PENGARUH KONSENTRASI ELUEN NH_4OH TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA DARI CAMPURANNYA DENGAN TEMBAGA(I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI ION MENGGUNAKAN FASA DIAM KITOSAN

SKRIPSI

oleh :

MIRWA ADIPRAHARA ANGGARANI

0510920040-92

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

MALANG

2009

PENGARUH KONSENTRASI ELUEN NH_4OH TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA DARI CAMPURANNYA DENGAN TEMBAGA(I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI ION MENGGUNAKAN FASA DIAM KITOSAN

SKRIPSI

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

oleh :
MIRWA ADIPRAHARA ANGGARANI
0510920040-92

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
MALANG

2009

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

PENGARUH KONSENTRASI ELUEN NH_4OH TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA DARI CAMPURANNYA DENGAN TEMBAGA(I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI ION MENGGUNAKAN FASA DIAM KITOSAN

oleh :

MIRWA ADIPRAHARA ANGGARANI
0510920040-92

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	**Ulfa Andayani, S.Si., M.Si**
NIP. 131 960 438	**NIP. 131 125 720**

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS
NIP. 131 653 134

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Mirwa Adiprahara Anggarani
NIM : 0510920040-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

" Pengaruh Konsentrasi Eluen NH_4OH Terhadap *Recovery* Emas(I) Sianida dari Campurannya dengan Tembaga(I) Sianida Secara Kromatografi Ion Menggunakan Fasa Diam Kitosan"

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, 2009
Yang menyatakan,

(Mirwa Adiprahara Anggarani)
NIM. 0510920040-92

PENGARUH KONSENTRASI ELUEN NH_4OH TERHADAP *RECOVERY* EMAS(I) SIANIDA DARI CAMPURANNYA DENGAN TEMBAGA(I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI ION MENGGUNAKAN FASA DIAM KITOSAN

ABSTRAK

Kitosan adalah suatu biopolimer yang mempunyai gugus amina ($-\ddot{N}H_2$) yang dapat bermuatan positif ($-NH_3^+$) pada suasana asam sehingga dapat digunakan sebagai penukar ion pada proses *recovery* emas(I) sianida. Dalam suasana asam, baik $Au(CN)_2^-$ maupun $Cu(CN)_2^-$ dapat terikat secara elektrostatik pada kitosan, kemudian elusi dilakukan dengan meningkatkan pH eluen. Pada penelitian ini dipelajari pengaruh konsentrasi NH_4OH sebagai eluen terhadap *recovery* emas(I) sianida dari campurannya dengan tembaga(I) sianida. Pada penelitian ini, pH fasa diam diatur pada pH 2,7 menggunakan H_2SO_4 10^{-3} M. Konsentrasi NH_4OH yang dipelajari adalah 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M. Hasil penelitian menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi NH_4OH menurunkan *recovery* $Au(CN)_2^-$. *Recovery* $Au(CN)_2^-$ maksimum diperoleh pada konsentrasi NH_4OH 0,2M dengan nilai *recovery* emas(I) sianida 15,72% dan kandungan tembaga(I) sianida yang terendah yaitu 1,54 kali emas(I) sianida.

THE INFLUENCE OF CONCENTRATION NH_4OH ELUENTS TO RECOVER GOLD(I) CYANIDE FROM A MIXTURE WITH COPPER(I) CYANIDE BY ION CHROMATOGRAPHY USING CHITOSAN AS A STATIONARY PHASE

ABSTRACT

Chitosan is a biopolymer which have amine group ($-\ddot{N}H_2$). Amine group ($-\ddot{N}H_2$) has a positive charge ($-NH_3^+$) at acid condition, so it can be used as ion exchanger at gold(I) cyanide recovery. In acid condition, both $Au(CN)_2^-$ and $Cu(CN)_2^-$ can be bound at chitosan electrostatically, then elution created by increasing pH of eluents. The influence of concentration NH_4OH as eluent to recover gold(I) cyanide from a mixture of copper(I) cyanide was studied. A solution of 10^{-3} M H_2SO_4 was used to arrange the pH of stationary phases at 2.7. Concentration of NH_4OH that is studied are 0.05M; 0.1M; 0.2M; dan 1M. The result of this study showed that the increasing of NH_4OH concentration decrease $Au(CN)_2^-$ recovery. The maximum $Au(CN)_2^-$ recovery is obtained on 0.2M, with 15.72% recovery of gold(I) cyanide and the lowest content of copper(I) cyanide is 1.54 times higher than gold(I) cyanide.

KATA PENGANTAR

Segala puji hanyalah milik Allah Subhana Wa Ta'ala yang rahmat-Nya mencakup segalanya, yang atas ridho dan kehendak-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul "Pengaruh Konsentrasi Eluen NH_4OH Terhadap *Recovery* Emas(I) Sianida Dari Campurannya Dengan Tembaga(I) Sianida Secara Kromatografi Ion Menggunakan Fasa Diam Kitosan". Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains dalam bidang kimia di Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.

Dalam penulisan skripsi ini penulis telah banyak mendapat bantuan dan pengarahan dari berbagai pihak sehingga pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih 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. Ulfa Andayani, SSi., MSi. selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir.
4. Dra. Anna Roosdiana, M.App. Sc. selaku Dosen Penasehat Akademik atas nasehat dan perhatiannya selama melaksanakan studi.
5. Kedua orang tua yang selalu mengiringi penulis dengan doa, perhatian dan kasih sayang serta dukungan hingga terselesainya tugas akhir ini.
6. Semua teman-teman di Jurusan Kimia Angkatan 2005 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, Januari 2009
Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL ..... **i**
HALAMAN PENGESAHAN ..... **ii**
HALAMAN 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**

1.1. Latar Belakang 1
1.2. Perumusan Masalah 2
1.3. Batasan Masalah 2
1.4. Tujuan Penelitian 3
1.5. Manfaat Penelitian 3

BAB II. TINJAUAN PUSTAKA **4**

2.1. Kromatografi Secara Umum 4
2.2. Kromatografi Ion 6
2.2.1. Fasa Diam 8
2.2.2. Fasa Gerak 10
2.2.3. Konduktometer sebagai Detektor 11
2.3. Kitosan Sebagai Penukar Ion 12
2.4. *Recovery* $Au(CN)_2^-$ 15
2.5. Hipotesis 16

BAB III. METODE PENELITIAN **18**

3.1. Tempat dan Waktu Penelitian 18
3.2. Bahan Penelitian 18
3.2.1. Bahan yang Digunakan 18
3.2.2. Bahan Kimia 18

3.3. Alat Penelitian 18
3.4. Tahapan Penelitian 18
3.5. Cara Kerja Penelitian 19
3.5.1. Pembuatan Larutan Sampel Tembaga (I) 19
3.5.2. Pembuatan Larutan Sampel Emas(I) 19
3.5.3. Pembuatan Fasa Diam Butiran Kitosan 19
3.5.4. Pembuatan Kolom Penukar Anion 19
3.5.5. Pengaruh Konsentrasi NH_4OH terhadap *Recovery* Emas(I) dalam Campurannya dengan Tembaga(I) Sianida 20
3.5.5.1. Pembuatan Larutan Campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Au(CN)_2^-$ 25 ppm 20
3.5.5.2 Penentuan kpasitas tukar spesifik kitosan 20
3.5.5.3 Pengaruh Konsentrasi NH_4OH terhadap Retensi $Au(CN)_2^-$. 20
3.5.6. *Recovery* Emas (I) Sianida 21
3.6. Analisis Data 21
3.6.1 Penentuan kapasitas tukar spesifik fasa diam 21
3.6.2. Perhitungan *Recovery* (%) 22

BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN 23
4.1. Pembuatan Fasa Diam Kitosan 23
4.2. Pengaruh Konsentrasi NH_4OH Terhadap Volume Retensi 23
4.3. *Recovery* $Au(CN)_2$ dan $Cu(CN)_2^-$ 26

BAB V. KESIMPULAN 28
5.1. Kesimpulan 28
5.2. Saran 28

DAFTAR PUSTAKA 29

LAMPIRAN 33

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1. Struktur sulfopropil 9
Gambar 2.2. Struktur karboksimetil 9
Gambar 2.3. Struktur dietilaminoetil 9
Gambar 2.4. Struktur *p*-Aminobenzil..... 10
Gambar 2.5. Struktur Kitosan 13
Gambar 2.6. Proses pembentukan ikatan silang pada butiran kitosan 13
Gambar 4.1. Kromatogram campuran emas (I) dan tembaga(I) sianida menggunakan fasa gerak NH_4OH 0,05M; 0,1M; 0,2M dan1M 24
Gambar 4.2. Kompleks khelat Au(I) dengan kitosan..... 26
Gambar L.4.1 Kurva hubungan log [Asam Urat] dengan ΔE_{sel} pada konsentrasi asam urat 5-40 ppm 45
Gambar L.5.1 Grafik persamaan Lineweaver-bulk 47
Gambar L.6.1 Grafik hubungan log [Asam Urat] dengan ΔE_{sel} 49

DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 2.1. Hubungan Antara pH dengan Fraksi gugus $-NH_3^+$ pad kitosan……..... 14

Tabel 3.1 Kisaran volume eluen pada berbagai konsentrasi NH_4OH 21

Tabel 4.1. Nilai V'_R campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH…… 24

Tabel 4.2. *Recovery* Emas(I) dan Tembaga(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH……..... 27

Tabel L.4.1. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,05M…… 41

Tabel L.4.2. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,1M……..... 42

Tabel L.4.3. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,2M……..... 43

Tabel L.4.4. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 1M……..... 45

Tabel L.5.1. Data Absorbansi Emas(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH……... 47

Tabel L.5.2. Data Absorbansi Tembaga(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH..... 47

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

Lampiran 1	Preparasi larutan.	33
Lampiran 2	Perhitungan preparasi larutan	36
Lampiran 3	Diagram alir penelitian	40
Lampiran 4	Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M.	41
Lampiran 5	Data Absorbansi Hasil *Recovery* Emas(I) dan Tembaga(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH	47
Lampiran 6	Contoh perhitungan	48

UNIVERSITAS BRAWIJAYA

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bijih emas mengandung tembaga sebagai logam ikutan. Larutan sianida digunakan sebagai pelarut di dalam pengolahan bijih emas, sehingga terbentuk kompleks emas(I) sianida ($Au(CN)_2^-$) dengan nilai tetapan pembentukan kompleks $Au(CN)_2^-$ $5{,}01.10^{38}$ (Todd, 2007) . Akan tetapi di dalam proses tersebut, tembaga juga akan terbentuk menjadi tembaga(I) sianida ($Cu(CN)_2^-$) dengan nilai tetapan pembentukan kompleks $Cu(CN)_2^-$ 1.10^{24} (Ringbom, 1963). Oleh karena itu, untuk memperoleh emas murni perlu dilakukan pemisahan $Au(CN)_2^-$ dari $Cu(CN)_2^-$. Metode pemisahan emas yang sudah dikembangkan antara lain dengan metode ekstraksi fasa padat sistem alir (Lailatul, 2007), ekstraksi fasa padat sistem batch (Murniawati, 2006), ekstraksi pelarut (Ernawati, 2005) dan kromatografi ion (Ningsih, 2008). Dalam penelitian ini dilakukan *recovery* emas(I) dari campuran emas(I) dan tembaga(I) sianida menggunakan metode kromatografi penukar ion.

Beberapa metode kromatografi penukar ion yang telah dikembangkan dalam proses *recovery* emas antara lain menggunakan resin penukar ion, diantaranya karbon aktif, alumina, dan silika. Senyawa amonium kuartener ($R_3N{:}H^+$) dapat digunakan sebagai fasa diam pada kromatografi ion (Dorfner, 1991). Kitosan merupakan suatu polimer yang memiliki gugus $-NH_2$ yang dapat diubah menjadi $–NH_3^+$ dalam suasana asam. Oleh karena itu kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam pada *recovery* emas secara kromatografi ion. Dari hasil beberapa penelitian diketahui kapasitas tukar spesifik kitosan terhadap $Au(CN)_2^-$ pada suasana netral sebesar $5{,}63.10^{-4}$ mek/g (Ningsih, 2008), sedangkan kapasitas tukar spesifik kitosan terhadap $Cu(CN)_2^-$ sebesar $1{,}60.10^{-4}$ mek/g (Wibowo, 2008). Dalam suasana asam kapasitas tukar spesifik kitosan terhadap $Au(CN)_2^-$ sebesar $6{,}60.10^{-3}$ mek/g (Febriana, 2008). Dengan demikian, pada penelitian ini dilakukan *recovery* emas secara kromatografi ion menggunakan kitosan sebagai fasa diam pada suasana suasana asam.

Gugus amina yang terdapat pada kitosan mempunyai pK_a sebesar 6.5 (Roberts, 1992), sehingga pada pH < 6,5 akan membentuk $–NH_3^+$. Jumlah gugus $–NH_3^+$ yang terbentuk pada pH 4

adalah 99,68%, pada pH 9 adalah 3,2%, dan pada pH 11 adalah 0,01% (Torres, *et al*., 2007). Berdasarkan teori tersebut, agar kitosan dapat mengikat kompleks Au(CN)2- secara maksimum dilakukan pada pH $\leq$ 4. Agar kompleks $Au(CN)_2^-$ terelusi dari kolom, dapat dilakukan dengan cara meningkatkan pH eluen dan atau penukaran ion. Penukaran ion dapat dilakukan dengan menggunakan ion Cl^- atau OH^- .

Mengacu pada uraian di atas, *recovery* emas dengan campuran tembaga dapat dilakukan dengan menggunakan NH_4OH sebagai eluen. Proses penukaran ion dapat terjadi jika gugus amina pada kitosan dalam bentuk $-NH_3^+$ sehingga terjadinya perubahan pH secara drastis harus dihindari. Oleh karena itu pada penelitian ini dipilih NH_4OH yang merupakan basa lemah.

Secara teoritis konsentrasi eluen berpengaruh terhadap harga V'_R dan bentuk puncak kromatogram sehingga secara tidak langsung berpengaruh pada *recovery*. Dengan demikian pada penelitian ini dipelajari pengaruh konsentrasi eluen NH4OH terhadap *recovery* emas(I) dari campurannya dengan tembaga(I) sianida secara kromatografi ion menggunakan fasa diam kitosan.

1.2 Rumusan Masalah

1. Apakah kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam untuk *recovery* $Au(CN)_2^-$ dari campurannya dengan $Cu(CN)_2^-$?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap *recovery* $Au(CN)_2^-$ dari campurannya dengan $Cu(CN)_2^-$?

1.3 Batasan Masalah

1. Fasa diam dibuat dari campuran kitosan 1,5% dalam asam asetat 2% dengan glutaraldehid 0,5%.
2. Sampel yang digunakan berasal dari logam Au dan Cu murni yang dilarutkan dalam kalium sianida melalui proses aerasi.
3. Eluen yang digunakan dalam elusi $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ adalah NH_4OH dengan konsentrasi 0,05M; 0,1M; 0,2M; 1M

1.4 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui potensi kitosan sebagai fasa diam pada *recovery* $Au(CN)_2^-$ dari campurannya dengan $Cu(CN)_2^-$
2. Mempelajari pengaruh konsentrasi NH_4OH sebagai fasa gerak terhadap *recovery* $Au(CN)_2^-$ dari campurannya dengan $Cu(CN)_2^-$

1.5 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat diketahui mekanisme yang terjadi pada proses *recovery* $Au(CN)_2^-$ dari campurannya dengan $Cu(CN)_2^-$.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kromatografi Secara Umum

Kromatografi merupakan metode pemisahan yang didasarkan pada migrasi differensial suatu larutan diantara dua fasa, yaitu fasa diam dan fasa gerak. Mekanisme yang sesungguhnya dari penentuan keteraturan adalah gerakan dan pencaran zona kromatografi. Hal ini diukur sebagai gangguan kontinyu dari kesetimbangan distribusi larutan diantara dua fasa dan penggantian defisiensi secara serentak dengan jalan diffusi. Suatu substansi yang dipisahkan / mengalami proses kromatografi adalah molekul yang berada pada fasa gerak sebagai subyek yang mengalami transport. Kecepatan migrasi dari zona sebanding dengan kemungkinan adanya larutan molekul di dalam fasa gerak. Proses yang terjadi dalam kromatografi adalah transport secara konveksi, diffusi dan kesetimbangan serapan yang digunakan untuk membedakan tetapan distribusi sebagai ukuran kemampuan migrasi differensial dari zona kromatografi (Novak, 1975)

Faktor kapasitas merupakan suatu ukuran kekuatan interaksi suatu komponen dengan fasa diam. Besarnya faktor kapasitas (*K'*) dinyatakan dengan persamaan (2.1) (Skoog *et al.*, 1990; Braithwaite, 1985) :

$$K' = \frac{V'_R}{V_M} = \frac{V_R - V_M}{V_M} = \frac{n_S}{n_M} = \frac{V_S}{V_M} \times K \qquad (2.1)$$

Dimana : K' = faktor kapasitas
V'_R = volume retensi terkoreksi (mL)
V_R = volume retensi (mL)
V_M = volume mati / volume fasa gerak (mL)
V_S = volume fasa diam (mL)
n_S = jumlah mol analit dalam fasa diam (mol)
n_M = jumlah mol analit dalam fasa gerak (mol)
K = koefisien partisi

Waktu retensi (t_R) merupakan waktu yang diperlukan oleh komponen campuran untuk keluar dari kolom. Volume retensi (V_R) merupakan volume fasa gerak yang dibutuhkan untuk mengelusi sampel pada konsentrasi maksimum suatu komponen dari suatu kolom. Volume bebas total (V_O) adalah volume yang ditambahkan dalam sistem dan disebut sebagai volume akhir dari sistem kromatografi. Pada prakteknya V_O menunjukkan waktu retensi pada komponen yang tidak teradsorpsi. Hubungan antara volume retensi (V_R) dan volume bebas total dinyatakan dengan persamaan (2.2) (Sphigun dan Zolotov, 1988) :

$$V'_R = V_R - V_O \qquad (2.2)$$

Resolusi merupakan ukuran untuk menyatakan pemisahan antara puncak-puncak yang berdekatan dalam suatu kromatogram analit. Besarnya pemisahan diantara dua puncak ini merupakan fungsi dari dua parameter. Bertambahnya perbedaan waktu retensi antara puncak-puncak menyebabkan bertambahnya derajat pemisahan dan dikatakan bahwa resolusi berbanding lurus dengan waktu retensi antar puncak. Besarnya pemisahan juga dipengaruhi oleh lebar masing-masing puncak. Jika lebar puncak bertambah maka derajat pemisahan antar puncak (resolusi) akan berkurang. Resolusi antara dua puncak dinyatakan dengan persamaan (2.3) (Shpigun dan Zolotov, 1988) :

$$R_s = \frac{2(t_{R2} - t_{R1})}{W_1 - W_2} \qquad (2.3)$$

Dimana : t_{R1} = waktu retensi komponen satu
t_{R2} = waktu retensi komponen dua
W_1= lebar puncak komponen satu
W_2= lebar puncak komponen dua

Pemisahan yang paling baik diperoleh bila $R_s \geq 1{,}5$. Jika R_s = 1,5 maka kedua zat terlarut itu dapat dikatakan terpisahkan dengan sempurna, hanya akan terjadi 0,3% tumpang tindih dari kedua pita elusi. Jika R_s = 1, pemisahan akan memadai untuk kebanyakan analisis, tumpang tindih kira-kira sebesar 2%. Mengecilnya R_s menjadi kurang dari 1, maka menyebabkan tumpang tindih semakin

besar, kira-kira R_s = 0,75 atau 50% tumpang tindih dan pemisahan menjadi tidak memuaskan (Dofner, 1994).

Secara kuantitatif, analit dapat ditentukan berdasarkan pengukuran tinggi puncak kromatogram. Tinggi puncak kromatogram ditentukan dengan menghubungkan *baseline* dua sisi dari puncak dengan garis lurus yang kemudian dari garis tersebut dibuat garis tegak lurus menuju titik puncak kromatogram. Variabel yang harus dikontrol untuk menghasilkan bentuk kromatogram yang baik adalah temperatur kolom, laju eluen, dan kecepatan pemasukan sampel. Variabel tersebut dapat menyebabkan efek perluasan yang berpengaruh terhadap bentuk dan luas puncak kromatogram. Dengan demikian konsentrasi analit yang mampu diperoleh kembali proporsional dengan luas puncak kromatogram (Skoog *et al*., 1994).

2.2 Kromatografi Ion

Proses pertukaran ion dengan metode kromatografi penukar ion terjadi ketika suatu larutan elektrolit dikontakkan dengan fasa diam penukar ion dan ion-ion aktif pada fasa diam digantikan oleh spesi ion dengan muatan yang sama dari ion analit (Braithwaite, 1985).

Reaksi yang terjadi pada proses pertukaran ion adalah dua arah (bolak-balik) dan stokiometris. Koefisien distribusi dihitung berdasarkan data yang dihasilkan. Pada proses pertukaran ion-ion dengan valensi sama, koefisien selektifitas tidak tergantung pada unit yang digunakan untuk konsentrasi logam dalam fasa diam atau pada fasa gerak. Tetapi hal ini tidak berlaku untuk proses pertukaran ion dengan valensi yang berbeda. Kesetimbangan yang terjadi pada kromatografi penukar ion untuk ion-ion dengan valensi sama dinyatakan dengan persamaan (2.5) (Khopkar, 1990) :

$$A^+ + B_R^+ \rightleftharpoons B^+ + A_R^+ \qquad (2.4)$$

Berdasarkan persamaan (2.4), nilai koefisien selektifitas (K) menunjukkan kecenderungan ion analit ataupun pengelusi dalam fasa diam atau fasa gerak. Besarnya koefisien selektifitas dinyatakan dengan persamaan (2.5) (Shpigun dan Zolotov, 1988) :

$$K=\frac{[A^+]_R[B^+]}{[A^+][B^+]_R}=\frac{[A]_R[B]}{[B_R[A]} \quad (2.5)$$

Nilai koefisien selektifitas (K), dipengaruhi oleh konsentrasi analit dan konsentrasi fasa gerak. Harga K dapat bernilai lebih dari, kurang dari, atau sama dengan satu satuan. Jika nilai K>1, maka ion B^+ mempunyai afinitas yang lebih besar terhadap penukar ion dibandingkan ion A^+. Sebaliknya, jika nilai K<1, maka ion A^+ akan sulit tergantikan oleh fasa gerak B^+ yang ditambahkan karena afinitas ion A^+ lebih kuat pada materi penukar ion dan jika nilai K=1 maka afinitas dari kedua ion tersebut pada penukar ion sama (Sphigun dan Zolotov, 1988).

Perbandingan konsentrasi A dalam fasa diam terhadap fasa gerak ($[A_R]/[A]$) merupakan nilai koefisien distribusi (D_A) ion tersebut. Dengan menggunakan perbandingan tersebut, besarnya koefisien selektifitas (K), dapat dinyatakan sesuai persamaan (2.6) (Sphigun dan Zolotov, 1988):

$$K = D_A \frac{[B]}{[B_R]} \quad (2.6)$$

Jika $[B_R] = Q - [A_R] \approx Q$ dimana Q adalah kapasitas penukar ion dan $[B] \ll C_B$ (C_B adalah konsentrasi fasa gerak) maka besarnya koefisien selektifitas (K), dapat dinyatakan sesuai persamaan (2.7) :

$$K= D_A \frac{C_B}{Q}$$

(2.7)

Persamaan awal untuk menentukan volume retensi terkoreksi ($V_R^{'}$) dinyatakan dengan persamaan (2.8) :

$$V_R^{'}=D_A x V_s \quad (2.8)$$

V_s adalah volume penukar ion. Dari persamaan (2.9) maka volume terkoreksi yang dibutuhkan untuk menggantikan analit secara maksimum dapat dinyatakan sesuai persamaan (2.9) :

$$V_R^{'} = K\frac{Q.V_S}{C_E} \qquad (2.9)$$

C_E adalah konsentrasi eluen. Dari persamaan 2.9 dapat diketahui bahwa konsentrasi eluen berpengaruh terhadap volume retensi sehingga berpengaruh pula terhadap kromatografi ion. Peningkatan volume eluen akan menurunkan volume retensi sehingga solut mudah terelusi karena kurang kuat tertahan pada fasa diam, dan sebaliknya penurunan konsentrasi eluen akan meningkatkan volume retensi sehingga waktu elusi menjadi lebih lama. Hal ini dikarenakan solut tertahan kuat pada fasa diam.

2.2.1 Fasa Diam

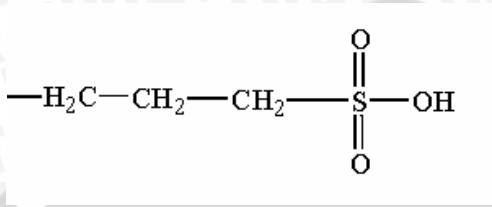
Fasa diam dalam kromatografi ion merupakan suatu polimer yang mempunyai muatan yaitu kation atau anion. Muatan pada fasa diam diperoleh melalui pengaturan pH dengan pelarutnya. Fasa diam diubah menjadi suatu polimer untuk mencegah terlarutnya fasa diam dalam fasa gerak dengan penambahan pereaksi pembentuk ikatan silang (Dorfner, 1991).

Sifat-sifat dari materi penukar ion antara lain adalah mempunyai kelembaban, mempunyai pori dan tingkat *swelling* yang terjadi sebagai akibat tekanan osmotik antara bagian dalam (internal) penukar ion dengan bagian luarnya serta kapasitas pertukaran ion (Dorfner, 1991). Penukar ion harus memiliki area permukaan yang besar, ketahanan kimia yang tinggi, stabilitas dalam suasana asam maupun basa, kerapatan dalam transfer ion (Rouessac dan Rouessac, 2007). Penukar ion juga harus memiliki kapasitas pertukaran ion yang sangat rendah (0,001-0,1 mek/g) serta ukuran penukar ion tidak boleh melebihi 50 μm, karena jika ukurannya lebih dari 50 μm maka efisiensi pemisahan yang tinggi sulit dicapai (Sphigun dan Zolotov, 1988).

Berdasarkan gugus fungsinya, resin penukar ion dapat diklasifikasikan dalam empat golongan yaitu (Dorfner, 1991) :

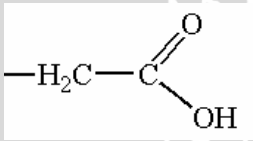
1. Resin penukar kation bersifat asam kuat (mempunyai gugusan $-HSO_3$,).
   Kelompok gugus fungsi sebagai resin penukar kation yang bersifat asam kuat diionisasi dalam kisaran pH yang luas seperti asam sulfonat $-SO_3^- H^+$

Contoh : sulfopropil



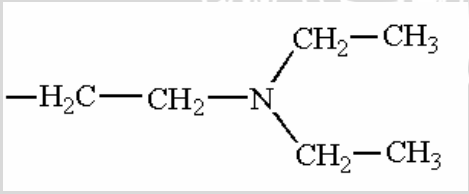
Gambar 2.1. Struktur sulfopropil

2. Resin penukar kation bersifat asam lemah (mempunyai gugusan –COOH).
   Kelompok gugus fungsi sebagai resin yang bersifat asam lemah diionisasi pada pH tertentu yang lebih besar daripada pK_a-nya, misalnya: asam karboksilat $–COO^- H^+$, asam fosfonik $PO_3^- H^+$, asam fosfinik $HPO_2^- H^+$, fenolik $–O^- H^+$, arsonik $–HasO_3^- H^+$ dan selesonik $–SeO_3^- H^+$.
   Contoh: karboksimetil



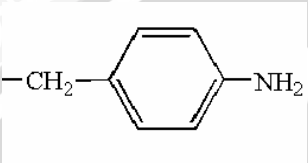
Gambar 2.2. Struktur karboksimetil

3. Resin penukar anion bersifat basa kuat (mempunyai gugusan amina tersier atau kuartener).
   Amina kuartener $–N(CH_3)_3^+ OH^-$ atau $–N(CH_3)_3(EtOH)^+ OH^-$ termasuk ke dalam penukar anion kuat.
   Contoh : dietilaminoetil



Gambar 2.3. Struktur dietilaminoetil

4. Resin penukar anion bersifat basa lemah (mempunyai gugusan -OH).
   Penukar anion lemah seperti Resin-NH_2 (seperti kitosan) membutuhkan pH yang rendah untuk memprotonasi amina menjadi Resin-NH_3^+.
   Contoh *: p*-Aminobenzil



Gambar 2.4. Struktur *p*-Aminobenzil

2.2.2 Fasa Gerak

Fasa gerak/eluen dalam kromatografi penukar ion merupakan larutan buffer organik atau anorganik, yang berfungsi untuk mengontrol selektifitas pertukaran ion. Pemilihan fasa gerak didasarkan pada perbandingan distribusi yang merupakan perbandingan konsentrasi ion analit di dalam fasa diam dan fasa gerak. Pertukaran ion yang baik dihasilkan jika afinitas ion analit di dalam fasa gerak lebih besar dibandingkan dalam fasa diam sehingga meningkatkan interaksi analit terhadap fasa gerak (Day dan Underwood, 2001).

Pemilihan fasa gerak juga didasarkan pada ukuran jari-jari ion dari molekul fasa gerak yang berfungsi sebagai penukar ion. semakin kecil ukuran jari-jari ion pengelusi, maka kemampuan ion tersebut untuk menukar kompleks yang terikat pada fasa diam semakin besar (Sphigun dan Zolotov, 1988). Semakin kecil ukuran ion pengelusi, maka daya polarisasi ion tersebut semakin besar sehingga afinitas ion analit di dalam fasa gerak meningkat (Braithwaite, 1985). Interaksi antara analit dengan fasa gerak tidak menghasilkan endapan sehingga menurunkan jumlah analit yang terelusi.

Tingkat keasaman eluen berpengaruh terhadap proses pemisahan. Konsentrasi eluen yang rendah digunakan jika penukar ion memiliki kapasitas tukar rendah.

Eluen-eluen yang berfungsi sebagai anion pengelusi antara lain NaOH, $Na_2B_4O_7$, Na_2CO_3, dan $NaHCO_3$. Sedangkan eluen yang

berfungsi sebagai kation pengelusi antara lain HNO_3, $AgNO_3$, $BaCl_2$, dan HCl. Eluen dengan kemampuan mengelusi rendah digunakan untuk mengelusi ion yang terikat lemah, contohnya ion logam alkali, sedangkan eluen dengan kemampuan mengelusi yang tinggi diperlukan untuk mengelusi ion yang terikat kuat contohnya ion logam transisi (Sphigun dan Zolotov, 1988).

2.2.3 Konduktometer Sebagai Detektor

Detektor yang digunakan untuk analisis harus memenuhi kriteria sebagai berikut (Sphigun dan Zolotov, 1988) :

1. Sensitivitas yang dihasilkan tinggi, yaitu harus dapat mendeteksi paling tidak 1 ppm analit dalam fasa gerak.
2. Terdapat hubungan linier antara sinyal detektor dengan konsentrasi analit pada kisaran konsentrasi yang rendah.
3. Sinyal yang dihasilkan harus stabil meskipun saat dilakukan pengukuran dengan perubahan laju alir fasa gerak dan temperatur.
4. Detektor memiliki waktu respon yang pendek.

Jenis detektor yang sering digunakan untuk kromatografi ion diantaranya konduktometri, spektrofotometri dan elektrofotometri, serta elektrokimia. Detektor konduktometri merupakan detektor yang umum digunakan dan tidak selektif dibandingkan kedua detektor yang lain karena semua ion yang ada dalam larutan dapat menghantarkan arus listrik (Sphigun dan Zolotov, 1988). Oleh karena itu di dalam kromatografi ion pengukuran dilakukan menggunakan detektor konduktometri. Keuntungan yang lain dari detektor konduktometri adalah kemudahan dalam pengoperasian (Haddad dan Jackson, 1990).

Prinsip detektor konduktometri didasarkan pada pengukuran hantaran arus listrik dari larutan yang diwakili oleh nilai kionduktansi (G). Konduktansi suatu larutan garam KatAn pada konsentrasi C ditentukan sesuai persamaan (2.10) :

$$G_{KatAn} = \frac{C_{KatAn}\left(\lambda_{Kat+}\lambda_{An}\right)}{1000k} \qquad (2.10)$$

Dimana : G_{KatAn} = konduktansi larutan garam KatAn (S)
C_{KatAn} = konsentrasi garam KatAn (eq/L)

λ_{Kat} = konduktivitas ekivalen kation (S cm^2/eq)
λ_{An} = konduktivitas ekivalen anion (S cm^2/eq)
k = konstanta (cm^{-1})

Dalam kromatografi ion, prinsip kenetralan dan ekuivalen pertukaran ion menyatakan bahwa jumlah total ekuivalen kation dan anion adalah sama. Pernyataan tersebut dapat digunakan untuk menentukan persamaan penentuan daya hantar saat elusi anion S^- dengan fasa gerak E^- sesuai persamaan (2.12) (Sphigun dan Zolotov, 1988):

$$G_S^- = \frac{C_E \lambda_E^+ + (C_E - C_S)\lambda_E^- + C_S \lambda_S^-}{1000k} \quad (2.11)$$

Dimana: G_S^- =konduktansi anion S^-
λ_E^+ dan λ_E^- =konduktivitas ekuivalen fasa gerak, kation dan anion (S cm^2/eq)
λ_S^- =konduktivitas ekuivalen anion analit (S cm^2/eq)
C_E dan C_S =konsentrasi fasa gerak dan anion analit (eq/L)

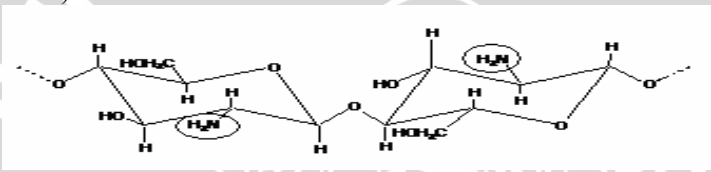
Berdasarkan persamaan (2.11), daya hantar fasa gerak tergantung pada daya hantar ekuivalen ion fasa gerak dan ion analit dan tergantung pada konsentrasi ion-ion tersebut. Nilai konduktivitas yang terukur merupakan suatu jumlah perkalian antara konsentrasi dan konduktivitas.

2.3 Kitosan Sebagai Penukar Ion

Kitosan merupakan salah satu biopolimer yang dapat digunakan sebagai penukar ion. Kitosan (poli (-4)-β-D-glukosamin) adalah turunan dari kitin yang dihasilkan melalui proses deasilitasi basa dari molekul kitin. Kitin dapat diperoleh dari cangkang crustacea, molusca maupun serangga. Keuntungan kitosan antara lain murah, tidak beracun dan dapat didegradasi (Roberts, 1992). Kitosan memiliki gugus amina ($-NH_2$) yang dapat diubah menjadi $-NH_3^+$ dalam suasana asam, sehingga dapat digunakan sebagai penukar anion.

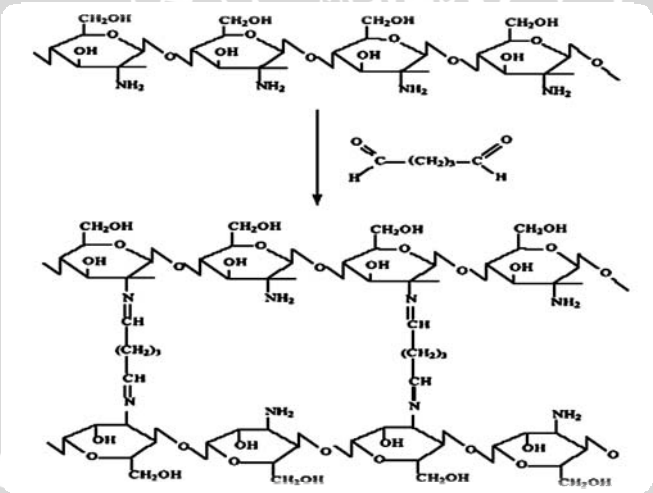
Struktur dari kitosan ditunjukkan pada Gambar 2.5 (Roberts, 1992). Sebagai suatu biopolimer kitosan dapat larut dalam larutan

asam. Sebagai fasa diam pelarutan kitosan dicegah dengan membentuk ikatan silang. (Ruiz, 2002). Pereaksi yang dapat digunakan dalam pembentukan ikatan silang adalah heksametilendiisosianat (Inoue *et al.*, 1993), epiklorohidrin (Ohga *et al.*, 1987), dan glutaraldehid (Yang dan Zall, 1984). Ikatan silang yang terbentuk mengakibatkan pembentukan pori-pori pada kitosan. Butiran-butiran kitosan dihasilkan melalui reaksi yang terjadi antara kitosan dengan glutaraldehid dalam asam asetat, kemudian larutan kitosan diteteskan ke dalam larutan basa sehingga akan terbentuk gumpalan butiran kitosan (Ruiz , 2002). Pembentukan ikatan silang antara kitosan dengan glutaraldehid dalam larutan asetat tersebut akan meningkatkan kapasitas tukar kitosan (Koyama dan Taniguchi, 1986).



Gambar 2.5. Struktur Kitosan

Proses pembentukan ikatan silang pada butiran kitosan ditunjukkan pada Gambar 2.6 (Gonçalves, dkk., 2005).



Gambar 2.6. Proses pembentukan ikatan silang pada butiran kitosan

Gugus $–NH_2$ kitosan dapat berubah muatan tergantung pada kondisi pH. Modifikasi kitosan sebagai penukar ion dilakukan melalui pengubahan gugus $-NH_2$ menjadi $–NH_3^+$ di dalam air dengan suasana sedikit asam pada pK_a 6,5. Pembentukan gugus $–NH_3^+$ terjadi melalui pengaturan pH saat pelarutan kitosan dalam asam asetat. Proses tersebut dapat dijelaskan oleh reaksi berikut (Roberts, 1992):

$$–NH_2 + H_2O \rightleftharpoons –NH_3^+ + OH^- \quad (2.12)$$

$$K_b = \frac{[-NH_3^+][OH^-]}{[-NH_2]} \qquad pK_b = -\log K_b \quad (2.13)$$

$$–NH_3^+ + H_2O \rightleftharpoons –NH_2 + H_3O^+ \quad (2.14)$$

$$K_a = \frac{[-NH_2][H_3O^+]}{[-NH_3^+]} \qquad pK_a = -\log K_a \quad (2.15)$$

Nilai pK_a kitosan sebesar 6,5 (Roberts, 1992) atau berkisar antara 6,3 hingga 7 (Beppu and Santana, 2002). Pada pH kurang dari 6,3 , gugus $–NH_3^+$ yang akan terbentuk akan lebih banyak. Namun sebaliknya pada pH lebih besar dari 7 gugus $–NH_3^+$ yang terbentuk akan lebih sedikit. Hubungan antara pH dengan jumlah gugus amina terprotonasi ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Torres, *et al*, 2007).

Tabel 2.1. Hubungan antara pH dengan fraksi gugus $–NH_3^+$ pada kitosan

pH	Fraksi gugus amina (NH_3^+)
4	0,9968
6	0,7597
7,5	$9{,}10 \times 10^{-2}$
9	$3{,}2 \times 10^{-2}$
11	$1{,}0 \times 10^{-4}$

Modifikasi kitosan dengan cara penambahan karbon aktif dapat meningkatkan kinerja kitosan sebagai fasa diam. Kitosan dapat membentuk ikatan silang dengan adanya glutaraldehid sehingga dapat meningkatkan porositas kitosan. Tidak menutup kemungkinan,

anion yang harusnya terikat pada gugus $-NH_3^+$ terjebak dalam pori-pori tersebut. Penambahan karbon aktif dalam jumlah kecil dapat menutupi sebagian pori-pori kitosan sehingga penjebakan anion dapat dikurangi.

2.4 *Recovery* $Au(CN)_2^-$

Recovery $Au(CN)_2^-$ dapat dilakukan melalui ekstraksi fasa padat sistem alir (Lailatul, 2007) dan kromatografi penukar ion (Ningsih, 2008). *Recovery* $Au(CN)_2^-$ dari campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ menggunakan teknik kromatografi penukar ion didasarkan pada perbedaan kestabilan kompleks $Au(CN)_2^-$ (K_{st}=5,01.10^{38}) dengan $Cu(CN)_2^-$ (K_{st}=1.10^{24}).

Recovery $Au(CN)_2^-$ secara kromatografi penukar ion terjadi melalui dua tahap reaksi sesuai persamaan (2.16) dan (2.17) (Dorfner, 1994).

$$(-R_3N{:}H^+)_2SO_4^{2-} + 2[Au(CN)_2]^- \rightleftharpoons -2R_3N{:}H^+[Au(CN)_2]^- + SO_4^{2} \quad (2.16)$$

$$R_3N{:}H^+[Au(CN)_2]^- + OH^- \rightarrow R_3N{:} + [Au(CN)_2]^- + H_2O \quad (2.17)$$

Pada reaksi 2.17 terjadi pertukaran 1 mol ion SO_4^{2-} dengan 2 mol ion $Au(CN)_2^-$ dalam suasana asam. Sedangkan pada reaksi 2.18 terjadi pertukaran 1 mol ion $Au(CN)_2^-$ dengan 1 mol ion OH^-. Pada proses tersebut akan diperoleh $Au(CN)_2^-$ kembali. Untuk mendapatkan emas kembali, suatu basa, seperti NaOH dialirkan ke dalam kolom penukar anion, sehingga terjadi pelepasan $Au(CN)_2^-$. Hal tersebut disebabkan karena adanya perubahan gugus $R_3N{:}H^+$ menjadi $R_3N{:}$ pada fasa diam.

Mekanisme kerja pada *recovery* $Au(CN)_2^-$ menggunakan kitosan sebagai fasa diam, meliputi dua tahap yaitu retensi dan elusi. Pada tahap retensi gugus $-NH_3^+$ dalam kitosan akan berikatan dengan $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$. Pada tahap elusi terjadi melalui pertukaran ion antara gugus OH^- dengan kompleks $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$. Kemampuan OH^- untuk menukar $Au(CN)_2^-$ berbeda dengan kemampuan untuk menukar $Cu(CN)_2^-$. Kedua ion kompleks tersebut mempunyai kestabilan kompleks yang berbeda sehingga mempunyai afinitas yang berbeda terhadap kitosan. Jumlah OH^- yang dibutuhkan untuk penukaran ion $Au(CN)_2^-$ ekuivalen dengan

jumlah $Au(CN)_2^-$ yang teretensi pada fasa diam. Setiap 1 mol ion $Au(CN)_2^-$ akan berikatan dengan 1 mol gugus $-NH_3^+$.

Mengacu pada persamaaan (2.16) dan (2.17), dapat diperkirakan mekanisme *recovery* $Au(CN)_2^-$ yang mungkin terjadi jika menggunakan kitosan sebagai fasa diam.

$$-NH_2 + H_2SO_4 \rightleftharpoons (-NH_3^+)SO_4^{2-} + H^+ \quad (2.18)$$

$$(-NH_3^+)SO_4^{2-} + [Au(CN)_2 \rightleftharpoons -NH_3^+[Au(CN)_2]^- + SO_4^{2-} \quad (2.19)$$

$$-NH_3^+[Au(CN)_2]^- + OH^- \rightleftharpoons -NH_2 + [Au(CN)_2]^- + H_2O \quad (2.20)$$

Berdasarkan persamaan 2.20, *recovery* $Au(CN)_2^-$ terjadi karena perubahan pH, sehingga terjadi perubahan gugus $-NH_3^+$ menjadi $-NH_2$. *Recovery* emas(I) sebagai kompleks dengan sianida dapat juga terjadi melalui pertukaran ion sesuai dengan prinsip kromatografi ion.

Berdasarkan persamaan (2.9), V'_R menyatakan volume yang diperlukan untuk migrasi analit, mulai masuk hingga keluar dari kolom. Besarnya V'_R dipengaruhi oleh konsentrasi eluen yang digunakan sehingga dapat dinyatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi fasa gerak maka V'_R semakin sedikit (Shpigun dan Zolotov, 1988). Secara kuantitatif, analit dapat ditentukan berdasarkan pengukuran tinggi puncak kromatogram. Tinggi puncak kromatogram dipengaruhi oleh konsentrasi eluen. Oleh karena itu, jumlah *recovery* dapat diatur atau dipelajari melalui pengaruh konsentrasi eluen.

Berdasarkan deskripsi di atas, emas (I) dalam campurannya dengan tembaga (I) sianida dapat diperoleh kembali dengan menggunakan penukar anion berbahan dasar kitosan. Selain itu, dapat dipelajari pengaruh oleh konsentrasi NH_4OH pada *recovery* $Au(CN)_2^-$.

2.5 Hipotesis

Berdasarkan tinjauan teoritis dapat disusun hipotesis antara lain :

1. $Au(CN)_2^-$ dapat diperoleh kembali menggunakan penukar anion berbahan dasar kitosan.

2. *Recovery* $Au(CN)_2^-$ dipengaruhi oleh konsentrasi NH_4OH sebagai eluen. Terdapat konsentrasi NH_4OH optimum untuk menghasilkan *recovery* $Au(CN)_2^-$ maksimum.

BAB III
METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan dimulai dari Maret sampai dengan Mei 2008 di Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya, Malang

3.2 Bahan Penelitian

3.2.1 Bahan yang digunakan

Bahan sampel yang digunakan merupakan padatan kitosan, logam emas (Au), logam tembaga (Cu), dan karbon aktif perdagangan.

3.2.2 Bahan kimia

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini merupakan bahan kimia pro analisis (p.a) yaitu asam asetat 99%, ammonium hidroksida, glutaraldehid 25%, kalium sianida kecuali akuades.

3.3 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : Spektrofotometri serapan atom (SSA) merk Shimadzu tipe AA-6200), konduktometer tipe WPW, pemanas listrik (IKAMAG®RH), , oven, desikator, neraca analitis merk Mettler AE 50, pH-meter merk orion 420,kolom kromatografi, aerator, pengaduk magnetik, kertas saring, kertas lakmus, serta peralatan gelas.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Pembuatan larutan sampel tembaga(I)
2. Pembuatan larutan sampel emas(I)
3. Pembuatan butiran fasa diam kitosan
4. Pembuatan kolom penukar anion

5. Penentuan kapasitas tukar spesifik fasa diam kitosan dan mempelajari pengaruh konsentrasi fasa gerak NH_4OH terhadap *recovery* emas(I) sianida dari campuran emas(I) dan tembaga(I) sianida, serta menentukan konsentrasi NH_4OH optimum.
6. Uji *recovery* emas (I) beserta pencampurnya tembaga (I) pada berbagai konsentrasi NH4OH

3.5 Cara Kerja Penelitian

3.5.1 Pembuatan larutan sampel tembaga (I)

Ditimbang sebanyak 0,5 g logam tembaga, ditambah 250 mL KCN 1M kemudian dialiri udara hingga larut. Larutan tersebut kemudian dipindah dalam labu takar 500 mL secara kuantitatif dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

3.5.2 Pembuatan larutan sampel emas (I)

Ditimbang sebanyak 0,5 g logam emas, ditambah 250 mL KCN 1M kemudian dialiri udara hingga larut. Larutan tersebut kemudian dipindah dalam labu takar 500 mL secara kuantitatif dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas.

3.5.3 Pembuatan butiran fasa diam kitosan

Sebanyak 4,5 g kitosan dilarutkan dalam 300 mL asam asetat 2% dan ditambah 0,2468 g karbon aktif. Kemudian dilakukan pengadukan menggunakan pengaduk magnet selama 24 jam. Larutan kental kitosan diteteskan dalam larutan NaOH 0,1 M teraduk. Butiran-butiran yang terbentuk disaring, kemudian direndam dalam glutaraldehid 0,5%. Selanjutnya, butiran-butiran kitosan yang terbentuk disaring kembali. Butiran hidrogel kitosan dinetralkan menggunakan akuades lalu dikeringkan pada temperatur 40 ºC selama 2 jam.

3.5.4 Pembuatan kolom penukar anion

Sebanyak 30 g butiran kitosan kering dimasukkan dalam gelas kimia berisi akuades kemudian dimasukkan ke dalam kolom sedikit demi sedikit. Kolom harus bebas dari gelembung air. Setelah butiran

kitosan dimasukkan maka bagian atas butiran kitosan diberi *glasswool* untuk menjaga agar rongga yang dihasilkan tidak berubah. Kemudian volume mati (V_o) ditentukan dengan cara dialirkan larutan yang mengisi rongga pada kolom dan ditampung dalam gelas ukur 10 mL. Volume yang diperoleh dinyatakan sebagai volume mati (V_o). Kemudian butiran kitosan di dalam kolom direndam dalam H_2SO_4 sebanyak V_o.

3.5.5 Pengaruh konsentrasi fasa gerak NH_4OH terhadap *recovery* emas (I) sianida dari campuran emas(I) dan tembaga (I) sianida

3.5.5.1 Pembuatan larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm

Larutan kompleks $Au(CN)_2^-$ 100 ppm dan $Cu(CN)_2^-$ 100 ppm dipipet masing-masing sebanyak 62,5 mL ke dalam labu takar 250 mL, kemudian kedua larutan dicampur dan ditambah akuades hingga tanda batas.

3.5.5.2 Penentuan kapasiatas tukar spesifik kitosan

Larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm sebanyak 10 mL dialirkan ke dalam kolom penukar ion dengan laju alir 1 mL/menit. Selanjutnya dilakukan elusi menggunakan larutan NaCl 0,05M. Ditampung 10 mL eluat pada volume eluen 20 mL hingga 30 mL dan dilakukan pengukuran konsentrasi emas(I) dan tembaga(I) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Selanjutnya dari data konsentrasi ditentukan kapasitas tukar spesifik kitosan terhadap emas(I) dan tembaga(I).

3.5.5.3 Pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap retensi $Au(CN)_2^-$

Dilakukan pengaliran 10 mL larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm ke dalam kolom dengan laju alir 1 mL/menit. Selanjutnya kolom dielusi menggunakan NH_4OH konsentrasi 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M. Eluat ditampung dalam botol sampel tiap 3 mL dan dilakukan pengukuran daya hantar menggunakan konduktometer tiap fraksi eluat. Elusi dilakukan hingga diperoleh nilai daya hantar yang sama dengan daya hantar eluen (± fraksi eluat). Dari data tersebut dibuat kurva hubungan volume eluen dengan selisih daya

hantar. Pada elusi menggunakan NH_4OH 0,05M, pengukuran daya hantar dilakukan setiap 5 mL.

3.5.6 *Recovery* emas (I) sianida

Larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm sebanyak 10 mL dialirkan ke dalam kolom dengan laju alir 1 mL/menit. Kemudian kolom dielusi menggunakan NH_4OH konsentrasi 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M. Sebanyak 10 mL eluat ditampung pada kisaran volume eluen yang ditunjukkan pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Kisaran volume eluen pada elusi menggunakan NH_4OH

Konsentrasi NH_4OH (M)	Volume Eluen (mL)
0,05	45-55
0,1	55-65
0,2	65-75
1	75-85

Konsentrasi emas(I) dan tembaga(I) diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom. Kemudian dari data konsentrasi ditentukan nilai *recovery* emas(I) dan tembaga(I) dari tiap konsentrasi NH_4OH.

3.6 Analisis Data

Data yang telah diperoleh dalam penelitian ini selanjutnya akan dianalisis dengan menggunakan metode analisis deskriptif dengan pemaparan data yang ada.

3.6.1 Penentuan kapasitas tukas spesifik fasa diam

Untuk menentukan kapasitas tukar kitosan dilakukan melalui pengolahan data absorbansi kemudian dihitung konsentrasi emas sehingga dapat diketahui mol Au^+ yang teretensi. Kapasitas tukar dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$Kapasitas = \frac{mol\ Au^{+}\ teretensi}{massa\ penukar\ anion}\ x\ 100\%$$

3.6.2 Perhitungan *recovery* (%)

Untuk menentukan *recovery* (R) emas dilakukan melalui pengolahan data absorbansi kemudian dihitung konsentrasi Au^{+} yang dapat diperoleh kembali, sehingga diketahui massa Au^{+} yang terelusi. Persen *recovery* emas dapat dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$\text{Recovery}(\%) = \frac{massa\ Au^{+}\ terelusi}{massa\ Au^{+}\ awal}\ x\ 100\%$$

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pembuatan Fasa Diam Kitosan

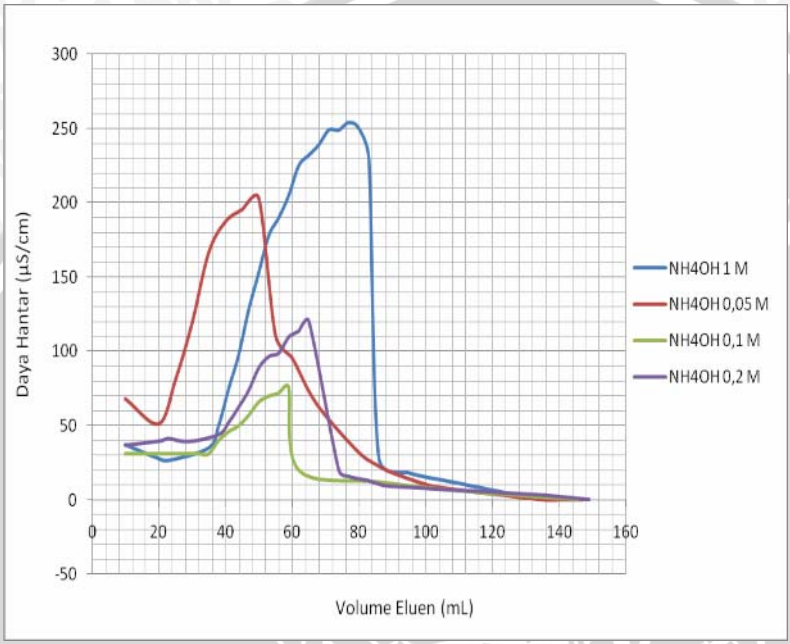
Pada penelitian ini dilakukan *recovery* emas(I) sianida dari campuran emas(I) dan tembaga(I) sianida melalui metode kromatografi ion. Fasa diam yang digunakan adalah kitosan dan eluen yang digunakan adalah NH_4OH. Sesuai dengan metode penelitian sub bab 3.5.3 dihasilkan 90,020 g fasa diam kitosan dari 4,5 g bahan dasar serbuk kitosan.

Pada proses *recovery* $Au(CN)_2^-$ dalam campurannya dengan $Cu(CN)_2^-$ digunakan asam sulfat 10^{-3} M untuk mengubah gugus $-NH_2$ kitosan menjadi gugus aktif $–NH_3^+$. Jumlah gugus $–NH_3^+$ yang terbentuk dipengaruhi oleh pH. Kenaikan pH dapat menurunkan jumlah gugus aktif $–NH_3^+$. Berdasarkan Tabel 2.4.1, agar kitosan dapat mengikat anion $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ lebih banyak diperlukan suatu kondisi asam. Oleh karena itu, agar kitosan mampu mengikat anion $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ lebih banyak / maksimal maka retensi dilakukan pada suasana asam dengan menambahkan H_2SO_4 10^{-3} M pada pH 2,699. Pada kondisi tersebut kapasitas tukar spesifik yang dihasilkan untuk $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ masing-masing sebesar $1{,}5.10^{-3}$ mek/g dan $5{,}1.10^{-3}$ mek/g. Walaupun demikian, pada kondisi tersebut kapasitas tukar spesifik untuk $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ masih rendah. Hal ini disebabkan oleh sifat kitosan yang membentuk butiran hidrogel. Berdasarkan kapasitas tukar kitosan terhadap $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$, dimungkinkan mekanisme yang terlibat pada *recovery* emas(I) adalah adsorpsi atau pembentukan khelat.

4.2 Pengaruh Konsentrasi NH_4OH terhadap Volume Retensi

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap volume retensi maka dilakukan elusi campuran emas(I) dan tembaga(I) sianida menggunakan fasa gerak NH_4OH pada berbagai konsentrasi yang dipelajari. Dari hasil penelitian diperoleh kromatogram pada Gambar 4.1. yaitu kromatogram hubungan antara volume eluen dengan daya hantar eluat pada berbagai konsentrasi NH_4OH. Berdasarkan Gambar 4.1 dapat diketahui hubungan antara

konsentrasi NH_4OH terhadap volume retensi. Dari gambar tersebut dapat ditentukan harga V'_R pada berbagai konsentrasi NH_4OH, yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.



Gambar 4.1. Kromatogram campuran emas(I) dan tembaga(I) sianida menggunakan fasa gerak NH_4OH 0,05M; 0,1M; 0,2M dan 1M.

Tabel 4.1. Nilai V'_R campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ pada berbagai konsentrasi NH_4OH

Konsentrasi NH_4OH (M)	V'_R (mL)
0,05	50
0,1	59
0,2	65
1	77

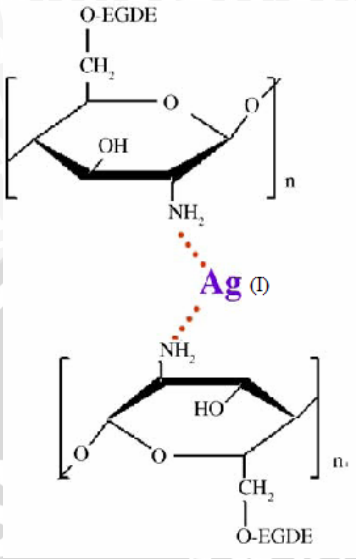
Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui bahwa harga V'_R meningkat sesuai dengan peningkatan konsentrasi NH_4OH. Hasil ini tidak sesuai dengan persamaan 2.10 yang menunjukkan bahwa di dalam kromatografi penukaran ion, V'_R akan menurun pada konsentrasi

fasa gerak yang tinggi. Oleh karena itu, dimungkinkan bahwa mekanisme yang terjadi pada *recovery* emas(I) dari campurannya dengan tembaga(I) sianida bukan penukaran ion, tetapi adsorpsi atau pembentukan kompleks khelat.

Pada proses retensi, gugus $-NH_3^+$ pada kitosan akan berikatan dengan anion kompleks $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ melalui interaksi secara elektrostatik. Pada proses elusi, adanya peningkatan konsentrasi NH_4OH akan meningkatkan pH, sehingga menyebabkan gugus aktif $-NH_3^+$ berubah menjadi $-NH_2$. Dengan demikian $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ akan terlepas dari kitosan. Pelepasan kompleks $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ dari kitosan dipengaruhi oleh interaksi yang terjadi antara $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ dengan kitosan. Interaksi yang terjadi diantaranya disebabkan oleh adsorpsi $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ di dalam pori kitosan yang telah membentuk ikatan silang dengan glutaraldehid. Selain itu, interaksi antara $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ dengan kitosan dapat pula terjadi karena pembentukan khelat.

Adsorpsi $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ disebabkan oleh ikatan hidrogen antara $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ dengan gugus hidroksi pada kitosan dalam pori-pori. Pada peningkatan konsentrasi NH_4OH, $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ yang terjebak ke dalam pori kitosan akan tertahan di dalam pori-pori kitosan. Oleh karena itu, $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ tidak dapat terelusi dan menyebabkan *tailing*.

Pembentukan khelat antara $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ dengan kitosan dimungkinkan seperti yang terjadi antara Ag^+ dengan kitosan (Gambar 4.2). Kompleks khelat antara $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ terjadi jika $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ berikatan dengan gugus $-NH_2$ kitosan. Dalam kondisi tidak ada atau hanya sedikit ion CN^- maka akan terjadi penguraian $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ menjadi ion-ionnya. Hal ini mengakibatkan kesetimbangan reaksi bergeser kearah reaktan. Oleh karena itu dimungkinkan terjadi interaksi antara ion Au^+ maupun Cu^+ dengan gugus $-NH_2$ kitosan. Semakin tinggi konsentrasi NH_4OH maka kompleks Au^+ dan Cu^+ yang berikatan dengan kitosan semakin stabil. Oleh karena itu, V'_R meningkat.



Gambar 4.2. Kompleks khelat Ag(I) dengan kitosan

Pada konsentrasi NH_4OH 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M masing-masing pH elusi adalah 10,98; 11,13; 11,27; dan 11,63. Berdasarkan Tabel 2.1, seluruh gugus $–NH_3^+$ pada kitosan telah berubah menjadi $–NH_2$. Hal ini menunjukkan bahwa pH tidak berpengaruh terhadap *recovery* $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$. Dengan demikian, kemungkinan besar mekanisme yang terjadi pada *recovery* tersebut bukan merupakan proses penukaran ion.

Berdasarkan uraian diatas, dapat disimpulkan bahwa pH eluen tidak berpengaruh terhadap V'_R. Untuk mengetahui jumlah *recovery* Au(I) maupun Cu(I) pada berbagai konsentrasi NH_4OH dilakukan pengukuran menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

4.3 *Recovery* $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$

Bentuk kromatogram pada Gambar 4.1 dapat digunakan sebagai acuan dalam menentukan jumlah volume eluen yang ditampung untuk penentuan *recovery* $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$. Sesuai dengan Tabel 3.1 volume eluen yang ditampung pada pengukuran konsentrasi emas dan tembaga sebanyak 10 mL. *Recovery* emas(I)

dan tembaga(I) pada berbagai konsentrasi NH_4OH ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. *Recovery* Emas(I) dan Tembaga(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH

Konsentrasi NH_4OH (M)	*Recovery* (%)	
	Au	Cu
0,05	29,88	66,24
0,1	28,12	43,60
0,2	15,72	24,20
1	10,56	18,28

Berdasarkan Tabel 4.2, diketahui bahwa peningkatan konsentrasi NH_4OH akan menurunkan *recovery* Au maupun Cu. Hal ini disebabkan oleh peningkatan kestabilan kompleks khelat antara Au^+ dengan kitosan maupun Cu^+ dengan kitosan seperti yang telah dijelaskan diatas.

Pada berbagai konsentrasi NH_4OH *recovery* emas(I) relatif lebih kecil dibandingkan *recovery* tembaga(I). Hal tersebut menunjukkan bahwa ikatan hidrogen antara $Au(CN)_2^-$ dengan kitosan lebih besar daripada $Cu(CN)_2^-$, yang disebabkan oleh kestabilan kompleks $Au(CN)_2^-$ ($K_{st} = 5{,}01.10^{38}$) lebih besar dari $Cu(CN)_2^-$ ($K_{st} = 1.10^{24}$).

Kandungan tembaga(I) pada *recovery* emas(I) menggunakan NH_4OH 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M masing-masing sebesar 2,21; 1,55; 1,54; dan 1,73 kali dari jumlah emas(I). *Recovery* emas(I) menggunakan NH_4OH 0,2M adalah yang terbaik karena kandungan tembaga(I) yang terdapat bersama dengan emas(I) paling kecil, walaupun pada *recovery* tersebut persen *recovery* emas(I) yang dihasilkan kecil.

BAB V
KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam pada *recovery* emas(I) dalam campurannya dengan tembaga(I) sianida secara kromatografi ion dengan NH_4OH sebagai fasa gerak. *Recovery* emas(I) dipengaruhi oleh konsentrasi fasa gerak NH_4OH. Peningkatan konsentrasi NH_4OH menurunkan *recovery* emas. *Recovery* emas terbesar dihasilkan pada konsentrasi NH_4OH 0,05M sebesar 29,88 dengan *recovery* tembaga 66,24%. *Recovery* emas terbaik diperoleh pada konsentrasi NH_4OH 0,2M dengan nilai *recovery* emas sebesar 15,72% dan *recovery* tembaga sebesar 24,20%.

5.2 Saran

Untuk meningkatkan *recovery* emas(I) disarankan agar dilakukan elusi bergradien dan peningkatan temperatur.

DAFTAR PUSTAKA

Beppu, M.M. dan C.C., Santana. 2002. Influence of Calcification Solution on Invitro Chitosan Mineralization. Faculdade de Engenharia Quimica, Brazil, http://www.scielo.br/pdf/mr/v5ni/a08v05nl.htm. tanggal akses: 20 September 2008

Braithwaite, A., 1985. Chromatography Methods. Chapman and Hall, London

Cooney, M.J. 2007. Macroporous Chitosan Scaffolds As a Material for Fabrication of Enzyme Catalyzed Flow Through Electrodes, Hawaii Natural Energy InstituteUniversity of Hawaii Manoa

Day, R.A. dan A.L., Underwood. 1994. Analisis Kimia Kuantitatif, Erlangga. Jakarta

Dean. 1972. Lange's Handbook of Chemistry. Mc Graw Hill. New York

Dorfner. K. 1991. Ion Exchanger, Walter de Gruyter Berlin. New York, 20-21

Ernawati, N. C. 2005. Pengaruh pH dan Konsentrasi Ion Tiosianat Terhadap Efisiensi Ekstraksi Kembali Emas(I) Skripsi Sarjana, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang

Febriana, R. 2008. Pengaruh Jenis Anion Ekstraktan Terhadap *Recovery* Emas(I) Sianida Secara Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Kitosan-Karbon Aktif. Skripsi Sarjana, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang

Gonçalves, V.L., C.M.L. Mauro dan T.F. Valfredo. 2005. Effect of Crosslinking Agents on Chitosan Microspheres in Controlled

Release of Diclofenac Sodium, vol 5, http://www.scielo.br/pdf/po/vl5n1/24188.pdf . tanggal akses: 26 Maret 2008

Guibal, E., A.Larkin, T.Vincent dan J.M. Tobin. 1999. Chitosan Sorbent for Platinum *Recovery* from Dilute Solution. Indust.Eng.Chem.Resrch.

Haddad, P.R. dan P. Jackson. 1990. Ion Chromatography, Journal of Chromatography Library, vol 46, Elsevier Scientific Publishing Company. Amsterdam. 15-23

Hiskey, J.B. 1985. Gold dan Silver Extraction : the Application of Heap-Leaching Cyanidation, Arizona Bureau of Geology and Mineral Technology Field Notes. 15 (4), 1 – 5

Inoue, K., Y. Baba dan K. Yoshizuka. 1993. Adsorption of Metal Ions on Chitosan and Crosslinked Copper (II)-Complexed Chitosan. http://chemistry.lamar.edu/~dorriskl/ Removalof Heavy Metals.pdf. tanggal akses: 1 Mei 2008

Koyama, Y., A. Taniguchi. 1986. Studies on Chitin X. Homogenous Crosslinking of Chitosan for Enhanched Ion Adsorption, http://chemistry.lamar.edu/~dorriskl/ RemovalofHeavy Metals.pdf. tanggal akses: 30 April 2008

Lailatul, N. 2007. Pengaruh Massa Karbon Aktif terhadap Recovery Emas secara Ekstrasksi Fasa Padat Sistem Alir. Skripsi Sarjana, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang

Murniawati, L. 2006. Pengaruh pH Desorpsi dan Konsentrasi Tiosianat terhadap *Recovery* Emas (I) secara Ekstraksi Fasa Padat Menggunakan Karbon Aktif sebagai Adsorben. Skripsi Sarjana, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang

Ningsih, S. 2008. Pengaruh Konsentrasi NH_4OH Sebagai Fasa Gerak Terhadap *Recovery* Emas (I) Sianida Secara Kromatografi

Ion Menggunakan Kitosan Sebagai Fasa Diam, Skripsi Sarjana, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang

Novak, J. dan J. Janak. 1975. Theoretical Aspects of Liquid Chromatography. Elsevier Scientific Publishing Company. New York

Ohga, K., Y. Kurauchi dan H. Yanase. 1987. Adsorption of Cu^{2+} or Hg^{2+} Ion on Resins Prepared by Crosslinking Metal-Complexed Chitosans. http://chemistry.lamar.edu/~dorriskl/RemovalofHeavy Metals.pdf. tanggal akses: 1 Mei 2008

Ringbom, A. 1963. Complexation in Analytical Chemistry, Interscience Publishers, a division of John Wiley and Sons. New York. 310

Roberts, G.A.F. 1992. Chitin Chemistry. Mac-Millan. London. http://www.chemistry.lamar.edu/~dorriskl/RemovalofHeavyMetals.pdf. tanggal akses: 1 Mei 2008

Rouessac, F. dan A. Rouessac. 2007. Chemical Analysis: Modern Instrumentation Methods and Techniques, Second Edition. John Wiley & Sons Ltd. Chichester

Ruiz, M. 2002. Development of Techniques Based on Natural Polymers for The Recovery of Precious Metal. http://chemistry.lamar.edu/dorriskl/RemovalofHeavyMetal.pdf. tanggal akses: 1 Mei 2008

Skoog, D. A., D. M. West dan F. J. Holler. 1994. Analytical Chemistry. Sounders College Publishing. New York. 491; 495-501

Sphigun, O. dan Y. A. Zolotov. 1988. Ion Chromatography in Water Analysis, Editor : Philip J.Cox. John Wiley & Sons. New York. 21-22, 43, 65, 83-85

Todd, A .G. 2007. Gold Electrodeposition for Microelectronic Optoelectronic and Microsystem Application. Herschel Annec Building. University of New Castle. http://ncl.ac.uk.htm. tanggal akses: 7 November 2008

Torres, A. G. 2005. Chelating Sorbent Based On Silica Gel and Their Application In Atomic Spectrometry. Springer. Verlag

Wibowo, S. 2008. Pengaruh Konsentrasi NH_4OH Sebagai Fasa Gerak Terhadap *Recovery* Tembaga (I) Sianida Secara Kromatografi Ion Menggunakan Kitosan Sebagai Fasa Diam. Skripsi Sarjana, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Brawijaya. Malang

Yang, T.C. dan R. R. Zall. 1984. Adsorption of metals by natural Polymers Generated from Sesfood Processing Wastes. http://chemistry.lamar.edu/~dorriskl/RemovalofHeavy Metals.pdf. tanggal akses: 30 April 2008

LAMPIRAN 1. Preparasi Larutan

1.1 Larutan KCN 1 M

Padatan KCN ditimbang sebanyak 16,280 g dalam gelas arloji dan dilarutkan dengan aquades dalam gelas kimia 100 mL serta diencerkan dalam labu takar 250 mL

1.2 Larutan tembaga 1000 ppm

Padatan logam tembaga (Cu) ditimbang sebanyak 0,5 g dilarutkan dengan 150 mL KCN 1M dalam gelas kimia 600 mL. Larutan dialiri udara menggunakan aerator dan diaduk dengan pengaduk magnet hingga larut. Setelah semua padatan larut kemudian ditandabataskan dengan akuades pada labu takar 500 mL.

1.3 Pembuatan larutan tembaga 100 ppm

Dipipet sebanyak 25 mL larutan tembaga 1000 ppm, kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.4 Pembuatan Larutan KCN 0,1 M

Padatan KCN ditimbang sebanyak 1,628 g dalam gelas arloji, kemudian dilarutkan dalam gelas kimia dengan akuades secukupnya. Kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.5 Pembuatan Larutan emas 1000 ppm

Padatan serbuk emas ditimbang sebanyak 0,5 g dan dilarutkan dalam 100 mL KCN 0,1 M pada gelas kimia 250 mL. Larutan dialiri udara menggunakan aerator dan diaduk dengan pengaduk magnet hingga larut. Setelah semua padatan larut kemudian ditandabataskan dengan akuades pada labu takar 500 mL.

1.6 Pembuatan larutan emas 100 ppm

Dipipet sebanyak 25 mL larutan emas 1000 ppm, kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.7 Pembuatan larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm

Dipipet larutan $Au(CN)_2^-$ 100 ppm dan $Cu(CN)_2^-$ 100 ppm masing-masing sebanyak 62,5 mL ke dalam labu takar 250 mL, kemudian kedua larutan dicampur dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

1.8 Pembuatan Larutan emas 25 ppm

Dipipet sebanyak 62,5 mL larutan emas 100 ppm kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.9 Pembuatan Larutan tembaga 25 ppm

Dipipet sebanyak 62,5 mL larutan emas 100 ppm kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.10 Pembuatan Larutan Glutaraldehid 0,5%

Dipipet larutan glutaraldehid 25% sebanyak 2 mL dan diencerkan dengan aquades dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

1.11 Pembuatan Larutan NaOH 0,1 M

Padatan NaOH ditimbang sebanyak 1 g dalam gelas arloji dan dilarutkan dengan akuades dalam gelas kimia 250 mL, kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.12 Pembuatan Larutan NH_4OH 1M

Dipipet sebanyak 15,4 mL larutan NH_4OH 25% kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 100 mL sampai tanda batas.

1.13 Pembuatan Larutan NH_4OH 0,2M

Dipipet sebanyak sebanyak 50 mL larutan NH_4OH 1M kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.14 Pembuatan Larutan NH_4OH 0,1M

Dipipet sebanyak sebanyak 25 mL larutan NH_4OH 1M kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

1.15 Pembuatan Larutan NH_4OH 0,05M

Dipipet sebanyak sebanyak 12,5 mL larutan NH_4OH 1M kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu takar 250 mL sampai tanda batas.

LAMPIRAN 2. Perhitungan Preparasi Larutan

2.1. Larutan KCN 1M

Untuk membuat larutan KCN 1 M sebanyak 250 mL, maka massaKCN yang harus ditimbang adalah :

mol KCN = 1 mol/L x 0,25 L
= 0,25 mol

massa KCN = 0,25 mol x 65,12 g/mol
= 16,2800 g

2.2 Larutan tembaga 1000 ppm

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

massa perak = 1000 mg/L x 0,5 L
= 500 mg
= 0,5 g

2.3 Larutan tembaga 100 ppm

Untuk membuat larutan tembaga 100 ppm sebanyak 250 mL dari larutan tembaga 1000 ppm, maka volume larutan tembaga(I) sianida 1000 ppm yang harus diambil adalah:

$$V = \frac{100\ \mu g/mL \times 250\ mL}{1000\ \mu g/mL} = 25\ mL$$

2.4 Larutan KCN 0,1 M

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

Mol KCN = 0,1 mol/L x 0,25 L
= 0,025 mol

Massa KCN = 0,025 mol x 65,12 g/mol
= 1,628 g

2.5 Larutan emas 1000 ppm

Untuk membuat larutan emas 1000 ppm sebanyak 500 mL, maka massa tembaga yang harus ditimbang adalah:

massa perak = 1000 mg/L x 0,5 L
= 500 mg

2.6 Larutan emas 100 ppm

Untuk membuat larutan tembaga 100 ppm dari larutan tembaga 1000 ppm, maka volume larutan tembaga 1000 ppm yang harus diambil adalah:

$$V = \frac{100\ \mu g/mL \times 250\ mL}{1000\ \mu g/mL} = 25\ mL$$

2.7 Larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm

Untuk membuat larutan campuran $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 25 ppm sebanyak 250 mL dari larutan $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 100 ppm, maka volume masing-masing larutan $Au(CN)_2^-$ dan $Cu(CN)_2^-$ 100 ppm yang harus diambil adalah :

$$V = \frac{25\ \mu g/mL \times 250\ mL}{100\ \mu g/mL} = 62{,}5\ mL$$

2.8 Larutan emas 25 ppm

Untuk membuat larutan emas 25 ppm sebanyak 250 mL dari larutan emas(I) sianida 100 ppm, maka volume larutan emas 100 ppm yang harus diambil adalah:

$$V = \frac{25\ \mu g/mL \times 250\ mL}{100\ \mu g/mL} = 62{,}5\ mL$$

2.9 Larutan tembaga 25 ppm

Untuk membuat larutan tembaga 25 ppm sebanyak 250 mL dari larutan tembaga 100 ppm, maka volume larutan tembaga 100 ppm yang harus diambil adalah:

$$V = \frac{25\,\mu g/mL \; x\, 250\ mL}{100\,\mu g/mL} = 62{,}5 \text{ mL}$$

2.10 Larutan Glutaraldehid 0,5%

Untuk membuat larutan glutaraldehid 0,5% sebanyak 100 mL dari larutan glutaraldehid 25%, maka volume larutan glutaraldehid 25% yang harus diambil adalah :

$$V_{Glutaraldehid} = \frac{0{,}5\% \; x 100\ mL}{25\%} = 2 \text{ mL}$$

2.11 Larutan NaOH 0,1 M

Untuk membuat larutan NaOH 0,1M sebanyak 250 mL, maka banyaknya padatan NaOH yang harus ditimbang adalah :

mol NaOH = 0,1 mol/L x 0,25 L = 0,025 mol

massa NaOH = 0,025 mol x 40 g/mol = 1 g

2.12 Larutan NH_4OH 1M

Untuk membuat karutan NH_4OH 1 M sebanyak 100 mL dari larutan NH_4OH 25%, maka volume NH_4OH 25% yang harus diambil adalah :

$$V_{NH_4OH} = \frac{1\ mmol/mL \; x 100\ mL}{6{,}5\ mmol/mL} = 15{,}4 \text{ mL}$$

2.14 Larutan NH_4OH 0,2M

Untuk membuat karutan NH_4OH 0,2 M sebanyak 250 mL dari larutan NH_4OH 1M, maka volume NH_4OH 1M yang harus diambil adalah :

$$V_{NH_4OH} = \frac{0{,}2\ mmol/mL \; x\, 250\ mL}{1\ mmol/mL} = 50 \text{ mL}$$

2.16 Larutan NH_4OH 0,1M

Untuk membuat karutan NH_4OH 0,1M sebanyak 250 mL dari larutan NH_4OH 1M, maka volume NH_4OH 1M yang harus diambil adalah :

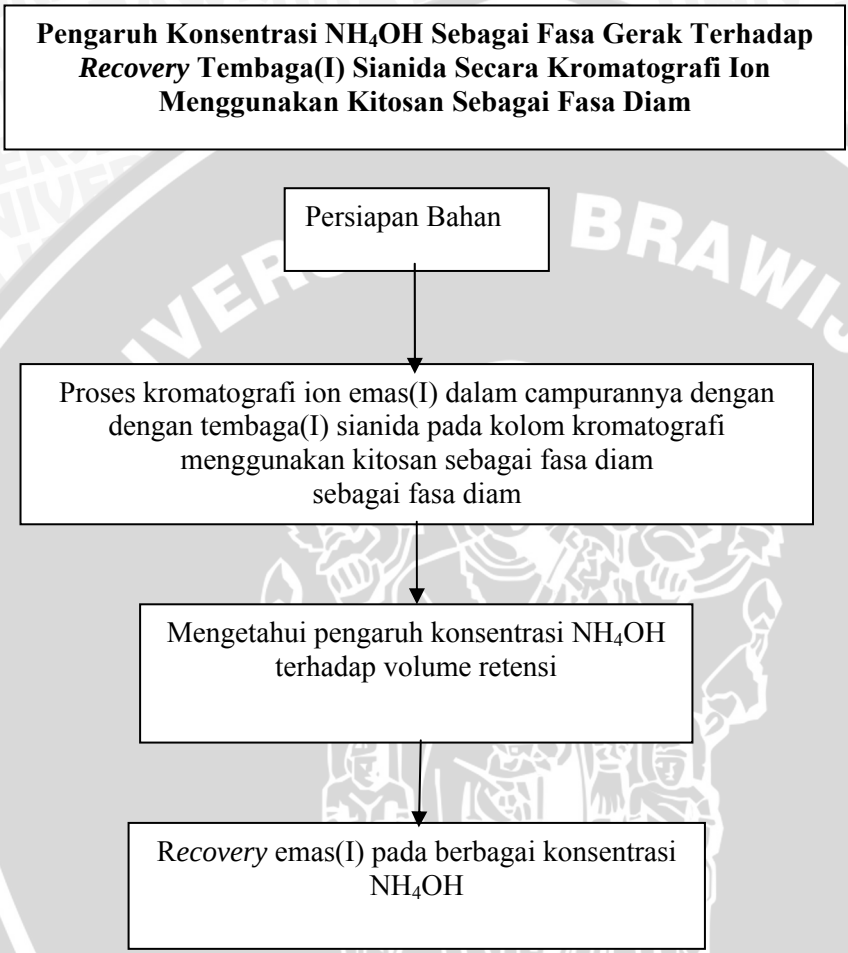
$$V_{NH_4OH} = \frac{0{,}1\ mmol/mL \times 250\ mL}{1\ mmol/mL} = 25\ \text{mL}$$

2.18 Larutan NH_4OH 0,05M

Untuk membuat karutan NH_4OH 0,05M sebanyak 250 mL dari larutan NH_4OH 1M, maka volume NH_4OH 1M yang harus diambil adalah :

$$V_{NH_4OH} = \frac{0{,}05\ mmol/mL \times 250\ mL}{1\ mmol/mL} = 12{,}5\ \text{mL}$$

LAMPIRAN 3. Diagram Alir Penelitian



Lampiran 4. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,05M; 0,1M; 0,2M; dan 1M.

Tabel L.4.1. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,05M

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
1	10	68,0
2	20	51,1
3	25	80,4
4	30	118,8
5	35	166,5
6	40	187,3
7	45	195,5
8	50	203,0
9	55	110,7
10	60	95,5
11	65	73,0
12	70	56,6
13	80	31,7
14	85	23,8
15	90	18,2
16	100	10,3
17	105	8,1
18	110	7,3
19	115	6,0
20	120	4,5
21	125	2,2
22	130	2,0
23	135	0,0
24	140	0,0
25	145	0,0

Tabel L.4.2. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,1M

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
1	10	31
2	20	31
3	23	31
4	26	31
5	29	31
6	32	31
7	35	31
8	38	40
9	41	46
10	44	50
11	47	57
12	50	66
13	53	70
14	56	72
15	59	76
16	62	20
17	65	20
18	68	19
19	71	19
20	74	18
21	77	18
22	80	15
23	83	15
24	86	12
25	89	12
26	92	12
27	95	12
28	98	11
29	101	11

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
30	104	11
31	107	8
32	110	6
33	113	5
34	116	2
35	119	0
36	122	0
37	125	0
38	128	0
39	131	0
40	134	0
41	137	0
42	140	0
43	143	0
44	146	0

Tabel L.4.3. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,2M

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
1	10	36,7
2	20	39,3
3	23	41,1
4	26	41,1
5	29	39,1
6	32	40,1
7	35	42,8
8	38	43,8
9	41	52,0
10	44	62,3

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
11	47	73,5
12	50	88,6
13	53	96,3
14	56	98,6
15	59	109,4
16	62	113,5
17	65	120,1
18	68	70,1
19	71	48,3
20	74	19,8
21	77	15,6
22	80	12,2
23	83	12,7
24	86	10,0
25	89	9,2
26	92	9,2
27	95	9,3
28	98	9,0
29	101	8,4
30	104	8,1
31	107	8,0
32	110	7,4
33	113	6,2
34	116	6,0
35	119	5,3
36	122	4,8
37	125	4,2
38	128	3,7
39	131	3,3
40	134	3,2
41	137	2,4

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
42	140	1,7
43	143	1,2
44	146	0,8
45	149	0,0
46	152	0,0
47	155	0,0

Tabel L.4.4. Data Daya Hantar Hasil Elusi pada Konsentrasi NH_4OH 0,1M

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
1	10	37,0
2	20	27,7
3	23	26,4
4	26	30,0
5	29	30,2
6	32	32,1
7	35	34,8
8	38	49,9
9	41	74,9
10	44	97,5
11	47	127,9
12	50	152,8
13	53	177,8
14	56	189,9
15	59	205,0
16	62	225,0
17	65	232,0
18	68	239,0

Fraksi ke-	Volume Eluen (mL)	Daya Hantar Terkoreksi (µS/cm)
19	71	249,0
20	74	249,0
21	77	254,0
22	80	250,0
23	83	230,0
24	86	28,0
25	89	20,0
26	92	17,2
27	95	18,0
28	98	13,4
29	101	13,1
30	104	12,5
31	107	11,7
32	110	11,0
33	113	10,2
34	116	8,7
35	119	7,3
36	122	6,0
37	125	5,1
38	128	3,9
39	131	2,2
40	134	0,0
41	137	0,0
42	140	0,0

Lampiran 5. Data Absorbansi Hasil Recovery Emas(I) dan Tembaga(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH

Tabel L.5.1 Data Absorbansi Emas(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH

Konsentrasi NH_4OH (M)	Absorbansi (A)	Konsentrasi Au(I) (ppm)
0,05	0,1806	7,4743
0,1	0,17	7,0353
0,2	0,0951	3,9356
1	0,0638	2,6403

Absorbansi terhadap Au dari 25 ppm larutan Au(I) dalam campurannya dengan Cu(I) awal = 0,6041

Tabel L.5.2. Data Absorbansi Tembaga(I) pada Berbagai Konsentrasi NH_4OH

Konsentrasi NH_4OH (M)	Absorbansi (A)	Konsentrasi Cu(I) (ppm)
0,05	0,7151	16,5594
0,1	0,4707	10,9
0,2	0,2612	6,0485
1	0,1974	4,5711

Absorbansi terhadap Cu dari 25 ppm larutan Au(I) dalam campurannya dengan Cu(I) awal = 1,0796

Lampiran 6. Contoh Perhitungan

6.1 Perhitungan Kapasitas Tukar

Mol Au teretensi $= \frac{massaAu\ teretensi}{BMAu}$

$= \frac{8{,}7468\ mg}{196{,}97 mg / mmol}$

$= 0{,}0444$ mmol

Kapasitas Fasa Diam $= \frac{molAu\ teretensi}{massapenukaranion}$

$= \frac{0{,}0444\ mmol}{30 g}$

$= 1{,}4802.10^{-3}$ mmol/g

$= 1{,}4802.\ 10^{-3}$ mek/g

6.2 Perhitungan *Recovery* Emas

Pada konsentrasi NH_4OH 1M

- **Massa Emas(I) total**

  Konsentrasi larutan Au(I) = 25 mg/L

  Volume larutan Au(I) = 10 mL

  Massa Au(I) total = 25 mg/L x 0,01L

  = 0,25 mg

- **Massa Au(I) tertukar**

  - Massa tembaga *recovery* (1)

  Absorbansi standar $[Au^+]$ = 0,6041

  Absorbansi Au(I) *recovery* = 0,0638

  Konsentrasi Au(I) *recovery* $= \frac{Abs\ Au\ recovery}{Abs\ Au\ std} x\ Kons\ Au\ std$

  $= \frac{0{,}0638}{0{,}6041} x\ 25\ mg / L$

  = 2,6403 mg/L

  Massa Au(I) *recovery* = kons. Au(I) (mg/L) x volume(L)

  = 2,6403 mg/L x 0,01 L

$= 0{,}0264\,\text{mg}$

Massa Au(I) tertukar $= 0{,}0264$ mg

- ***Recovery* tembaga(I) (%)**

$$R\,(\%) = \frac{massa\,emas\,(I)\,recovery\,(g)}{massa\,emas\,(I)\,total\,(g)}\,x\,100\%$$

$$= \frac{0{,}0264.10^{-3}\,g}{2{,}5.10^{-4}\,g}\,x\,100\% = 10{,}56\%$$

6.3 Penentuan kadar tembaga(I) dalam emas(I) hasil *recovery*

$$\text{Kadar Cu(I) dalam Au(I) hasil } recovery = \frac{konsentrarsiCu}{konsentrasiAu}$$

- Pada konsentrasi NH_4OH 0,05M

$$\text{Kadar Cu} = \frac{16{,}5594\,ppm}{7{,}4743\,ppm} = 2{,}21$$

Artinya kadar tembaga(I) dalam emas(I) hasil *recovery* adalah 2,21 kali dari jumlah emas(I)

- Pada konsentrasi NH_4OH 0,1M

$$\text{Kadar Cu} = \frac{10{,}9\,ppm}{7{,}0353\,ppm} = 1{,}55$$

Artinya kadar tembaga(I) dalam emas(I) hasil *recovery* adalah 1,55 kali jumlah emas(I)

- Pada konsentrasi NH_4OH 0,2M

$$\text{Kadar Cu} = \frac{6{,}0485\,ppm}{3{,}9356\,ppm} = 1{,}54$$

Artinya kadar tembaga(I) dalam emas(I) hasil *recovery* adalah 1,54 kali jumlah emas(I)

- Pada konsentrasi NH_4OH 1M

  Kadar Cu = $\frac{4{,}5711\,ppm}{2{,}6403\,ppm}$ = 1,73

  Artinya kadar tembaga(I) dalam emas(I) hasil *recovery* adalah 1,54 kali jumlah emas(I)