1 \times 1,05 \text{ g / mL}}$$

$$= 28,595 \text{ mL}$$

Jadi, banyaknya larutan CH_3COOH pekat yang dipipet sebanyak 28,595 mL.

L.2.5. Larutan Buffer Fosfat 0,5 M

Untuk membuat 100mL larutan H_3PO_4 0,5M dari larutan H_3PO_4 pekat (85%, $\rho = 1,71 \text{ kg/L}$), maka:

$$n \text{ H}_3\text{PO}_4 = \text{konsentrasi} \times \text{Volume}$$

$$= 0,5 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L}$$

$$= 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{Massa H}_3\text{PO}_4 = \text{mol H}_3\text{PO}_4 \times \text{Mr H}_3\text{PO}_4$$

$$= 0,05 \text{ mol} \times 98 \text{ g/mol}$$

$$= 4,9 \text{ g}$$

Banyaknya H_3PO_4 pekat yang diambil untuk membuat 100mL larutan H_3PO_4 0,5 M adalah :

$$\text{Volume} = \frac{\text{Massa}}{\text{Kadar} \times \text{Massa jenis}}$$

$$= \frac{4,9 \text{ g}}{0,85 \times 1,71 \text{ g / mL}}$$

$$= 3,37 \text{ mL}$$

Jadi, banyaknya larutan H_3PO_4 pekat yang dipipet sebanyak 3,37 mL.

L.2.6. Larutan NaOH 1M

Untuk membuat larutan NaOH 1M sebanyak 100 mL, maka:

$$\begin{aligned}n \text{ NaOH} &= \text{konsentrasi} \times \text{Volume} \\&= 1 \text{ mol/L} \times 0,1 \text{ L} \\&= 0,1 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa NaOH} &= \text{mol NaOH} \times \text{Mr NaOH} \\&= 0,1 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\&= 4 \text{ g}\end{aligned}$$

Jadi, banyaknya NaOH yang ditimbang adalah 4 g.

L.2.7. Larutan Cu 100 ppm

Untuk membuat larutan Cu 100ppm sebanyak 10 mL, maka:

$$\begin{aligned}\text{Massa CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} &= \frac{C \times V \times \text{Mr CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}}{\text{Mr Cu}} \\&= \frac{100 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L} \times 249,68}{63,546} \\&= 3,929 \text{ mg}\end{aligned}$$

Jadi, banyaknya CuSO₄·5H₂O yang ditimbang adalah 3,929 mg.

L.2.8. Larutan Ag 100 ppm

Untuk membuat larutan Ag 100ppm sebanyak 10 mL, maka:

$$\begin{aligned}\text{Massa AgNO}_3 &= \frac{C \times V \times \text{Mr AgNO}_3}{\text{Mr Cu}} \\&= \frac{100 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L} \times 169,874}{107,87} \\&= 1,5748 \text{ mg}\end{aligned}$$

Jadi, banyaknya AgNO₃ yang ditimbang adalah 1,5748 mg.

Lampiran 3. Diagram Alir Penelitian

Pengaruh pH Elusi terhadap *Recovery* Emas(I) dari Larutan Bijihnya Secara Kromatografi Pasangan Ion

Persiapan Bahan

Proses adsorpsi dan elusi dari emas(I) Sianida dari larutan bijihnya sebagai kompleks pasangan ion $[C_{16}H_{33}(CH_3)_3N^+ \cdot Au(CN)_2^-]$ pada kolom kromatografi menggunakan karbon aktif sebagai fasa diam

Mempelajari pengaruh pH elusi terhadap *recovery* emas(I)

Menguji pH optimum yang diperoleh pada sampel bijih emas yang lain

Lampiran 4. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Emas(I), Perak(I), dan Tembaga(I)

L.4.1. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Emas(I)

Tabel L.4.1. Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku emas(I)

No	Konsentrasi Emas (I) (ppm) (x)	Absorbansi (y)	x^2	y^2	xy
1	0	0	0	0	0
2	1	0,007	1	0,000049	0,007
3	5	0,046	25	0,00212	0,23
4	10	0,066	100	0,00436	0,66
5	15	0,108	225	0,01166	1,62
6	20	0,125	400	0,01563	2,5
Σ	51	0,352	751	0,033819	5,017

Berdasarkan data tabel diatas diperoleh persamaan regresi ($y = ax$) dengan perhitungan sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} = 0,0067$$

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} = 0,9776$$

Persamaan regresi linier : $y = 0,0067 x$

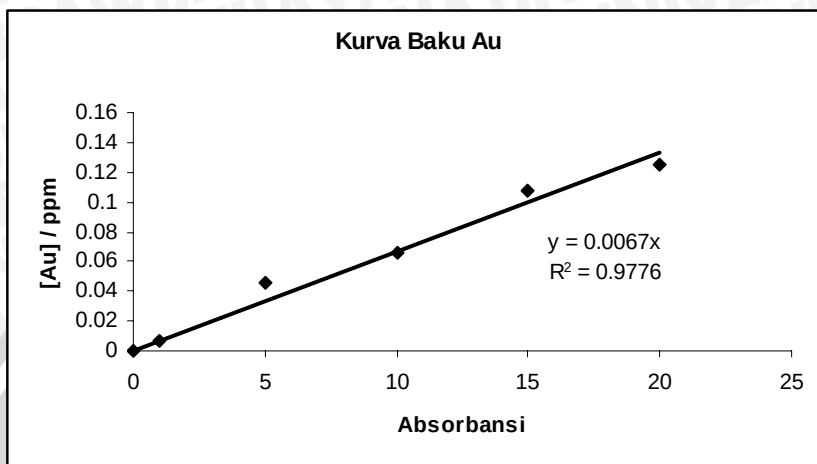
Hubungan konsentrasi dan absorbansi menurut Lambert-Beer adalah

$A = abc$

$Y = 0,0067 x$

Dimana a adalah absorbansi spesifik dan b adalah tebal medium yang nilainya konstan.

Dari perhitungan regresi linier yang diperoleh dapat dibuat kurva baku emas(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada gambar L.4.1.



Gambar L.4.1. Kurva hubungan antara konsentrasi emas(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA

L.4.2. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Perak(I)

Tabel L.4.2. Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku perak(I)

No	[Ag] / ppm	Absorbansi	x^2	y^2	xy
1	0	0	0	0	0
2	1	0,009	1	0,000081	0,009
3	5	0,065	25	0,00423	0,325
4	8	0,102	64	0,0104	0,816
5	10	0,127	100	0,01613	1,27
6	15	0,189	225	0,03572	2,835
Σ	39	0,492	415	0,066561	5,255

Berdasarkan data tabel diatas diperoleh persamaan regresi ($y = ax$) dengan perhitungan sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} = 0,0127$$

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} = 0,9993$$

Persamaan regresi linier : $y = 0,0127 x$

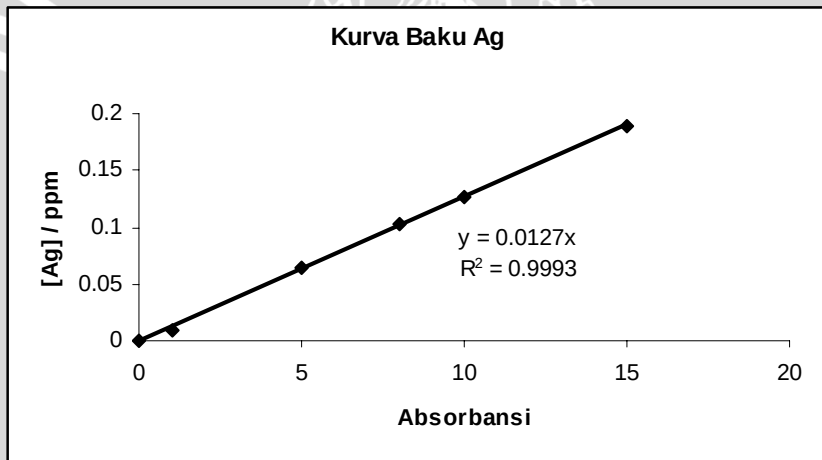
Hubungan konsentrasi dan absorbansi menurut Lambert-Beer adalah

$A = abc$

$Y = 0,0127 x$

Dimana a adalah absorbansi spesifik dan b adalah tebal medium yang nilainya konstan.

Dari perhitungan regresi linier yang diperoleh dapat dibuat kurva baku perak(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada gambar L.4.2.



Gambar L.4.2. Kurva hubungan antara konsentrasi perak(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA

L.4.3. Perhitungan Persamaan Regresi Linier dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Tembaga(I)

Tabel L.4.3. Data perhitungan regresi dan koefisien korelasi untuk kurva baku tembaga(I)

No	[Ag] / ppm	Absorbansi	x ²	y ²	xy
1	0	0	0	0	0
2	1	0,016	1	0,00026	0,016
3	5	0,069	25	0,00476	0,345
4	7,5	0,103	56,25	0,0106	0,7725
5	10	0,138	100	0,01904	1,38
6	15	0,199	225	0,0396	2,985
Σ	38,5	0,525	407,25	0,07426	5,4985

Berdasarkan data tabel diatas diperoleh persamaan regresi ($y = ax$) dengan perhitungan sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} = 0,0135$$

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} = 0,9988$$

Persamaan regresi linier : $y = 0,0135 x$

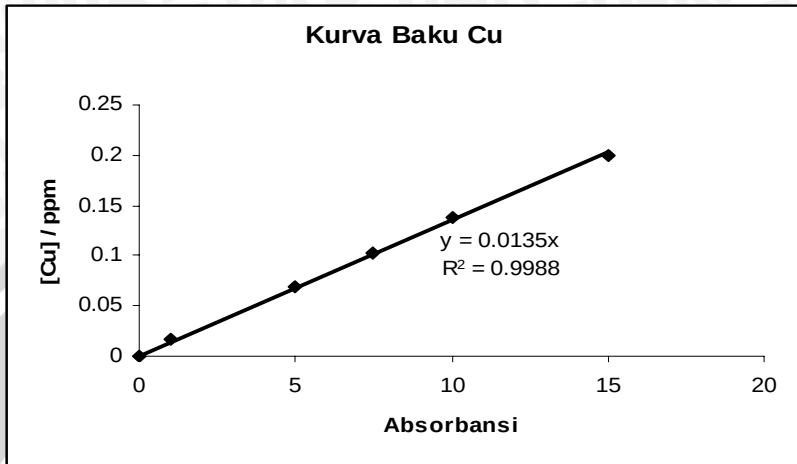
Hubungan konsentrasi dan absorbansi menurut Lambert-Beer adalah

$$A = abc$$

$$Y = 0,0135 x$$

Dimana a adalah absorbansi spesifik dan b adalah tebal medium yang nilainya konstan.

Dari perhitungan regresi linier yang diperoleh dapat dibuat kurva baku tembaga(I) dengan memenuhi persamaan hubungan konsentrasi dan absorbansi ditunjukkan pada gambar L.4.3.



Gambar L.4.3. Kurva hubungan antara konsentrasi tembaga(I) terhadap absorbansi hasil pengukuran menggunakan SSA

Lampiran 5. Data Hasil Penelitian

L.5.1. Data Pengujian Pengaruh pH Elusi

Tabel L.5.1.1. Data Absorbansi dan Massa Sampel Sebelum Adsorpsi

Logam	Absorbansi	C (ppm)	Massa (mg)
Au	0,0123	1,836	0,184
Ag	0,9554	75,228	7,523
Cu	0,0848	6,281	0,628

Tabel L.5.1.2. Data Jumlah Logam yang Teradsorpsi

Logam	Absorbansi awal	Absorbansi akhir	Massa awal – Massa akhir (mg)	Jumlah yang teradsorpsi (%)
Au	0,0123	0,0027	0,1433	78,05
Ag	0,9554	0,1842	6,0724	80,72
Cu	0,0848	0	0,6281	100

Tabel L.5.1.3. Data Elusi pada Tiap pH

pH	Jumlah yang terdesorpsi (%)		
	Au	Ag	Cu
5	80,89	40,19	15,89
6	66,5	43,74	48,67
7	44,22	45,2	72,95
8	27,07	47,51	73,95
9	40,16	35,37	59,77

Tabel L.5.1.4. Data Recovery pada pH 5

Fraksi desorpsi (mL)	Recovery (%)		
	Au	Ag	Cu
0	21,95	19,28	0
10	31,87	10,32	4,35
20	12,92	4,23	4,28
30	5,61	2,71	2,53
40	3,66	2,09	2,35
50	4,88	1,56	2,37

Tabel L.5.1.5. Data *Recovery* pada pH 6

Fraksi desorpsi (mL)	<i>Recovery</i> (%)		
	Au	Ag	Cu
0	21,95	19,28	0
10	30,97	14,03	28,34
20	5,45	5,12	9,11
30	0	2,43	5,15
40	5,61	1,75	3,81
50	2,52	1,13	2,25

Tabel L.5.1.6. Data *Recovery* pada pH 7

Fraksi desorpsi (mL)	<i>Recovery</i> (%)		
	Au	Ag	Cu
0	21,95	19,28	0
10	1,54	13,32	46,71
20	4,88	5,9	14,15
30	6,42	3,01	5,81
40	3,41	2,07	3,66
50	6,01	1,62	2,62

Tabel L.5.1.7. Data *Recovery* pada pH 8

Fraksi desorpsi (mL)	<i>Recovery</i> (%)		
	Au	Ag	Cu
0	21,95	19,28	0
10	0,41	14,01	46,3
20	0,89	6,21	13,69
30	0,98	3,85	7,09
40	1,22	2,4	3,94
50	1,63	1,76	2,92

Tabel L.5.1.8. Data *Recovery* pada pH 9

Fraksi desorpsi (mL)	<i>Recovery</i> (%)		
	Au	Ag	Cu
0	21,95	19,28	0
10	0	7,96	37,76
20	6,34	3,13	9,43
30	4,63	2,05	5,12
40	5,2	1,61	3,91
50	2,03	1,34	3,54

L.5.2. Data Pengujian pada Sampel yang Baru

Tabel L.5.2.1. Data Absorbansi dan Massa Logam dalam Sampel Baru Sebelum Adsorpsi

Absorbansi			Massa/mg		
Au	Ag	Cu	Au	Ag	Cu
0,005	0,341	0,020	0,0746	2,685	0,148

Tabel L.5.2.2. Data *Recovery* Pada desorpsi pH 5 Ulangan Pertama

Fraksi desorpsi (mL)	Absorbansi			<i>Recovery</i> (%)		
	Au	Ag	Cu	Au	Ag	Cu
0	0	0,002	0,002	0	0,59	10,01
10	0,007	0,02	0,004	13,93	0,59	2
20	0,006	0,016	0,003	11,94	0,47	1,5
30	0,007	0,014	0,002	13,93	0,41	1

Tabel L.5.2.3. Data *Recovery* Pada desorpsi pH 5 Ulangan Kedua

Fraksi desorpsi (mL)	Absorbansi			<i>Recovery</i> (%)		
	Au	Ag	Cu	Au	Ag	Cu
0	0	0,001	0,002	0	0,29	10,01
10	0,007	0,023	0,004	13,93	0,67	2
20	0,007	0,018	0,003	13,93	0,53	1,5
30	0,007	0,013	0,003	13,93	0,38	1,5

Lampiran 6. Contoh Perhitungan *Recovery* Emas(I) Pada pH Desorpsi 5 dan Fraksi 10 mL

Persamaan linier kurva baku emas(I) : $y = 0,0067 x$

- **Konsentrasi emas(I) awal sebelum adsorpsi** = 0,1836 mg

- **Setelah proses desorpsi**

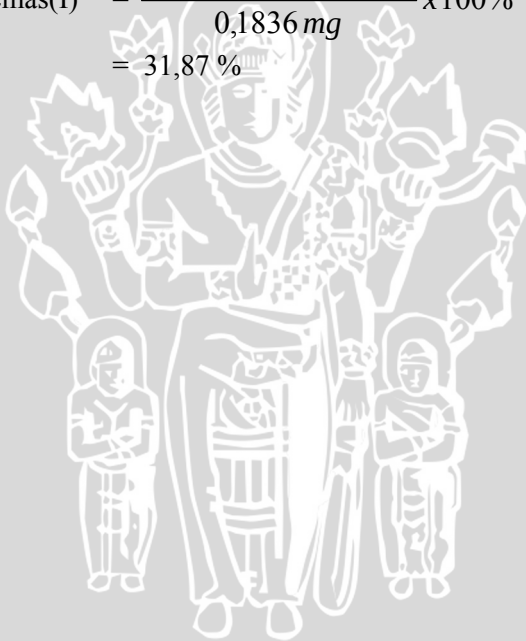
$$\text{Absorbansi emas(I)} = 0,0392$$

$$\text{Konsentrasi emas(I) dalam 10 mL} = \frac{0,0392}{0,0067}$$

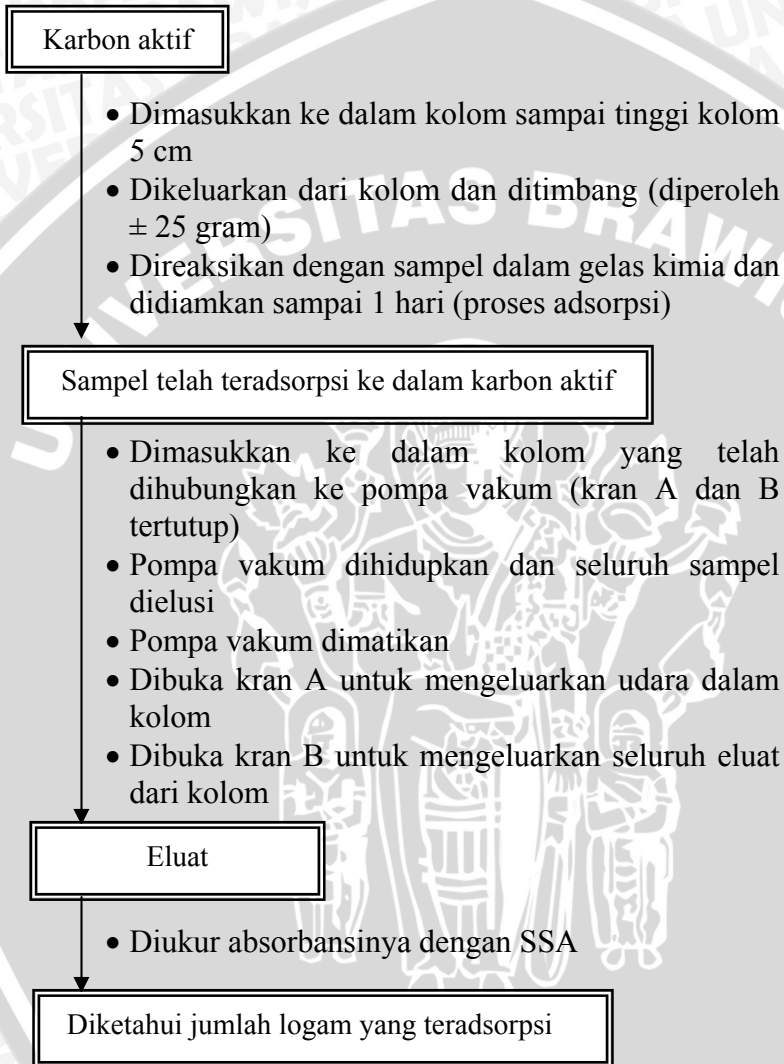
$$= 5,8507 \text{ ppm}$$

- ***Recovery* emas(I)**

$$\begin{aligned} \text{Recovery emas(I)} &= \frac{(5,8507 \text{ ppm} \times 0,01 \text{ L})}{0,1836 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 31,87\% \end{aligned}$$



Lampiran 7. Diagram Alir Cara Kerja Kolom Kromatografi Pasangan Ion



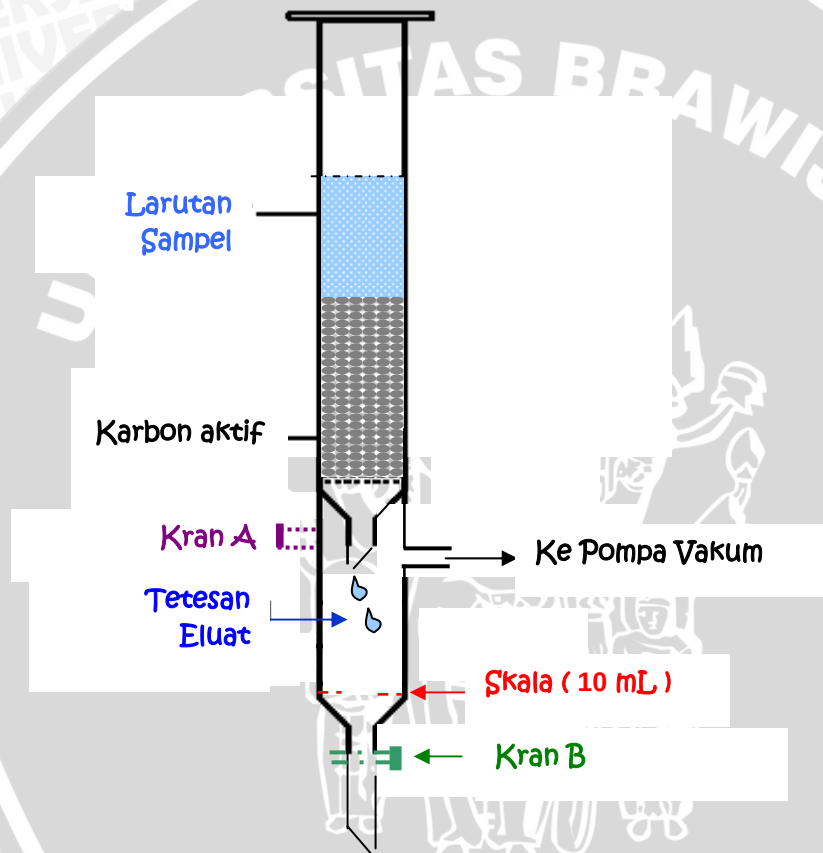
50 mL larutan Tiosianat

- Dialirkan ke dalam kolom berisi karbon aktif yang telah mengadsorpsi sampel (kran A dan kran B tertutup)
- Dielusi dengan mengatur tekanan (laju alir) sampai diperoleh 10 mL eluat (sampai batas skala 10 mL)
- Kran A dibuka untuk mengeluarkan udara dalam kolom
- Kran B dibuka untuk mengeluarkan eluat

Eluat 10 mL sebanyak 5 fraksi

- Diukur absorbansinya dengan SSA

Diketahui jumlah logam yang terdesorpsi



Gambar L.7.1. Kolom Kromatografi Pasangan Ion