

**RECOVERY EMAS (I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI
ION MENGGUNAKAN KITOSAN SEBAGAI FASA DIAM**

SKRIPSI

oleh:
SUSIATI NINGSIH
0410920057-92



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

vii

**RECOVERY EMAS (I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI
ION MENGGUNAKAN KITOSAN SEBAGAI FASA DIAM**

SKRIPSI

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

oleh:
SUSIATI NINGSIH
0410920057-92



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

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

**RECOVERY EMAS (I) SIANIDA SECARA KROMATOGRAFI
ION MENGGUNAKAN KITOSAN SEBAGAI FASA DIAM**

oleh :

SUSIATI NINGSIH
0410920057-92

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

Dr. Hermin Sulistyarti
NIP. 131 759 832

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

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

LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini :

Nama : Susiati Ningsih
NIM : 0410920057-92
Jurusan : Kimia
Penulis skripsi berjudul :

**” Recovery Emas (I) Sianida Secara Kromatografi Ion
Menggunakan Kitosan Sebagai Fasa Diam ”**

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, Juli 2008
Yang menyatakan,

(Susiati Ningsih)
NIM. 0410920057-92

Recovery Emas (I) Sianida Secara Kromatografi Ion Menggunakan Kitosan Sebagai Fasa Diam

ABSTRAK

Kitosan dapat digunakan sebagai materi penukar anion untuk *recovery* emas (I) sianida karena kitosan mempunyai gugus $\sim\text{NH}_2$ yang dapat diubah menjadi gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$ dalam suasana asam. Emas (I) sianida yang bermuatan negatif akan diikat oleh gugus aktif kitosan $\sim\text{NH}_3^+$. Emas (I) sianida dapat diperoleh kembali melalui elusi menggunakan larutan amonium hidroksida (NH_4OH) pada berbagai konsentrasi yaitu 0,005; 0,01; dan 0,02 M. Pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap *recovery* emas (I) dipelajari berdasarkan luas puncak kromatogram (A) yang sebanding dengan konsentrasi emas terelusi. Berdasarkan kromatogram diketahui bahwa konsentrasi optimum NH_4OH diperoleh pada 0,02 M yang selanjutnya digunakan untuk uji *recovery* emas (I) sianida. Nilai *recovery* emas (I) dipengaruhi oleh konsentrasi emas (I) sianida. Jumlah emas (I) sianida yang teretensi meningkat dengan meningkatnya konsentrasi emas (I) sianida sedangkan nilai % *recovery* menurun. Berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa *recovery* maksimum dihasilkan pada 0,5 ppm emas (I) sianida, sebesar 15,25 %.



The Recovery of Gold (I) Cyanide By Ion Chromatography Using Chitosan As Stationary Phase

ABSTRACT

Chitosan was used as anion exchanger for gold (I) cyanide recovery because it contains $\sim\text{NH}_2$ groups that can be activated to form $\sim\text{NH}_3^+$ in acid condition ($\text{pH} < \text{pK}_a$). The negativ complex gold (I) cyanide was bounded by activated groups of chitosan $\sim\text{NH}_3^+$. The gold (I) cyanide was then recovered by eluting with ammonium hydroxide (NH_4OH) in various concentrations (0.005; 0.01; and 0.02 M). The effect of NH_4OH concentration towards gold (I) recovery was studied based on chromatogram peak area (A) that is proportional with the eluted gold (I) cyanide concentration. The chromatogram showed that the optimum concentration of NH_4OH was obtained at 0,05 M and this concentration was used to examine gold (I) recovery. Based on the results, the value of gold (I) recovery was depended on the gold (I) cyanide concentration. Although the amount of gold (I) cyanide retained increased by increasing the gold (I) cyanide concentration, the value of % recovery decreased. The result of this research showed that the maximum recovery of 15.25 % was obtained at 0.5 ppm gold (I) cyanide.

KATA PENGANTAR

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

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

1. Dr. Ani Mulyasuryani, MS. selaku Dosen Pembimbing I, atas segala pengarahan, perhatian, tenaga, pikiran, kesabaran dan segala sesuatu yang telah diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
2. Dr. Hermin Sulistyarti selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan kesabaran yang diberikan selama penyusunan tugas akhir ini.
3. Bapak ibu Dosen penguji, atas segala masukan dan saran yang diberikan untuk perbaikan naskah tugas akhir.
4. Ir. Uswatun Khasanah Msi. 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 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, Juli 2008

Penulis

DAFTAR ISI

Halaman

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iii
ABSTRAK	iv
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I PENDAHULUAN	
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	
2.1 Kromatografi Penukaran Ion.....	4
2.2 Detektor	10
2.2 Kitosan Sebagai Penukar Anion.....	13
2.3 <i>Recovery</i> Emas (I) Sianida.....	14
2.4 Hipotesis.....	15
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	16
3.2 Bahan dan Alat Penelitian.....	16
3.2.1 Bahan Penelitian.....	16
3.2.2 Alat Penelitian.....	16
3.3 Tahapan Penelitian.....	16
3.4 Cara Kerja Penelitian.....	17
3.4.1 Pembuatan Larutan Sampel Biji Emas.....	17
3.4.2 Pembuatan Fasa Diam Berbahan kitosan.....	17
3.4.3 Penentuan Kapasitas Tukar Spesifik Butiran Kitosan.....	17

3.4.4 Preparasi Kolom	18
3.4.5 Optimasi Konsentrasi Fasa Gerak NH_4OH	18
3.4.6 Uji <i>Recovery</i> Emas (I) Sianida.....	18
3.5 Analisis Data.....	18
3.5.1 Perhitungan Persamaan Regresi Linier.....	18
3.5.2 Perhitungan % <i>Recovery</i> Emas (I) Sianida.....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pengaruh Konsentrasi Fasa Gerak NH_4OH	20
4.2 Uji <i>Recovery</i> Emas(I)Sianida.....	25
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	27
5.2 Saran.....	27
DAFTAR PUSTAKA	28
LAMPIRAN	31



DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1	Skema Pertukaran Ion Dalam Sistem Kromatografi Penukar Ion.....	4
Gambar 2.2	Kromatogram Untuk Campuran Yang Mengandung Analit a dan b (Konsentrasi Analit Sebagai Fungsi Volume Fasa Gerak).....	8
Gambar 2.3	Kromatogram Untuk Campuran Yang Mengandung Analit a dan b (Signal Pengukuran Analit Sebagai Fungsi Waktu)	9
Gambar 2.4	Bentuk Puncak Kromatogram Dari Tiap Isotermis Pertukaran Ion.....	10
Gambar 2.5	Distribusi Gauss.....	11
Gambar 2.6	Struktur Kitosan.....	13
Gambar 2.7	Butiran Kitosan (a) Butiran Utuh, (b) Butiran Diiris, dan (c) Stuktur Pori Dalam Butiran Kitosan.....	14
Gambar 4.1	Kurva Hubungan Daya Hantar Terhadap Volume Elusi.....	21
Gambar 4.2	Persen <i>Recovery</i> Emas.....	23
Gambar 4.3	Kurva Hubungan Volume Elusi Terhadap Konsentrasi Emas (I) Sianida.....	24
Gambar L.5	Kolom Kromatografi	41
Gambar L.6	Kurva Baku Hubungan Absorbansi dan Konsentrasi Emas (I)	42
Gambar L.9.1	Luas Puncak Kromatogram Untuk [NH ₄ OH] 0,005 M.....	48
Gambar L.9.2	Luas Puncak Kromatogram Untuk [NH ₄ OH] 0,01 M.....	49
Gambar L.9.3	Luas Puncak Kromatogram Untuk [NH ₄ OH] 0,02 M.....	50
Gambar L.10.1	Faktor Asimetri T Untuk [NH ₄ OH] 0,005 M.....	51
Gambar L.10.2	Faktor Asimetri T Untuk [NH ₄ OH] 0,005 M.....	52

Gambar L.10.3 Faktor Asimetri T Untuk $[\text{NH}_4\text{OH}]$

0,005 M.....53

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1	Luas puncak kromatogram pada berbagai konsentrasi NH_4OH22
Tabel 4.2	Data Uji <i>Recovery</i> Emas (I) Pada Berbagai Konsentrasi.....25
Tabel 4.3	Perbandingan Jumlah Mol Emas (I) Teretensi Terhadap Jumlah Mol Ion OH^-26
Tabel L.6	Data Perhitungan Persamaan Regresi dan Koefisien Koefisien Korelasi Kurva Baku.....42
Tabel L.7.1	Data Daya Hantar Hasil Elusi Pada Konsentrasi NH_4OH 0,005 M.... 43
Tabel L.7.2	Data Daya Hantar Hasil Elusi Pada Konsentrasi NH_4OH 0,01 M.....43
Tabel L.7.3	Data Daya Hantar Hasil Elusi Pada Konsentrasi NH_4OH 0,02 M.....44
Tabel L.7.4	Data <i>Recovery</i> (%) Dari Pengukuran Daya Hantar.....44
Tabel L.7.5	Data Absorbansi Emas Dengan Konsentrasi NH_4OH 0,02M.....44
Tabel L.7.6	Data Uji <i>Recovery</i> (%) Emas (I) Pada Berbagai Konsentrasi.....45
Tabel L.7.7	Data <i>Recovery</i> (%) Emas (I).....45

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran		Halaman
Lampiran 1	Preparasi Larutan.....	31
Lampiran 2	Perhitungan Preparasi Larutan.....	33
Lampiran 3	Diagram Alir Penelitian.....	35
Lampiran 4	Diagram Kerja Percobaan.....	36
Lampiran 5	Gambar Kolom Kromatografi.....	41
Lampiran 6	Perhitungan Persamaan Regresi dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Emas.....	42
Lampiran 7	Data Hasil Penelitian.....	43
Lampiran 8	Contoh Perhitungan.....	46
Lampiran 9	Penentuan Luas Puncak Kromatogram Dari Pengukuran Daya Hantar.....	48
Lampiran 10	Penentuan Harga Faktor Asimetri (T) Dari Tiap Bentuk Kromatogram.....	51



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Emas merupakan logam yang tersebar luas di alam, baik dalam keadaan bebas maupun dalam bentuk senyawaan. Emas selain ditemukan dalam bijihnya, juga ditemukan dalam mineral *sylvanite* (AuAgTe_4), *petzite* (Ag_3AuTe_2), dan dalam biji tembaga (Townshend, 1995). Dalam 1 ton bijih emas terdapat Au 0,35%, Ag 1,4%, Cu 0,09%, Zn 0,03%, Pb 0,01%, dan Mn 0,01% (Groudev, dkk., 2003). Metode pelarutan emas yang paling banyak digunakan sampai saat ini adalah pelarutan menggunakan sianida (CN^-). Emas dapat larut dalam sianida karena ion sianida dan ion emas dapat membentuk kompleks $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ dengan kestabilan tinggi ($K_{\text{st}} = 2.10^{38}$) (Shibata dan Shigeno, 1999).

Metode *recovery* emas telah banyak dikembangkan, salah satunya yaitu *recovery* emas secara kromatografi penukar ion menggunakan larutan campuran natrium hidroksida dan natrium sianida sebagai fasa gerak. Ion kompleks emas (I) sianida yang bermuatan negatif dilewatkan dalam kolom penukar anion dengan laju alir 0,25 mL/menit. Pengukuran kadar emas (I) sianida menggunakan serapan UV pada panjang gelombang 215 nm. Metode ini menggunakan peralatan yang disebut Dionex ICS-2500 IC *system* dan menghasilkan persen *recovery* yang tinggi. Berdasarkan penelitian dari air permukaan tanah diperoleh persen *recovery* emas (I) sianida sebesar 82,4 % (Dionex, 2004).

Penukar anion merupakan suatu polimer yang mempunyai beberapa sifat yaitu adanya gugus fungsi, ukuran pori, tingkat *swelling*, dan kapasitas tukar spesifik (Dorfner, 1991). Berdasarkan pada sifat penukar anion tersebut maka pada penelitian ini dilakukan pemanfaatan kitosan sebagai fasa diam. Kitosan sebagai materi penukar ion merupakan alternatif pengganti materi penukar ion yang biasa digunakan selama ini. Kitosan mampu diuraikan oleh alam, aman, dan harganya murah (Gu, dkk., 2001).

Kitosan dengan $\text{pK}_a = 6,5$ mempunyai gugus $\sim\text{NH}_2$ yang dapat diubah menjadi $\sim\text{NH}_3^+$ dalam suasana asam. Pada $\text{pH} < \text{pK}_a$ gugus $\sim\text{NH}_2$ akan lebih banyak membentuk $\sim\text{NH}_3^+$ (kepadatan muatan besar) dan sebaliknya pada $\text{pH} > \text{pK}_a$ lebih mudah

membentuk $\sim\text{NH}_2$ (tetap dalam bentuk awalnya). Agar kitosan dapat berfungsi sebagai penukar anion maka gugus $\sim\text{NH}_2$ harus diubah menjadi $\sim\text{NH}_3^+$ yaitu dengan penambahan asam asetat ke dalam kitosan. Kitosan larut dalam asam asetat karena adanya protonasi dari gugus amino bebas (Robert, 1992). Selanjutnya kitosan dimodifikasi lebih lanjut menjadi butiran hidrogel (kitosan *beads*) dengan penambahan pereaksi pembentuk ikatan silang, salah satunya ialah glutaraldehid agar kitosan *beads* tidak mudah pecah (Adriano, 2005; Goncalves,dkk., 2005; Olievera,dkk., 2005; dan Sci, 2005).

Berdasarkan uraian tersebut di atas maka kitosan dapat dimanfaatkan sebagai fasa diam untuk *recovery* emas (I) sianida. Emas (I) sianida yang bermuatan negatif akan terikat pada gugus aktif butiran kitosan $\sim\text{NH}_3^+$. Setiap mol $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ dapat terikat pada setiap mol gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$. Emas (I) sianida yang terikat pada gugus aktif kitosan kemudian dielusi menggunakan ion lain yang bermuatan sama, salah satunya yaitu ion OH^- . Setiap mol $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ dipertukarkan dengan 1 mol OH^- . Sumber OH^- yang digunakan pada penelitian ini berasal dari basa lemah amonium hidroksida (NH_4OH) bukan basa kuat seperti KOH atau NaOH . Hal ini bertujuan untuk menjaga agar pH kitosan tidak mengalami perubahan secara drastis sehingga gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$ pada kitosan *beads* tidak banyak mengalami perubahan. Secara teoritis, peningkatan konsentrasi fasa gerak (NH_4OH) dapat meningkatkan *recovery* emas (I) sianida. Hal ini disebabkan karena peningkatan konsentrasi NH_4OH akan meningkatkan jumlah ion OH^- yang mampu menukar ion kompleks $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$. Oleh karena itu pada penelitian ini perlu dipelajari pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap hasil *recovery* ion kompleks emas (I) sianida.

1.2 RUMUSAN MASALAH

1. Apakah kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam untuk *recovery* emas (I) sianida?
2. Bagaimana pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap *recovery* emas (I) sianida?

1.3 BATASAN MASALAH

1. Fasa diam dibuat dari kitosan dengan kadar 1,5 % dengan penambahan karbon aktif 5 % dan glutaraldehid 0,5 %

2. Larutan emas (I) sianida disiapkan dari logam emas murni
3. Fasa gerak yang digunakan adalah NH_4OH dengan konsentrasi 0,005 M; 0,01 M; dan 0,02 M

1.4 TUJUAN

1. Menentukan kemampuan kitosan sebagai fasa diam dalam *recovery* emas (I) sianida
2. Menentukan pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap *recovery* emas (I) sianida

1.5 MANFAAT

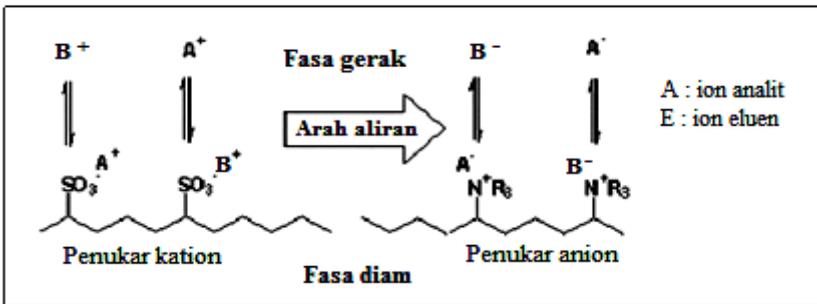
1. Mengetahui potensi kitosan sebagai fasa diam yang dapat diaplikasikan untuk proses *recovery* emas (I) sianida
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap *recovery* emas (I) sianida



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kromatografi Penukaran Ion

Kromatografi merupakan sistem pemisahan dinamis suatu campuran yang melibatkan dua komponen pendukung yaitu fasa diam dan fasa gerak (Weiss, 2004). Fasa gerak berupa fasa gas atau cairan 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 (misalnya: muatan dan ukuran molekul) dan afinitas fasa diam. Perbedaan interaksi tersebut menyebabkan terjadi perbedaan migrasi masing-masing komponen yang terdistribusi diantara fasa diam dan fasa gerak (Johnson dan Stevenson, 1991).



Gambar 2.1 Skema pertukaran ion dalam sistem kromatografi penukar ion. Kiri: penukar kation, kanan: penukar anion

Kromatografi penukar ion didasarkan pada stoikiometri reaksi kimia antara ion-ion dalam larutan dan suatu padatan yang mengandung gugus aktif dimana ion-ion tersebut bersentuhan dengan gugus aktif dan dapat terikat secara elektrostatik. Secara teori pertukaran ion terjadi secara *reversible* antara ion-ion dengan muatan yang sama. Proses pertukaran ion sangat bergantung pada keadaan kesetimbangan antara fasa diam dan fasa gerak. Secara sederhana contoh mekanisme pertukaran ion pada kromatografi penukar ion terjadi pada penukar kation yang mengandung gugus SO_3^- dan

mengandung gugus ammonium kuarterner pada penukar anion dengan A sebagai ion analit dan B sebagai ion eluen (ion penukar) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 (Kolb dan Andreas, 2001).

Berdasarkan uraian tersebut diatas, maka reaksi pertukaran antara dua kation muatan tunggal, A^+ dan B^+ , dengan R merupakan materi penukar ion (resin) maka reaksi dapat digambarkan sesuai persamaan (Shpigun dan Zolotov, 1988):



Konstanta kesetimbangan dari reaksi tersebut (K) yang dinyatakan sebagai koefisien selektifitas dapat dituliskan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$K = \frac{[B]_s [A^+]_m}{[A]_s [B^+]_m} \quad \text{atau} \quad \frac{[B]_s}{[A]_s} = K \frac{[B^+]_m}{[A^+]_m} \quad (2.2)$$

Keterangan :

K = koefisien selektifitas

$[A]_s, [B]_s$ = konsentrasi kesetimbangan ion A^+ dan B^+ dalam fasa diam

$[A^+]_m, [B^+]_m$ = konsentrasi kesetimbangan ion A^+ dan B^+ dalam fasa gerak

Koefisien selektifitas mungkin lebih besar, kurang dari, atau sama dengan satu satuan. Jika $K > 1$, berarti ion B^+ dalam larutan mempunyai afinitas yang lebih besar dalam pertukaran ion dibandingkan ion A^+ , sehingga ion B^+ lebih banyak terserap. Sebaliknya jika $K < 1$, ion A^+ mempunyai afinitas yang lebih besar, sehingga lebih banyak terserap. Jika $K = 1$ berarti afinitas ion A^+ dan B^+ dalam fasa diam sama (Shpigun dan Yu, 1988). Oleh karena itu koefisien selektifitas harus dijaga antara 1-10 karena jika K terlalu rendah maka solut tidak mampu dipisahkan dan untuk nilai K tinggi maka waktu analisis menjadi terlalu lama (Lindsay, 1992).

Dalam teori kromatografi ion, Selain koefisien selektifitas terdapat koefisien distribusi yang digunakan untuk karakterisasi dari pertukaran ion yang dituliskan melalui persamaan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$D = \frac{[B]_s}{[B^+]_m} \quad (2.3)$$

Keterangan :

D = koefisien distribusi

$[B]_s$ = konsentrasi ion B^+ dalam fasa diam

$[B^+]_m$ = konsentrasi ion B^+ dalam fasa gerak

Berdasarkan persamaan (2.2) dan (2.3) diperoleh pertukaran spesifik dari fasa diam yang dinyatakan sebagai Q dimana $[A]_s = Q - [B]_s \approx Q$ dan $[A]_m < C_{[A]_m}$, maka koefisien selektifitas dapat dituliskan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$K = D \frac{C_{[A^+]_m}}{Q} \quad (2.4)$$

Keterangan:

K = koefisien selektifitas

D = koefisien distribusi

$C_{[A^+]_m}$ = konsentrasi fasa gerak (mmol/mL)

Q = kapasitas penukaran (mek/gram)

Dalam kromatografi ion, terdapat volume total retensi total (V_R) yaitu volume eluen yang digunakan untuk mengelusi ion analit secara maksimal dari dalam kolom. Selain itu juga dikenal istilah volume mati (V_0) yang ditentukan sebagai waktu retensi dari senyawa yang tidak terserap. Pengurangan dari V_R terhadap V_0 disebut volume retensi (V'_R) yang dituliskan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$V'_R = V_R - V_0 \quad (2.5)$$

Keterangan:

V'_R = volume retensi

V_R = volume retensi total

V_0 = volume mati

Volume total retensi dari ion dihubungkan dengan koefisien distribusi oleh persamaan 2.6 yaitu (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$V_R = DV_S + V_0 \quad (2.6)$$

Keterangan:

V'_R = volume retensi

V_R = volume retensi total

V_0 = volume mati

Berdasarkan persamaan (2.5) dan (2.6) diperoleh (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$V'_R = DV_S \quad (2.7)$$

Keterangan:

V'_R = Volume retensi

D = Koefisien distribusi

V_S = volume penukar ion (fasa diam)

Persamaan (2.6) dan (2.7) merupakan persamaan dasar dalam kromatografi yang menunjukkan bahwa volume retensi dari ion setara dengan koefisien distribusi dan volume dari fasa diam. Jika persamaan (2.4) dimasukkan dalam persamaan (2.7) maka diperoleh (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$V'_R = K \frac{QV_s}{C_{[A^+]_m}} \quad (2.8)$$

Keterangan:

V'_R = volume retensi (mL)

K = koefisien selektifitas

Q = kapasitas penukaran (mek/gram)

V_S = volume fasa diam (mL)

$C_{[A^+]_m}$ = konsentrasi fasa gerak (mmol/mL)

Berdasarkan persamaan (2.8) dapat diketahui bahwa konsentrasi fasa gerak berpengaruh terhadap volume retensi. Peningkatan konsentrasi fasa gerak akan menurunkan volume retensi sehingga solut mudah terelusi karena kurang kuat tertahan pada fasa diam, dan sebaliknya penurunan konsentrasi fasa gerak akan meningkatkan volume retensi sehingga waktu elusi menjadi lebih lama. Hal ini dikarenakan solut tertahan kuat pada fasa diam.

Dalam suatu sistem kromatografi, jumlah ion analit yang diperoleh digambarkan sebagai puncak-puncak kromatogram. Jumlah ion analit yang diperoleh kembali proporsional terhadap luas

puncak kromatogram (A). Gambar 2.2 menunjukkan bentuk kromatogram elusi dua analit yaitu a dan b dari sebuah kolom kromatografi. Selain itu juga menunjukkan volume fasa gerak yang digunakan untuk elusi ion analit a dan b. Luas puncak kromatogram untuk ion analit a dapat dituliskan sebagai integral sesuai persamaan (Kennedy,1990):

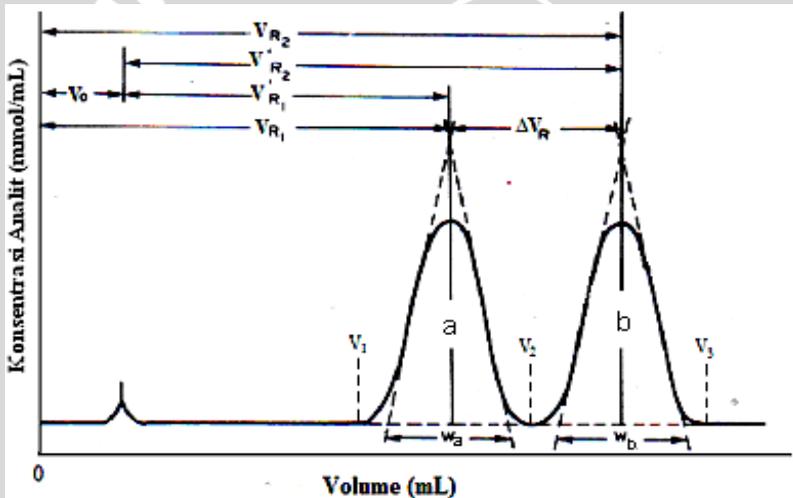
$$A = \int_{V_1}^{V_2} C_a dV = \text{mmol } a \quad (2.9)$$

Keterangan:

A = luas puncak kromatogram (mmol)

C_a = konsentrasi ion analit a (mmol/mL)

V = volume fasa gerak (mL)



Gambar 2.2 Kromatogram untuk campuran yang mengandung analit a dan b (konsentrasi analit sebagai fungsi volume fasa gerak)

Sedangkan apabila dalam suatu kromatografi ion, kromatogram menghubungkan antara kuat sinyal sebagai fungsi dari waktu t seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3 maka luas puncak kromatogram dapat dituliskan sebagai (Kennedy,1990):

$$A = \int_{t_1}^{t_2} S dt \approx \text{mmol } a = R_a \text{ mmol } a \quad (2.10)$$

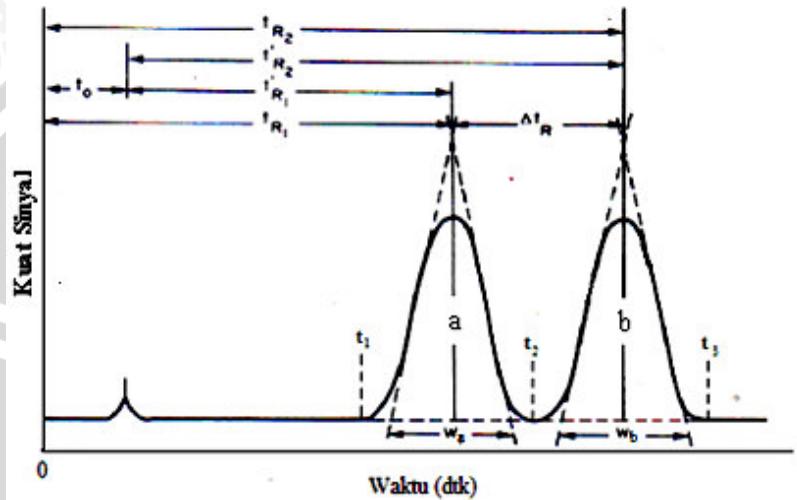
Keterangan:

A = luas puncak kromatogram

S = kuat sinyal

t = waktu

R_a = respon sinyal untuk analit a (cm²/mmol a)



Gambar 2.3 Kromatogram untuk campuran yang mengandung analit a dan b (kuat sinyal sebagai fungsi waktu)

Nilai luas puncak kromatogram dihitung secara matematis berdasarkan lebar puncak kromatogram (w) dan tinggi puncak kromatogram (h) sesuai persamaan (Braithwaite 1985; Skoog dkk, 1994) :

$$A = \frac{1}{2} w h \quad (2.11)$$

Keterangan:

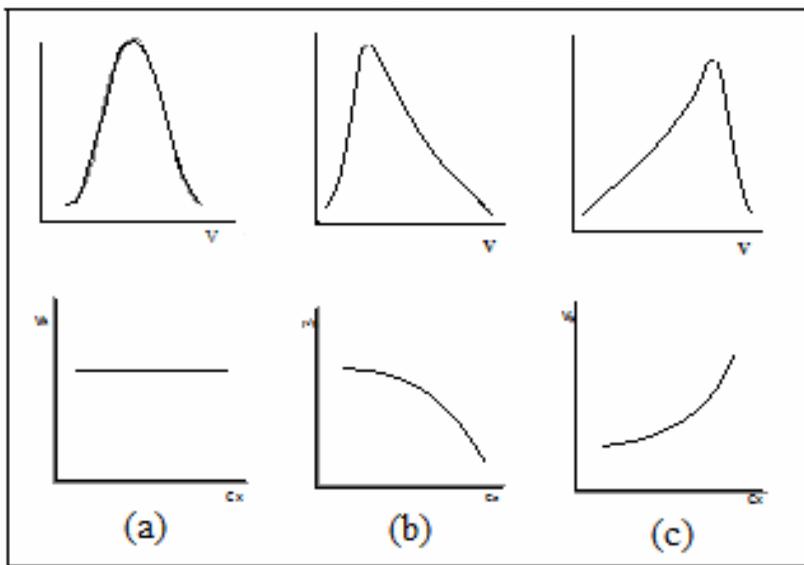
A = luas puncak kromatogram

w = lebar puncak kromatogram

h = tinggi puncak kromatogram

Bentuk puncak kromatogram dalam kromatografi penukar ion dipelajari berdasarkan kesetimbangan pertukaran ion yang dikenal sebagai isotermis pertukaran ion seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4. Gambar (a) menunjukkan bentuk kromatogram pertukaran ion isotermis linier, Gambar (b) menunjukkan isotermis

cembung, dan Gambar (c) menunjukkan isothermis cekung. Isothermis linier berbentuk simetris dimana volume retensi tidak tergantung pada konsentrasi dari ion-ion yang dideteksi. Hal ini disebabkan karena ion yang terikat pada fasa diam mempunyai afinitas yang sama dengan ion penukar. Isothermis cembung digambarkan sebagai puncak asimetri dimana peningkatan konsentrasi ion yang dideteksi akan menurunkan nilai V_R . Hal ini dikarenakan ion yang terikat mempunyai afinitas lebih besar dari pada ion penukar. Sebaliknya untuk isothermis cekung, peningkatan konsentrasi ion yang dideteksi akan meningkatkan nilai V_R dikarenakan ion yang terikat mempunyai afinitas lebih kecil dibandingkan ion penukar. Dari penjelasan tersebut maka dapat disimpulkan bahwa konsentrasi dari ion-ion yang dideteksi harus berada pada area isothermis linier (Shpigun dan Zolotov, 1988).



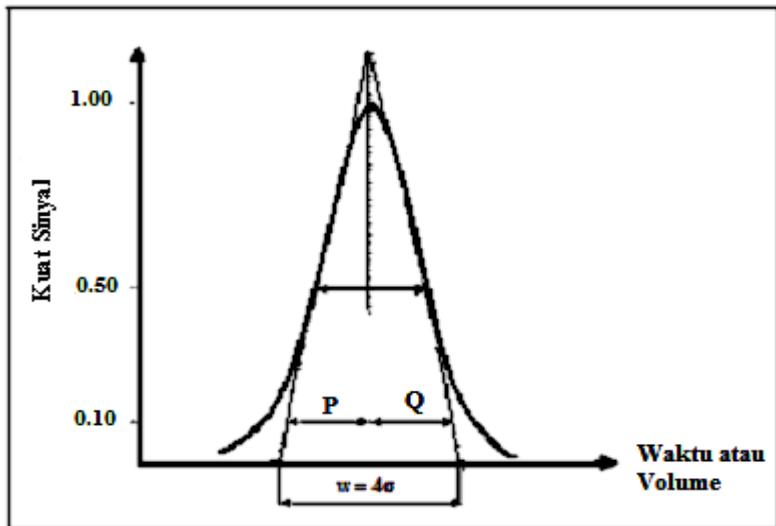
Gambar 2.4 Bentuk puncak kromatogram dari tiap isothermis pertukaran ion

Puncak kromatogram yang ideal (memenuhi isothermis linier) berhubungan dengan distribusi Gauss (*Gaussian Distribution*) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.5. Puncak yang ideal dapat juga digambarkan sebagai faktor asimetri T yaitu perbandingan jarak P dan Q antara pusat garis vertikal dengan *slope* distribusi pada 10% 10

dari tinggi puncak dan dapat dihitung sebagai (Kolb dan Andreas, 2001) :

$$T = \frac{Q}{P} \quad (2.12)$$

Untuk puncak Gauss $T=1$. Jika nilai T lebih besar dari 1 maka terjadi pelebaran puncak (tailing), sedangkan jika T lebih kecil dari 1 maka terjadi penumpukan (fronting). Dalam praktek biasanya faktor asimetri T berkisar antara 0,9 sampai 1,1 (Kolb dan Andreas, 2001)



Gambar 2.5 Distribusi Gauss

2.2 Detektor dalam Kromatografi Penukar Ion

Terdapat tiga jenis detektor yang biasa digunakan dalam kromatografi penukar ion yaitu : konduktometri, spektrofotometri, dan elektrofotometri. Detektor konduktometer dapat digunakan untuk mengukur daya hantar (konduktivitas) suatu larutan elektrolit karena mampu menghantarkan arus listrik. Konduktivitas merupakan indeks dari arus listrik yang dapat dialirkan oleh suatu senyawa. Daya hantar suatu larutan elektrolit pada setiap temperatur sangat tergantung pada jenis ion-ion yang ada dan konsentrasi dari ion-ion tersebut, dimana konsentrasi ion-ion garam berbanding lurus dengan

nilai konduktivitas yang terukur. Sesuai persamaan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$G = \frac{C\lambda}{1000k} \quad (2.13)$$

Keterangan:

G = Daya hantar (ohm^{-1})

C = konsentrasi larutan (mol/L)

λ = Daya hantar molar ($\text{ohm}^{-1} \text{cm}^2 \text{mol}^{-1}$)

k = Daya hantar spesifik ($\text{ohm}^{-1} \text{cm}^{-1}$)

Daya hantar dari larutan garam yang mengandung kation dan anion (KatAn) pada konsentrasi C, dapat dituliskan sesuai persamaan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$G_{\text{KatAn}} = \frac{C_{\text{KatAn}}(\lambda_{\text{Kat}} + \lambda_{\text{An}})}{1000k} \quad (2.14)$$

Keterangan:

G_{KatAn} = konduktansi larutan garam KatAn (ohm)

C_{KatAn} = konsentrasi garam KatAn

λ_{Kat} = Daya hantar ekivalen kation ($\text{ohm cm}^2/\text{eq}$)

λ_{An} = Daya hantar ekivalen anion ($\text{ohm cm}^2/\text{eq}$)

k = konstanta (cm^{-1})

Dalam kromatografi ion, prinsip elektronitalitas dan ekivalensi dari pertukaran ion berdasarkan pada jumlah ekivalensi total dari kation dan anion sama. Sehingga penukaran anion bermuatan tunggal S^- dengan E, dapat ditentukan nilai daya hantarnya melalui persamaan (Shpigun dan Zolotov, 1988):

$$G_{S^-} = \frac{C_E \lambda_{E^+} + (C_E - C_S) \lambda_{E^-} + C_S \lambda_{S^-}}{1000k} \quad (2.15)$$

Keterangan:

G_{S^-} = konduktansi anion S^- (ohm)

C_E = konsentrasi eluen (eq/L)

C_S = konsentrasi analit (eq/L)

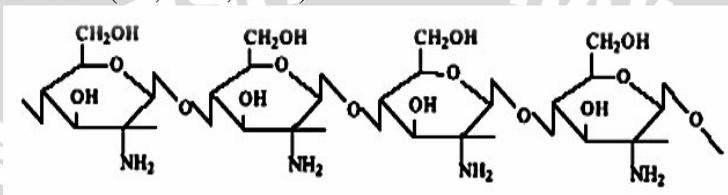
$\lambda_{E^+}, \lambda_{E^-}$ = Daya hantar ekivalen eluen ($\text{ohm cm}^2/\text{eq}$)

λ_{S^-} = Daya hantar ekivalen anion ($\text{ohm cm}^2/\text{eq}$)

k = konstanta (cm^{-1})

2.3 Kitosan Sebagai Penukar Anion

Kitosan (poli (1→4)-β-D-glukosamin) merupakan turunan dari kitin yang dibentuk melalui N-deasetilasi dari molekul kitin. Kitin merupakan komponen utama pada cangkang *crustaceae* seperti udang, lobster, dan kepiting. Kitin merupakan sumber daya alam laut yang melimpah dan dapat diperbaharui. Kitosan memiliki beberapa kelebihan misalnya murah, tidak beracun, aman, dan dapat diuraikan oleh lingkungan. Adapun struktur dari kitosan ditunjukkan pada Gambar 2.6 (Gu, et al., 2001).



Gambar 2.6 Struktur kitosan

Kitosan dapat dimodifikasi lebih lanjut menjadi butiran hidrogel yang dapat dimanfaatkan sebagai materi penukar ion. Kitosan memiliki gugus poliamin ($\sim\text{NH}_2$) dengan $\text{pK}_a=6,5$ yang dapat larut pada pH asam membentuk muatan positif ($\sim\text{NH}_3^+$) (Beppu dan Santana, 2002). Pada $\text{pH} < \text{pK}_a$ gugus $\sim\text{NH}_2$ akan lebih banyak membentuk $\sim\text{NH}_3^+$ dan sebaliknya pada $\text{pH} > \text{pK}_a$ lebih mudah membentuk $\sim\text{NH}_2$ (tetap dalam bentuk awalnya). Agar kitosan dapat berfungsi sebagai penukar anion maka gugus $\sim\text{NH}_2$ harus diubah menjadi $\sim\text{NH}_3^+$. Oleh karena itu, kitosan dilarutkan dalam asam seperti asam formiat, asam asetat, dan asam nitrat. Kitosan larut dalam asam karena adanya protonasi dari gugus amino bebas. Tetapan disosiasi K_b dari gugus amin diperoleh dari kesetimbangan reaksi yang dituliskan sebagai berikut (Roberts, 1992):

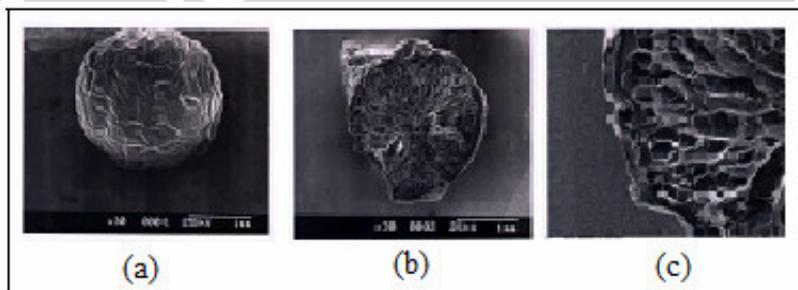


$$K_b = \frac{[\sim\text{NH}_3^+]}{[\sim\text{NH}_2][\text{H}^+]}$$

$$\text{pK}_b = -\log K_b \quad (2.17)$$

Butiran kitosan (kitosan *beads*) dihasilkan melalui pelarutan serbuk kitosan dalam larutan asam asetat yang diteteskan ke dalam

larutan natrium hidroksida (NaOH). Selanjutnya kitosan *beads* dipreparasi dengan glutaraldehid untuk membentuk ikatan silang seperti ditunjukkan pada Gambar 2.7 (Adriano, et al., 2005). Pereaksi pembentuk ikatan silang (glutaraldehid) berpengaruh terhadap ukuran pori (porositas), dan jumlah ikatan silang yang terbentuk. Selain itu Pereaksi pembentuk ikatan silang juga dapat menurunkan kapasitas *swelling* sehingga menurunkan tekanan osmotik antara bagian dalam dan bagian luar butiran kitosan. Oleh karena itu penambahan pereaksi pembentuk ikatan silang diperlukan agar butiran kitosan tidak mudah pecah (Adriano, 2005; Goncalves, et al., 2005; Olivevera, et al., 2005; dan Sci, 2005).



Gambar 2.7 Butiran kitosan (a) butiran utuh, (b) butiran diiris, dan (c) struktur pori dalam butiran kitosan

Kitosan dalam bentuk kepingan atau butiran sering digunakan untuk adsorpsi logam. Menurut (Jin dan Bai, 2002) kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam melalui modifikasi menggunakan *polyvinyl alcohol* (PVA). Kitosan yang telah dimodifikasi tersebut dapat digunakan sebagai fasa diam untuk adsorpsi ion logam timbal (Pb^{2+}). Oleh karena itu, pada penelitian ini diharapkan kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam untuk *recovery* emas (I) sianida.

2.4 *Recovery* Emas (I) Sianida

Menurut Rohm dan Haas (2007) *recovery* ion kompleks emas sianida dapat dilakukan menggunakan resin penukar anion basa lemah, biasanya dalam bentuk basa bebas ($\sim NR_2$) sehingga harus diubah dengan penambahan asam (HX). Kompleks emas sianida akan dipertukarkan dengan ion X^- dan dielusi menggunakan anion

seperti ion OH⁻ dari NaOH. Mekanisme reaksinya dapat dijelaskan di bawah ini:



Menurut Dorfner (1991), *recovery* emas dalam bentuk kompleks [Au(CN)₂]⁻ menggunakan resin penukar anion juga dapat terjadi melalui adsorpsi emas pada resin basa lemah terprotonasi. Sedangkan elusi emas biasanya dilakukan menggunakan larutan natrium hidroksida. Mekanisme reaksinya seperti yang ditunjukkan pada persamaan reaksi di bawah ini:



Berdasarkan mekanisme reaksi di atas, maka kitosan dapat digunakan sebagai penukar anion untuk *recovery* [Au(CN)₂]⁻ karena kitosan mempunyai gugus ~NH₂ yang dapat terprotonasi membentuk ~NH₃⁺ pada pH asam. Adapun *recovery* kompleks emas (I) sianida secara kromatografi penukar ion telah dikembangkan oleh Dionex (2004) menggunakan sampel air di alam, salah satunya yaitu air permukaan tanah. Berdasarkan hasil pengukuran menggunakan absorbansi UV diperoleh persen *recovery* emas yang sangat tinggi yaitu 82,4 %.

2.5 HIPOTESIS

Berdasarkan tinjauan teoritis dapat disusun hipotesis yaitu:

1. Kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam untuk *recovery* emas(I) sianida.
2. Konsentrasi NH₄OH berpengaruh terhadap *recovery* emas (I) sianida

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA Universitas Brawijaya Malang selama 3 bulan dimulai dari Juli sampai dengan September 2006, pengukuran daya hantar dengan konduktometer dan pengukuran serapan dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilakukan di Universitas Brawijaya Malang.

3.2 Bahan dan Alat Penelitian

3.2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah logam murni emas, kitosan, karbon aktif perdagangan, akuades, kalium sianida (KCN) 0,2 M, asam asetat 99 % (bj = 1,05 kg/L), glutaraldehyd 25 %, Ammonium Hidroksida (NH₄OH), dan Narium hidroksida (NaOH) 1 M.

3.2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini ialah spektrofotometer serapan atom merek (SHIMADZU-AA-6200), konduktometer (WPW), pemanas listrik (IKAMAG[®]RH), oven, neraca analitis merek Mettler AE 50, pengaduk magnetik, botol semprot, bola hisap, kertas saring whatman 42, serta peralatan gelas.

3.3 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan, meliputi:

1. Pembuatan larutan sampel bijih emas
2. Pembuatan fasa diam berbahan kitosan
3. Penentuan kapasitas tukar spesifik butiran kitosan
4. Preparasi kolom
5. Optimasi konsentrasi fasa gerak NH₄OH
6. Uji *recovery* emas (I) sianida

3.4 Cara Kerja Penelitian

3.4.1 Pembuatan Larutan Sampel Bijih Emas

3.4.1.1 Pembuatan Larutan KCN 0,2 M

Ditimbang sebanyak 3,2560 g padatan KCN dan dilarutkan dalam 50 mL akuades pada gelas kimia 100 mL. Dipindahkan ke dalam labu takar 250 mL dan diencerkan sampai tanda batas.

3.4.1.2 Pembuatan $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ 1000 ppm

Ditimbang secara teliti sebanyak 0,5 g serbuk emas dan dilarutkan dalam 50 mL KCN 0,2 M pada gelas kimia 100 mL. Pada proses pelarutan juga dilakukan aerasi sambil diaduk menggunakan stirrer hingga serbuk larut (membutuhkan waktu ± 1 minggu). Larutan emas dipindahkan ke dalam labu takar 500 mL dan ditambah akuades sampai tanda batas.

3.4.2 Pembuatan Fasa Diam Berbahan kitosan

Kitosan 1,5 % dilarutkan dalam asam asetat 2 % pada gelas kimia 250 mL. Ditambah karbon aktif 5 % (masa karbon aktif 0,1053 g) dan diaduk selama ± 24 jam. Campuran diteteskan ke dalam larutan NaOH 1 M sambil diaduk perlahan sehingga terbentuk butiran kitosan dalam larutan NaOH. Selanjutnya dipisahkan butiran kitosan dari larutan NaOH. Butiran kitosan (kitosan *beads*) dicuci dan direndam dalam glutaraldehid 0,5 % selama ± 24 jam. Kitosan *beads* dipisahkan dengan disaring dan dicuci dengan akuades. Selanjutnya dikeringkan selama ± 24 jam pada temperatur 50 °C.

3.4.5 Penentuan Kapasitas Tukar Spesifik Butiran Kitosan

Ditimbang secara teliti sebanyak 2,5 g kitosan *beads* dan dimasukkan ke dalam erlemeyer 100 mL. Direndam dengan 25 mL emas (I) sianida 50 ppm kemudian diaduk menggunakan *shaker* selama 1 jam dengan kecepatan 150 rpm. Selanjutnya disaring dan ditampung filtrat sisa adsorpsi. Diukur absorbansi filtrat menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan ditentukan kadar emas (I) sianida. Selanjutnya dari data tersebut ditentukan kapasitas tukar spesifik kitosan *beads* terhadap ion kompleks emas (I) sianida.

3.4.4. Preparasi Kolom

Kitosan *beads* 5,01 g dikemas ke dalam kolom gelas berdiameter 1 cm sehingga tinggi fasa diam dalam kolom sekitar 10 cm. Pengemasan kitosan *beads* dalam kolom harus bebas dari gelembung udara. Diukur volume mati (V_0) fasa diam. Kitosan *beads* dalam kolom direndam dengan larutan NH_4OH .

3.4.5 Optimasi Konsentrasi Fasa Gerak NH_4OH

Dialirkan 5 mL emas (I) sianida 30 ppm ke dalam kolom dengan kecepatan alir 1 mL per menit. Dielusi dengan NH_4OH pada berbagai konsentrasi (0,005; 0,01; dan 0,02 M). Ditampung setiap 5 mL dan masing-masing fraksi ditentukan daya hantarnya. Pekerjaan diatas dilakukan dengan dua kali pengulangan. Dari data yang diperoleh, dibuat kurva hubungan volume elusi NH_4OH dengan selisih daya hantar. Diperoleh konsentrasi NH_4OH optimum untuk *recovery* emas (I) sianida. Diulangi pengukuran untuk konsentrasi NH_4OH optimum menggunakan SSA.

3.4.6 Uji *Recovery* Emas (I) Sianida

Dialirkan emas (I) sianida pada berbagai konsentrasi (0,5; 1; dan 5 ppm) ke dalam kolom dengan kecepatan alir 1 mL per menit. Selanjutnya dielusi menggunakan larutan NH_4OH optimum. Fraksi ditampung setiap 5 mL dan masing-masing fraksi diukur absorbansinya menggunakan SSA. Ditentukan persen *recovery* maksimum dari berbagai konsentrasi emas (I) sianida.

3.5. Analisis Data

3.5.1 Perhitungan persamaan regresi linier

Persamaan regresi linier digunakan untuk membuat kurva baku emas. Secara umum persamaan regresinya dinyatakan sebagai $y = ax$, dimana y adalah serapan Au dan x adalah konsentrasi Au yang terukur. Nilai koefisien a dihitung dengan persamaan:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} \quad (3.1)$$

Adapun koefisien korelasi ditentukan dengan persamaan:

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} \quad (3.2)$$

3.5.2 Perhitungan % Recovery Emas (I) Sianida

Untuk menentukan % *recovery* emas (I) sianida dengan metode penelitian ini maka dapat digunakan rumus:

$$\% \text{ Recovery} = \frac{m_1}{m_2} \times 100\% \quad (3.3)$$

Dimana: m_1 = Konsentrasi emas terelusi

m_2 = Konsentrasi emas awal



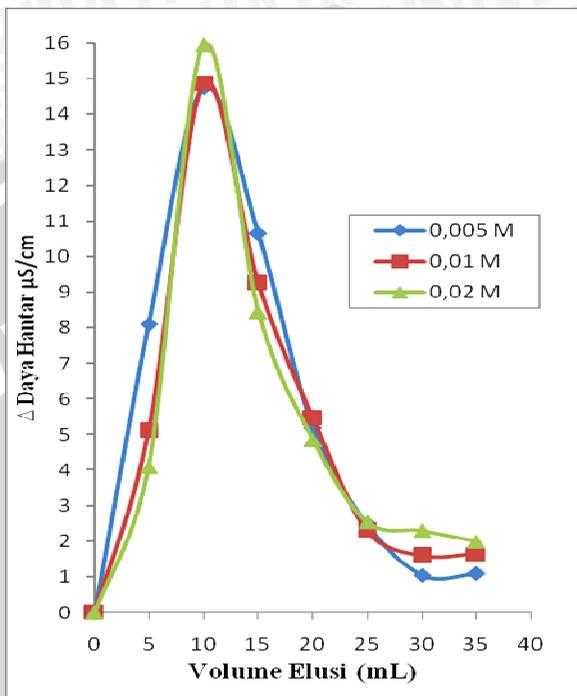
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan *recovery* emas (I) sianida secara kromatografi ion menggunakan kitosan sebagai fasa diam dan larutan NH_4OH sebagai fasa gerak. Fasa diam dibuat dari 1,5 % kitosan ditambah 100 mL asam asetat 2 % dan karbon aktif 5 %. Kitosan merupakan suatu biopolimer yang dapat larut dalam asam asetat karena adanya protonasi dari gugus amino bebas. Secara teoritis, adanya protonasi menyebabkan terjadinya perubahan gugus $\sim\text{NH}_2$ menjadi gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$. Campuran dibentuk kepingan (kitosan *beads*) dan direndam dalam glutaraldehid 0,5 % untuk menurunkan kapasitas *swelling* melalui pembentukan ikatan silang sehingga kitosan *beads* tidak mudah pecah. Selanjutnya dikeringkan dan diperoleh 57,176 g kitosan *beads* dengan kapasitas tukar spesifik terhadap $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ sebesar $5,63 \times 10^{-4}$ meq/g. Berdasarkan kapasitas tukar spesifik tersebut, maka untuk optimasi konsentrasi fasa gerak digunakan 30 ppm $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ yang mengandung $1,9 \cdot 10^{-3}$ mmol, sehingga untuk dapat menukar $\text{Au}(\text{CN})_2^-$ diperlukan jumlah mol OH^- yang sama atau lebih besar dari $1,9 \cdot 10^{-3}$ mmol. Pada penelitian ini konsentrasi NH_4OH yang digunakan yaitu 0,005 M; 0,01 M; dan 0,02 M dengan jumlah mol OH^- berturut-turut $9 \cdot 10^{-3}$ mmol, $12,73 \cdot 10^{-3}$ mmol, dan $18 \cdot 10^{-3}$ mmol. Hal ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap hasil *recovery* emas (I) sianida.

4.1 Pengaruh Konsentrasi Fasa Gerak Terhadap *Recovery* Emas(I) Sianida

Pengaruh konsentrasi fasa gerak dipelajari berdasarkan pada profil kromatogram dari berbagai konsentrasi NH_4OH yang menggambarkan hubungan antara volume elusi terhadap selisih daya hantar larutan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Berdasarkan profil kromatogram tersebut dapat diketahui volume retensi (V'_R), tinggi puncak, dan lebar kromatogram sehingga dapat ditentukan luas puncaknya sesuai persamaan (2.11). Luas puncak kromatogram sebanding dengan konsentrasi $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ yang bertukar oleh ion OH^- sesuai persamaan (2.9).



Gambar 4.1 Kurva hubungan daya hantar terhadap volume elusi

Secara teoritis, peningkatan konsentrasi fasa gerak akan menurunkan volume retensi yaitu volume fasa gerak yang dibutuhkan untuk mengelusi ion analit dari dalam kolom secara maksimal sesuai persamaan (2.8). Namun, pada penelitian ini dihasilkan volume retensi (V'_R) yang sama untuk setiap pemakaian konsentrasi NH_4OH yaitu sebesar 10 mL seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1. Hal ini disebabkan karena peningkatan konsentrasi NH_4OH yang digunakan kecil sehingga tidak memberikan perubahan terhadap nilai V'_R . Fenomena ini menyebabkan profil kromatogram dari pemakaian konsentrasi NH_4OH yang dipelajari terlihat sama.

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat ditentukan pula harga faktor asimetri T untuk setiap kromatogram dari pemakaian berbagai konsentrasi NH_4OH yang dipelajari. Secara teoritis, harga faktor asimetri T harus mendekati 1 (Kolb dan Andreas, 2001). Berdasarkan persamaan (2.12) dapat ditentukan nilai T dari tiap

profil kromatogram untuk masing-masing konsentrasi fasa gerak yang digunakan. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh harga faktor asimetri T untuk konsentrasi NH_4OH 0,005 M yaitu sebesar $T = 2,06$; untuk NH_4OH 0,01 M sebesar $T = 1,88$; sedangkan untuk NH_4OH 0,02 M sebesar $T = 1,78$. Berdasarkan hasil perhitungan tersebut maka dapat diketahui bahwa kromatogram yang mempunyai harga faktor asimetri T mendekati teoritis adalah kromatogram pada konsentrasi NH_4OH 0,02 M. Selain itu, profil kromatogram yang dihasilkan pada konsentrasi NH_4OH 0,02 M mendekati bentuk kromatogram yang lebih ideal yaitu berada pada area linier.

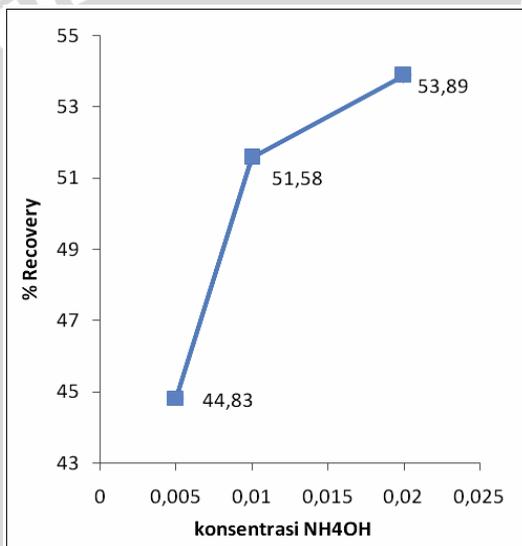
Secara kuantitatif, pengaruh konsentrasi NH_4OH terhadap *recovery* emas (I) sianida ditentukan berdasarkan luas puncak kromatogram dari berbagai konsentrasi NH_4OH yang dipelajari. Luas puncak kromatogram sebanding dengan tinggi puncak dan lebar puncak kromatogram sesuai persamaan (2.11). Berdasarkan perhitungan diketahui bahwa luas puncak kromatogram mengalami peningkatan dengan meningkatnya konsentrasi NH_4OH seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Luas puncak kromatogram pada berbagai konsentrasi NH_4OH

$[\text{NH}_4\text{OH}]$ (M)	Luas puncak kromatogram (A) (cm^2)
0,005	199,5
0,01	204,4
0,02	245,05

Luas puncak kromatogram sebanding dengan konsentrasi ion kompleks emas (I) sianida yang tertukar oleh ion OH^- sesuai persamaan (2.9), sehingga peningkatan konsentrasi NH_4OH yang digunakan menyebabkan konsentrasi emas (I) sianida yang tertukar juga mengalami peningkatan. Secara teoritis, hal tersebut dimungkinkan karena peningkatan konsentrasi NH_4OH akan meningkatkan jumlah ion OH^- yang digunakan untuk menukar ion $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ sehingga dihasilkan ion $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ lebih banyak. Akan tetapi dalam penelitian ini peningkatan ion emas (I) sianida yang tertukar lebih kecil dibandingkan dengan peningkatan konsentrasi ion OH^- yang digunakan. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh peningkatan hanya 1,15 kali untuk peningkatan konsentrasi NH_4OH

dari 0,005 M menjadi 0,01 M dan hanya 1,05 kali untuk peningkatan konsentrasi NH_4OH dari 0,01 M menjadi 0,02 M. Hal ini kemungkinan disebabkan karena ion $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ masuk dan terjebak dalam pori-pori bagian dalam kitosan *beads* sehingga ion OH^- tidak mampu menjangkau bagian dalam pori dan hanya mampu menukar ion $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ pada bagian permukaan saja. Oleh karena itu ion $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ tidak mampu bertukar secara keseluruhan. Pada penelitian ini *recovery* emas (I) sianida tertinggi terjadi pada pemakaian NH_4OH 0,02 M yaitu sebesar 53,89 % seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.

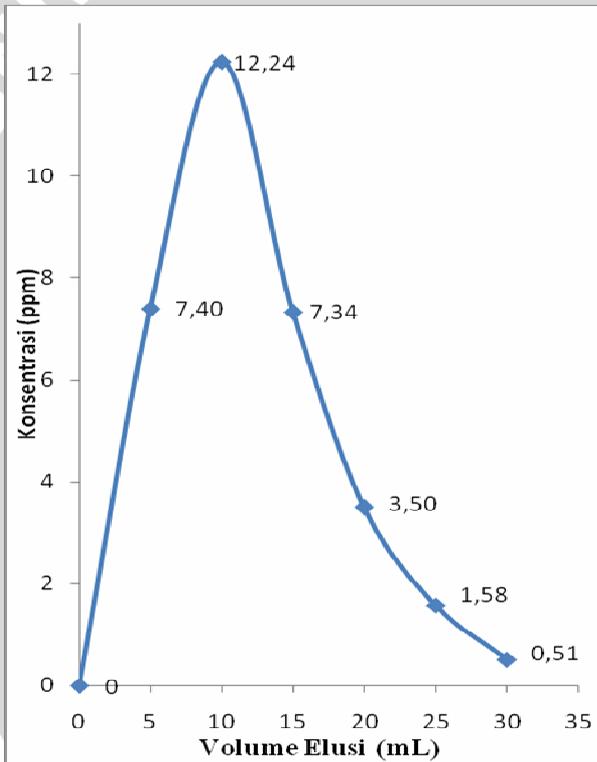


Gambar 4.2 Persen *recovery* emas

Berdasarkan pada luas puncak kromatogram dan harga faktor asimetri T tersebut maka dapat diketahui bahwa pada penelitian ini NH_4OH 0,02 M merupakan konsentrasi NH_4OH optimum untuk *recovery* emas (I) sianida. Data ini juga didukung oleh data absorbansi hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) terhadap 25 mL eluat (5 fraksi) yang ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Berdasarkan Gambar 4.3, diketahui bahwa profil kromatogram yang dihasilkan dari pengukuran secara spektrofotometri dan konduktometri adalah sama dengan volume

retensi (V'_R) sama yaitu sebesar 10 mL. Absorbansi tertinggi terdapat pada volume eluat 20 mL, sehingga *recovery* emas (I) sianida ditentukan berdasarkan volume tersebut yang dijadikan 2 fraksi masing-masing 10 mL. berdasarkan hasil pengukuran absorbansi diketahui bahwa konsentrasi emas (I) yang terikat adalah 22,60 ppm atau sekitar 75,34 % dari konsentrasi awal dan seluruhnya dapat tertukar oleh ion OH⁻. Oleh karena itu untuk uji *recovery* emas (I) sianida digunakan konsentrasi $[Au(CN)_2]^-$ yang memenuhi kapasitas adsorpsi agar ion $[Au(CN)_2]^-$ dapat teretensi dan terelusi secara keseluruhan. Pada penelitian ini uji *recovery* emas (I) sianida dilakukan pada berbagai konsentrasi yaitu 0,5; 1; dan 5 ppm masing-masing dengan volume 100 mL.



Gambar 4.3 Kurva hubungan volume elusi terhadap konsentrasi emas (I) sianida

4.2 Uji *Recovery* Emas (I) Sianida

Persen *recovery* emas (I) sianida menunjukkan perbandingan konsentrasi emas (I) terelusi terhadap konsentrasi emas (I) awal dalam persen sesuai persamaan (3.3). Uji *recovery* emas (I) pada berbagai konsentrasi $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ dilakukan pada kondisi optimum yaitu pada konsentrasi NH_4OH 0,02 M melalui pengukuran absorbansi menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA). Hasil *recovery* emas (I) sianida pada berbagai konsentrasi mempunyai harga yang berbeda seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Data uji *recovery* emas (I) pada berbagai konsentrasi

C_{Au^+} (ppm)	Massa Emas (mg)			<i>Recovery</i> (%)
	Awal (10^{-2})	Teretensi (10^{-2})	Terelusi (10^{-2})	
0,5	5	1,09	0,76	15,25
1	10	2,39	1,11	11,37
5	50	6,97	4,99	9,97

Berdasarkan Tabel 4.2, diketahui bahwa massa emas (I) sianida yang teretensi mengalami peningkatan dengan meningkatnya massa emas (I) awal. Namun massa emas (I) yang teretensi lebih kecil dibandingkan massa emas (I) awal. Hal ini disebabkan oleh beberapa faktor. Pertama, pengkondisian kolom menggunakan NH_4OH 0,02 M yang mengakibatkan suasana butiran penukar anion menjadi basa sehingga sebagian gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$ pada kitosan *beads* berkurang. Hal ini mengakibatkan jumlah ion kompleks emas (I) sianida yang terikat menjadi berkurang. Kedua, diperkirakan karena adanya pembentukan ikatan silang antara gugus amin pada kitosan dan gugus aldehid dari glutaraldehid yang menyebabkan berkurangnya jumlah gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$ sehingga ion $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ tidak dapat terikat secara maksimal pada gugus aktif kitosan.

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui pula bahwa massa emas (I) yang terelusi meningkat dengan peningkatan massa $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ awal dan terelusi sebagian dari massa emas (I) yang teretensi. Hal tersebut menunjukkan bahwa ion OH^- kurang maksimal dalam menukar ion kompleks emas (I) sianida yang teretensi. Padahal dalam penelitian ini jumlah mol ion OH^- yang digunakan untuk elusi ion kompleks

emas (I) sianida jauh lebih besar dibandingkan dengan jumlah mol ion kompleks emas (I) sianida yang teretensi seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perbandingan jumlah mol emas (I) teretensi terhadap jumlah mol ion OH⁻

Au _{awal} (ppm)	Au _{teretensi} (mmol)	OH ⁻ (mmol)	Perbandingan
0,5	$0,14 \cdot 10^{-3}$	$12 \cdot 10^{-3}$	1 : 85,7
1	$0,47 \cdot 10^{-3}$	$12 \cdot 10^{-3}$	1 : 25,5
5	$1,46 \cdot 10^{-3}$	$12 \cdot 10^{-3}$	1 : 8,3

Berdasarkan Tabel 4.3 diketahui bahwa jumlah mol OH⁻ yang digunakan untuk elusi emas jauh lebih besar dibandingkan jumlah mol emas (I) teretensi, namun ion OH⁻ belum mampu menukar [Au(CN)₂]⁻ secara keseluruhan. Hal ini diperkirakan karena waktu kontak dengan fasa diam kurang lama dan fasa diam yang dimasukkan ke dalam kolom sedikit sehingga kesetimbangan belum tercapai. Akibatnya ion [Au(CN)₂]⁻ belum sempat tergantikan oleh ion OH⁻ secara keseluruhan. Faktor lain yang menyebabkan pertukaran kurang maksimal adalah pori-pori pada kitosan *beads*. Kitosan merupakan suatu polimer yang mempunyai pori dan ukuran pori tersebut tergantung pada jumlah materi pembentuk ikatan silang yaitu glutaraldehid. Adanya pori pada kitosan *beads* mengakibatkan mekanisme pengikatan ion kompleks emas (I) sianida tidak hanya terjadi secara elektrostatik (pertukaran ionik) tetapi sebagian merupakan adsorpsi pori secara fisik pada permukaan kitosan *beads*. Ion kompleks emas (I) sianida masuk dan mengalami penjejakan pada pori-pori kitosan *beads* bagian dalam sehingga ion OH⁻ tidak dapat masuk ke dalam pori-pori kitosan untuk menggantikan ion [Au(CN)₂]⁻. Selain itu ion OH⁻ sebagai ion pengelusi hanya mampu menggantikan ion [Au(CN)₂]⁻ yang terikat secara pertukaran ion sehingga ion [Au(CN)₂]⁻ terelusi sebagian dari ion [Au(CN)₂]⁻ yang teretensi. Dengan sedikitnya massa emas (I) yang teretensi dan massa emas (I) yang terelusi maka secara tidak langsung hal ini mengakibatkan persen *recovery* emas (I) sianida juga menurun. Pada penelitian ini persen *recovery* terbesar terjadi pada [Au(CN)₂]⁻ 0,5 ppm yaitu 15,25 %.

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa kitosan dapat digunakan sebagai fasa diam untuk *recovery* emas (I) sianida dengan kapasitas tukar spesifik terhadap $[\text{Au}(\text{CN})_2]$ sebesar $5,63 \times 10^{-4}$ meq/g kitosan *beads*. Konsentrasi NH_4OH berpengaruh terhadap *recovery* emas (I) sianida. Peningkatan konsentrasi NH_4OH akan meningkatkan *recovery* emas (I) sianida. Konsentrasi optimum fasa gerak diperoleh pada konsentrasi NH_4OH 0,02 M. Pada kondisi tersebut persen *recovery* emas (I) menurun dengan peningkatan konsentrasi emas (I) awal. Persen *recovery* paling tinggi dihasilkan pada 0,5 ppm emas (I) sianida yaitu sebesar 15,25 %.

5.2 Saran

Untuk meningkatkan persen *recovery* emas (I) sianida menggunakan fasa diam kitosan diperlukan pengaturan kecepatan alir dan sebaiknya dilakukan pengaturan pH fasa diam agar gugus aktif $\sim\text{NH}_3^+$ pada kitosan tidak mengalami perubahan.

DAFTAR PUSTAKA

- Adriano, W.S., E.H.C. Filho, J.A. Silva, R.L.C. Giordano, dan L.R.B. Goncalves, 2005, **Stabilization Of Penicillin G Acylase By Immobilization On Glutaraldehyde-activated Chitosan**, Chemical Engineering Department, Brazil
- 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/v5n1/a08v05n1>, diakses tanggal 10 Maret 2007
- Braithwaite, A., dan F.J. Smith, 1985, **Chromatography Methods**, 4th ed., Chapman and Hall, London, 11
- Dorfner, K., 1991, **Ion Exchanger**, Walter de Gruyter Berlin, New York, 20-21
- Dionex, 2004, **Determination of Metal Cyanide Complexes by Ion Chromatography with On-Line Sample Preconcentration and UV Absorbance Detection**, <http://www.dionex.com>, diakses tanggal 07 Agustus 2007
- Ganoza, J., 2007, **Gold Recovery With Ion Exchange Resins** www.e-goldprospecting.com, diakses tanggal 15 Maret 2007
- Goncalves, V.L., M.C.M. Laranjeira, dan V.T. Favera, 2006, **Effect of Crosslinking Agents on Chithosan Microspheres in Controlled Release of Diclovenac Sodium**, Departamento de Quimica, UFSC
- Groudev, S.N., I.I. Spasova, dan I.M. Ivanov, 2003, **A Combined Chemical and Biological Heap Leaching of An Oxide Gold-Bearing Ore**, <http://www.19.pwr.wroc.pl/minproc/journal/pdf/1999/s.ss.pdf>, diakses tanggal 15 Maret 2007
- Gu, Z. Y., P.H. Xue, dan W.J. Li, 2001, **Preparation of the Porous Chitosan Membrane by Cryogenic Induced Phase Separation**, Department of Macromolecular Science. Fudan Univesity, China

- Johnson, E. L. dan R. Stevenson, 1991, **Dasar Kromatografi Cair**, Alih bahasa: Kosasih Padmawinata, Penerbit ITB, Bandung, 7: 22-24: 39: 90-91: 120-121: 147-149
- Jin, L. dan R. Bai, 2002, **Mechanisms of Lead Adsorption on Chitosan/PVA Hydrogel Beads**, Department of Chemical and Environmental Engineering, National University of Singapore, <http://cheed.nus.edu.sg/~chebairb/paper25.pdf>, diakses tanggal 12 Januari 2008
- Kennedy, J.H., 1990, **Analytical Chemistry: Principles**, Second Edition, Saunders College Publishing, New York, 719-720
- Kolb, M. dan S. Andreas, 2001, **Practical Ion Chromatography**, Metrohm Ltd., CH-9101 Herisau, Switzerland, 11-12
- Kubach, C., 2007, **Gold Cyanide Solution (Leaching Gold With Cyanide)**, Mining and Mineral Processing Engineer, American, http://66.113.204.26/mining/minproc/cyanide_leach.htm, diakses tanggal 10 Maret 2007
- Lindsay, S., 1994, **High Performance Liquid Chromatography**, John Wiley & Sons Ltd, England, 17-20
- Olievera, B.F., M.H.A. Santana, dan M.I. Re, 2005, **Spay-dried Chitosan Microspheres Cross-linked With d,I-gliceraldehyde as A Potential Drug Delivery System: Preparation and Characterization**, Laboratory of Biotechnology Process Development, Brazil
- Rohm dan Haas, 2007, **Gold Recovery From Cyanide Liquor**, http://www.rohmhass.com/ionexchange/IP/gold_recovery, diakses tanggal 26 Maret 2007
- Roberts, G.A.F., 1992, **Chitin Chemistry**, McMillan, London <http://chemistry.lamar.edu/~dorriskl/RemovalofHeavyMetals.pdf>, diakses tanggal 10 April 2007
- Sci, E.J.P., 2006, **Preparation of Chitosan Beads By Simultaneous Cross-linking/ Insolubilisation in Basic pH. Reological Optimisation and Drug Loading/ Release Behavior**, Departamento de Farmacia, Santiago Spain

Shibata, J., dan M. Shigeno, 1999, **Development of Environmentally Friendly Leaching and Recovery Process of Gold and Silver From Wasted Electronic Parts**, Departement of Chemical and Engineering, Japan

Shpigun, O. dan Yu. A. Zolotov, 1988, **Ion Chromatography In Water Analysis**, John Wiley & Sons, New York, 21-24, 38-39, 83-85

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

Townshend, A., 1993, **Encyclopedia of Analytical Science**, vol 4, Academica Press. Limited, London, 293-300

Weiss, J., 2004, **Handbook of Ion Chromatography**, Third, Completely Revised and Enlarged Edition, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, hal. 1-12



LAMPIRAN

LAMPIRAN 1. Preparasi Larutan

1.1 Larutan Glutaraldehid 0,5 %

Dipipet 2 mL larutan glutaraldehid 25 % dan dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL, diencerkan dengan aquades hingga tanda batas

1.2 Larutan Asam Asetat 2 %

Dipipet 2 mL asam asetat 100 % dan dipindahkan ke dalam labu takar 100 mL. Diencerkan hingga tanda batas.

1.3 Larutan NaOH 1 M

Ditimbang NaOH sebanyak 10 g dalam gelas arloji dan dilarutkan dengan 50 mL akuades dalam gelas kimia 100 mL. Larutan NaOH dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

1.4 Larutan NH_4OH 0,02 M

Dipipet 0,77 mL larutan NH_4OH ($\rho = 0,91 \text{ mg/mL}$) dan dipindahkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

1.5 Larutan NH_4OH 0,01 M

Dipipet 50 mL larutan NH_4OH 0,02 M dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

1.6 Larutan NH_4OH 0,01 M

Dipipet 50 mL larutan NH_4OH 0,01 M dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

1.7 Larutan KCN 0,2 M

Ditimbang padatan KCN secara teliti sebanyak 1,3 gram dalam gelas arloji dan dilarutkan dengan 50 mL akuades dalam gelas kimia 100 mL. Larutan KCN kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambah dengan akuades hingga tanda batas.

1.8 Larutan emas (I) sianida 1000 ppm

Ditimbang serbuk emas secara teliti sebanyak 1 g dan ditambah 50 mL KCN 0,2 M dalam gelas kimia 100 mL, selanjutnya dialiri udara selama ± 1 minggu sambil diaduk menggunakan stirrer hingga serbuk emas larut. Larutan emas dipindahkan ke dalam labu ukur 1 L dan ditambah akuades hingga tanda batas.



LAMPIRAN 2. Perhitungan Preparasi Larutan

2.1 Larutan Glutaraldehid 0,5 %

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

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

2.2 Larutan Asam Asetat 2 %

Untuk membuat larutan asam asetat 2 % dalam 100 mL maka volume asam asetat 99 % yang harus diambil:

$$\text{Volume} = \frac{2\% \times 100 \text{ mL}}{99\%} = 2,02 \text{ mL}$$

2.3 Larutan NaOH 1 M

Untuk membuat larutan NaOH 1 M 250 ml, maka :

$$\begin{aligned} \text{Mol NaOH} &= 1 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 0,25 \text{ mol} \end{aligned}$$

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

Jadi, massa NaOH yang ditimbang sebesar 10 gram

2.4 Pembuatan larutan NH₄OH 1 M

Untuk membuat larutan NH₄OH 1 M dalam 250 mL maka volume NH₄OH 25 % (6,5 M) yang harus diambil adalah :

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

2.5 Pembuatan larutan NH₄OH 0,005 M

Untuk membuat larutan NH₄OH 0,05 M dalam 250 mL, volume NH₄OH 1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned} \text{Volume NH}_4\text{OH} &= (0,005 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL}) / 1 \text{ mmol/mL} \\ &= 1,25 \text{ mL} \end{aligned}$$

2.6 Pembuatan larutan NH_4OH 0,01 M

Untuk membuat larutan NH_4OH 0,01 M dalam 250 mL, volume NH_4OH 1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume } \text{NH}_4\text{OH} &= (0,01 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 2,5 \text{ mL}\end{aligned}$$

2.7 Pembuatan larutan NH_4OH 0,02 M

Untuk membuat larutan NH_4OH 0,02 M dalam 250 mL, volume NH_4OH 1 M yang harus diambil :

$$\begin{aligned}\text{Volume } \text{NH}_4\text{OH} &= (0,02 \text{ mmol/mL} \times 250 \text{ mL})/1 \text{ mmol/mL} \\ &= 5 \text{ mL}\end{aligned}$$

2.8 Larutan KCN 0,2 M

Untuk membuat larutan KCN 0,2 M dalam 250 mL maka masa KCN yang harus ditimbang adalah:

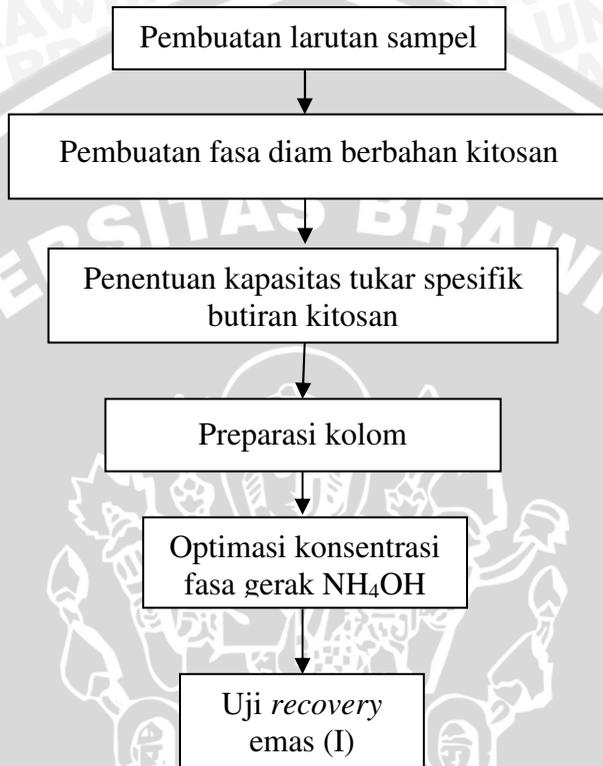
$$\begin{aligned}\text{Mol KCN} &= M_{\text{KCN}} \times \text{volume} \\ &= 0,2 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \\ &= 0,05 \text{ mol} \\ \text{massa KCN} &= \text{mol}_{\text{KCN}} \times \text{BM}_{\text{KCN}} \\ &= 0,05 \text{ mol} \times 65,12 \text{ g/mol} \\ &= 3,2560 \text{ g}\end{aligned}$$

2.9 Larutan Au 1000 ppm

Untuk membuat larutan Au 1000 ppm dalam 500 mL, maka masa Au yang harus ditimbang adalah:

$$\begin{aligned}\text{Massa Au} &= \text{ppm} \times \text{Volume} \\ &= 1000 \text{ mg/L} \times 0,5 \text{ g} \\ &= 500 \text{ mg}\end{aligned}$$

LAMPIRAN 3. Diagram Alir Penelitian



LAMPIRAN 4. Diagram Kerja Percobaan

4.1 Pembuatan Larutan Sampel

4.1.1 Pembuatan Larutan KCN 0,2 M

3,2560 g padatan KCN

- dilarutkan dalam 50 mL akuades dalam gelas kimia 100 mL
- dipindahkan ke dalam labu takar 250 mL
- ditandabatkan

Larutan KCN 0,2 M

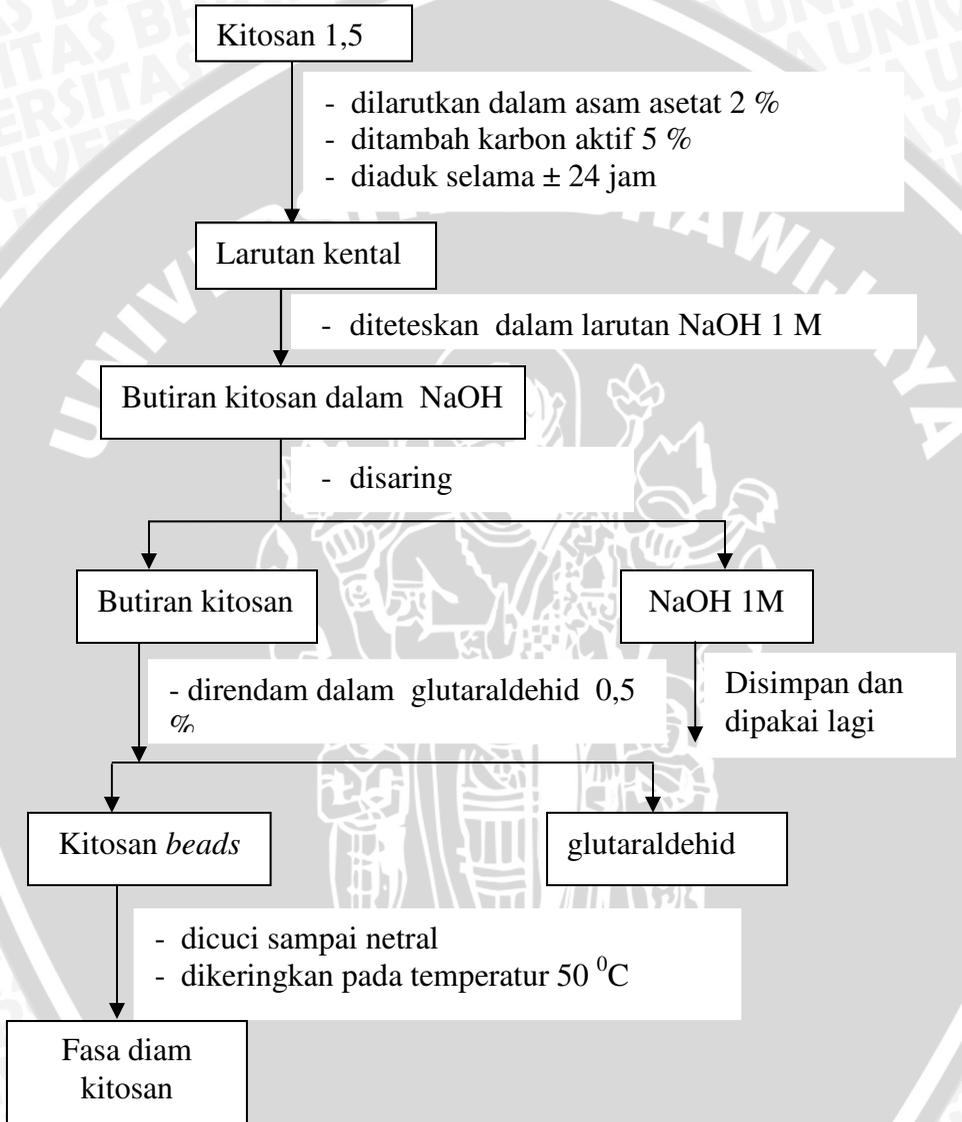
4.1.2 Pembuatan $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ 1000 ppm

0,5 g serbuk emas

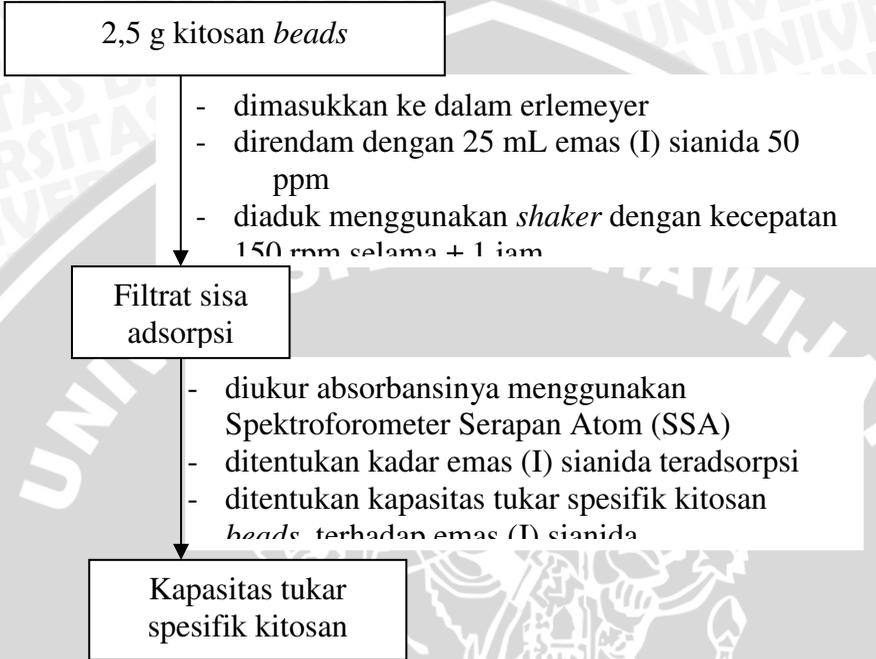
- dilarutkan dalam 50 mL KCN 0,2 M
- dilakukan aerasi sambil diaduk hingga serbuk larut (\pm selama 1 minggu)
- dipindahkan ke dalam labu takar 500 mL
- ditandabatkan

Larutan emas sianida

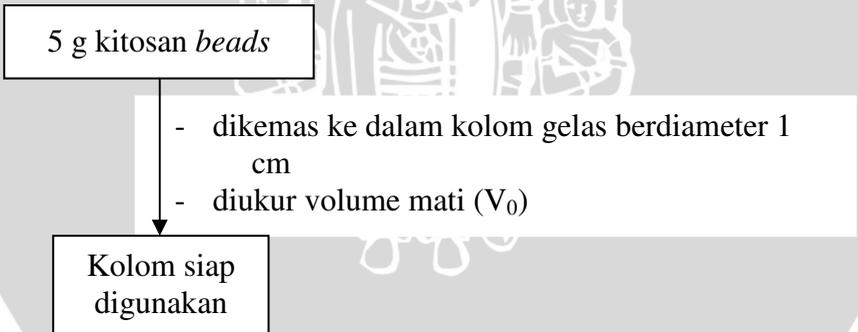
4.2 Pembuatan Fasa Diam Berbahan Kitosan dan preparasi kolom



4.3 Penentuan kapasitas tukar spesifik butiran kitosan

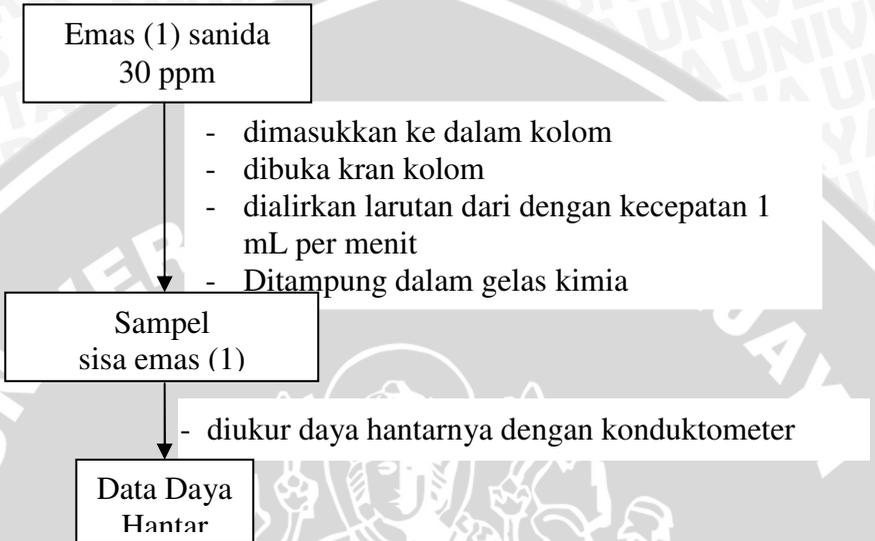


4.4 Preparasi Kolom

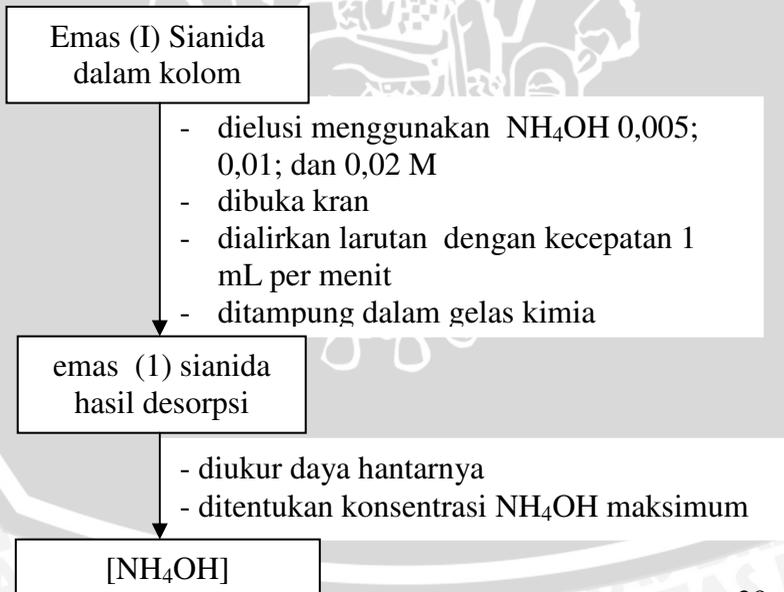


4.5 Optimasi Konsentrasi Fasa Gerak NH_4OH

4.5.1 Retensi Emas (1) sianida

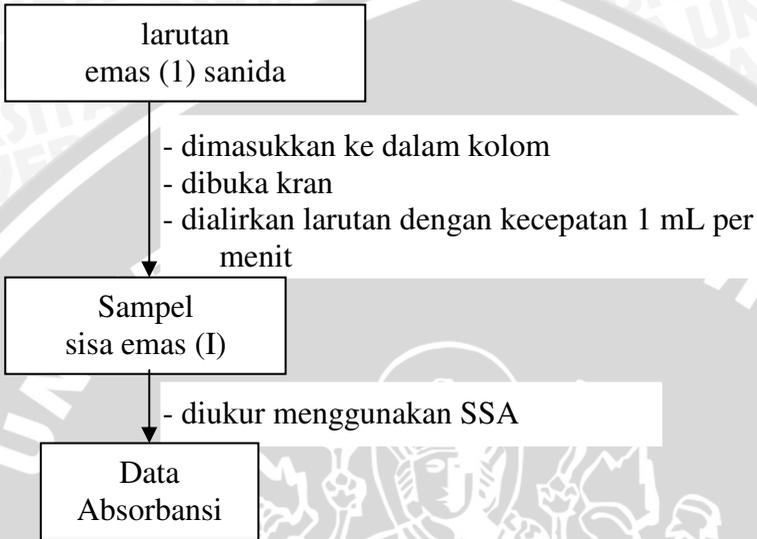


4.5.2 Elusi Emas (1) sianida

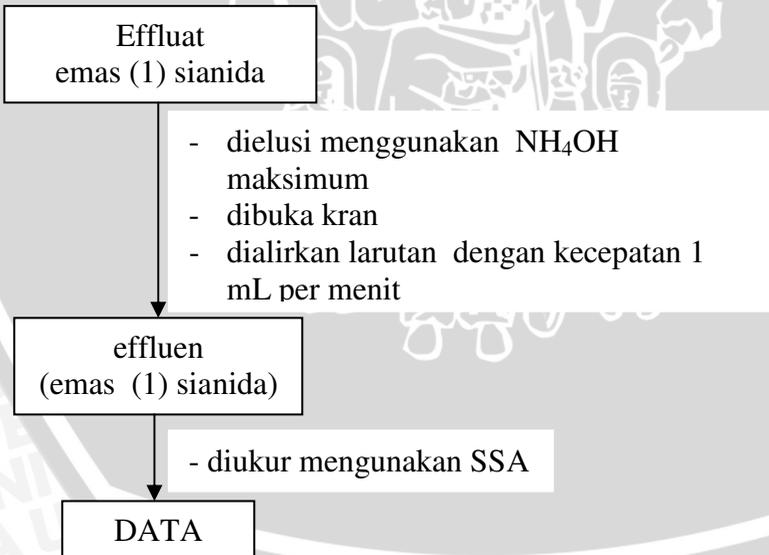


4.6 Uji Recovery Emas (I) Sianida

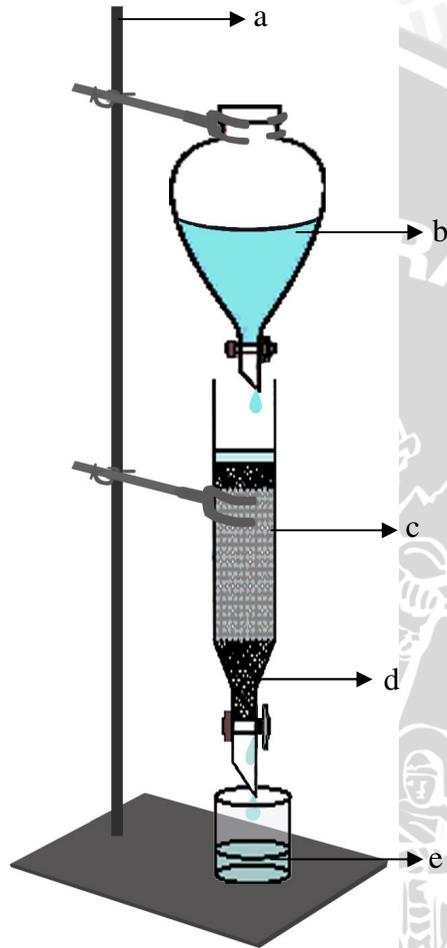
4.6.1 Retensi Emas (I) sianida



4.6.2 Elusi Emas (1) Sianida



LAMPIRAN 5. Gambar Kolom Kromatografi



Gambar L.5 Kolom

Keterangan:

- a. Statif
- b. Corong pisah berisi fasa gerak NH_4OH
- c. Kolom berisi fasa diam kitosan
- d. Glasswool
- e. Fraksi eluat

LAMPIRAN 6. Perhitungan Persamaan Regresi dan Koefisien Korelasi Kurva Baku Emas

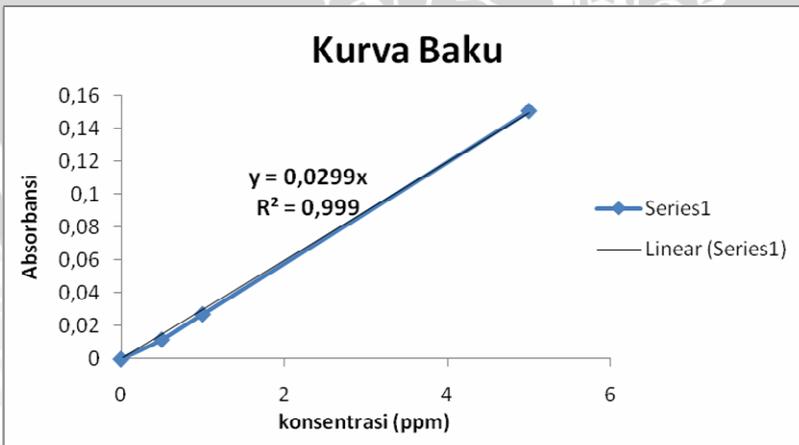
Tabel L.6 Data perhitungan persamaan regresi dan koefisien korelasi kurva baku

No	[Au(CN) ₂] (ppm) (X)	Absorbansi (Y)	X ²	Y ²	XY
1	0	0	0	0	0
2	0,5	0,01175	0,25	0,000138	0,005875
3	1	0,02715	1	0,000737	0,02715
4	5	0,15025	25	0,022575	0,75125
Σ			26,25	0,02345	0,784275

Berdasarkan data dalam tabel tersebut untuk nilai a dan r dari persamaan garis dihitung sebagai berikut:

$$a = \frac{\sum xy}{\sum x^2} = \frac{0,784275}{26,25} = 0,0299$$

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{\sum x^2 \sum y^2}} = \frac{0,784275}{\sqrt{26,25 \times 0,02345}} = 0,9996$$



Gambar L.6 Kurva Baku Hubungan Absorbansi & Konsentrasi Emas (I)

LAMPIRAN 7. Data Hasil Penelitian

Tabel L.7.1 Data Daya Hantar Hasil Elusi Pada Konsentrasi NH_4OH 0,005 M

Volume (mL)	Daya Hantar ($\mu\text{S}/\text{cm}$)		Rata-Rata
	Ulangan 1	Ulangan 2	
0	0	0	0
5	9,5	6,6	8,05
10	13,9	15,5	14,7
15	9	9,4	9,2
20	8,2	2,1	5,15
25	3,7	1,3	2,5
30	1,9	0,2	1,05
35	2,1	0,1	1,1

Tabel L.7.2 Data Daya Hantar Hasil Elusi Pada Konsentrasi NH_4OH 0,01M

Volume (mL)	Daya Hantar ($\mu\text{S}/\text{cm}$)		Rata-Rata
	Ulangan 1	Ulangan 2	
0	0	0	0
5	5,2	5	5,1
10	13,7	16	14,85
15	7,1	11,4	9,25
20	3,6	7,3	5,45
25	0	4,6	2,3
30	0	3,2	1,6
35	0	3,3	1,65

Tabel L.7.3 Data Daya Hantar Hasil Elusi Pada Konsentrasi NH_4OH 0,02 M

Volume (mL)	Daya Hantar ($\mu\text{S}/\text{cm}$)		Rata-Rata
	Ulangan 1	Ulangan 2	
0	0,5	0	0,25
5	5	4,4	4,7
10	16,5	15,4	15,95
15	7,6	9,3	8,45
20	3,1	6,6	4,85
25	1,6	3,5	2,55
30	0,9	3,7	2,3
35	0	4	2

Tabel L.7.4 Data *Recovery* (%) dari Pengukuran Daya Hantar

$[\text{NH}_4\text{OH}]$ (M)	<i>Recovery</i> (%)
0,005	44,83
0,01	51,58
0,02	53,89

Tabel L.7.5 Data Absorbansi Emas Dengan Konsentrasi NH_4OH 0,02M

Sampel	Absorbansi Au	Konsentrasi Au (ppm)
Standar $[\text{Au}(\text{CN})_2]^-$ 30 ppm	0,847	30
Teretensi	0,2089	7,40
Terelusi 1	0,3454	12,24
Terelusi 2	0,2071	7,34
Terelusi 3	0,0989	3,50
Terelusi 4	0,0445	1,58
Terelusi 5	0,0144	0,51

Tabel L.7.6 Data Uji *Recovery* (%) Emas (I) Pada Berbagai Konsentrasi

C_{Au+} awal (ppm)	Fraksi	A_1	A_2	$A_{rata-rata}$	C_{Au+} (ppm)	Massa (mg)
0,5	Sisa	0,0117	0,0117	0,0117	0,3913	0,0391
	Fraksi1	0,0103	0,0094	0,0099	0,3294	0,0033
	Fraksi2	0,0056	0,0201	0,0129	0,4298	0,0043
1	Sisa	0,0267	0,0188	0,0228	0,7609	0,0761
	Fraksi1	0,0190	0,0342	0,0266	0,8896	0,0089
	Fraksi2	0,0050	0,0083	0,0067	0,2224	0,0022
5	Sisa	0,1422	0,1151	0,1287	4,3027	0,4303
	Fraksi1	0,1074	0,1272	0,1173	3,9231	0,0392
	Fraksi2	0,0223	0,0412	0,0318	1,0619	0,0106

Tabel L.7.7 Data *Recovery* (%) Emas(I)

C_{Au+} (ppm)	Massa Emas (mg)			<i>Recovery</i> (%)
	Awal (10^{-2})	Teretensi (10^{-2})	Terelusi (10^{-2})	
0,5	5	1,09	0,76	15,25
1	10	2,39	1,11	11,37
5	50	6,97	4,99	9,97

LAMPIRAN 8. Contoh Perhitungan

1. Recovery Emas (I) Sianida untuk 0,5 ppm Emas (I) Sianida

- Emas(I) awal 0,5 ppm

$$\begin{aligned}\text{Massa emas (I) awal} &= [\text{Au}] \text{ awal (ppm)} \times \text{Volume (L)} \\ &= 0,5 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} = 5 \cdot 10^{-2} \text{ mg}\end{aligned}$$

- Emas (I) terelusi

$$\text{Persamaan kurva baku } y = 0,0299 x$$

$$\text{Absorbansi Au terelusi} = 0,0099 + 0,0129 = 0,0228$$

$$[\text{Au}] \text{ terelusi (x)} = 0,0228/0,0299 = 0,7625 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Au terelusi} &= [\text{Au}] \text{ terelusi (ppm)} \times \text{Volume (L)} \\ &= 0,7625 \text{ mg/L} \times 0,01 \text{ L} \\ &= 7,625 \cdot 10^{-3} \text{ mg}\end{aligned}$$

- Persen emas (I) terecovery

$$\begin{aligned}\text{Recovery (\%)} &= \frac{\text{Massa Au terelusi}}{\text{Massa Au awal}} \times 100\% \\ &= \frac{7,625 \cdot 10^{-3} \text{ mg}}{5 \cdot 10^{-2} \text{ mg}} \times 100\% = 15,25 \%\end{aligned}$$

2. Recovery Emas (I) Sianida untuk 1 ppm Emas (I) Sianida

- Emas (I) awal 1 ppm

$$\begin{aligned}\text{Massa emas (I) awal} &= [\text{Au}] \text{ awal (ppm)} \times \text{Volume (L)} \\ &= 1 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} = 0,1 \text{ mg}\end{aligned}$$

- Emas (I) terelusi

$$\text{Persamaan kurva baku } y = 0,0299 x$$

$$\text{Absorbansi Au terelusi} = 0,0266 + 0,0067 = 0,0333$$

$$[\text{Au}] \text{ terelusi (x)} = 0,0333/0,0299 = 1,1137 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}\text{Massa Au terelusi} &= [\text{Au}] \text{ terelusi (ppm)} \times \text{Volume (L)} \\ &= 1,1137 \text{ mg/L} \times 0,01 \text{ L} \\ &= 1,1137 \cdot 10^{-2} \text{ mg}\end{aligned}$$

- Persen emas (I) terecovery

$$\begin{aligned}\text{Recovery (\%)} &= \frac{\text{Massa Au terelusi}}{\text{Massa Au awal}} \times 100\% \\ &= \frac{1,1137 \cdot 10^{-2} \text{ mg}}{0,1 \text{ mg}} \times 100\% = 11,37 \%\end{aligned}$$

3. *Recovery* Emas (I) Sianida untuk 1 ppm Emas(I) Sianida

- Emas(I) awal 5 ppm

$$\begin{aligned} \text{Massa emas (I) awal} &= [\text{Au}] \text{ awal (ppm)} \times \text{Volume (L)} \\ &= 5 \text{ mg/L} \times 0,1 \text{ L} = 0,5 \text{ mg} \end{aligned}$$

- Emas (I) terelusi

$$\text{Persamaan kurva baku } y = 0,0299 x$$

$$\text{Absorbansi Au terelusi} = 0,1173 + 0,0318 = 0,1491$$

$$[\text{Au}] \text{ terelusi (x)} = 0,1491 / 0,0299 = 4,9866 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa Au terelusi} &= [\text{Au}] \text{ terelusi (ppm)} \times \text{Volume (L)} \\ &= 4,9866 \text{ mg/L} \times 0,01 \text{ L} \\ &= 4,9866 \cdot 10^{-2} \text{ mg} \end{aligned}$$

- Persen emas (I) *terecovery*

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{\text{Massa Au terelusi}}{\text{Massa Au awal}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned} &= \frac{4,9866 \cdot 10^{-2} \text{ mg}}{0,5 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 9,97 \% \end{aligned}$$

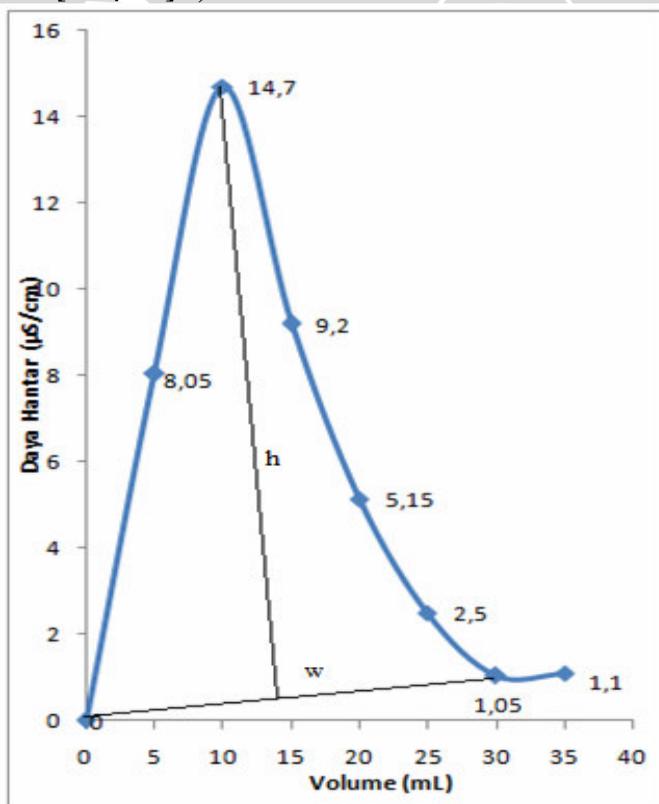
LAMPIRAN 9. Penentuan Luas Puncak Kromatogram dari Pengukuran Daya Hantar

Luas puncak kromatogram (A) dihitung berdasarkan lebar puncak kromatogram (w) dan tinggi puncak kromatogram (h) (Braithwaite 1985; Skoog dkk, 1994) sesuai persamaan (2.9)

$$A = \frac{1}{2} w h$$

Keterangan : A = Luas puncak kromatogram
w = Lebar puncak kromatogram
h = Tinggi puncak kromatogram

- $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,005 M

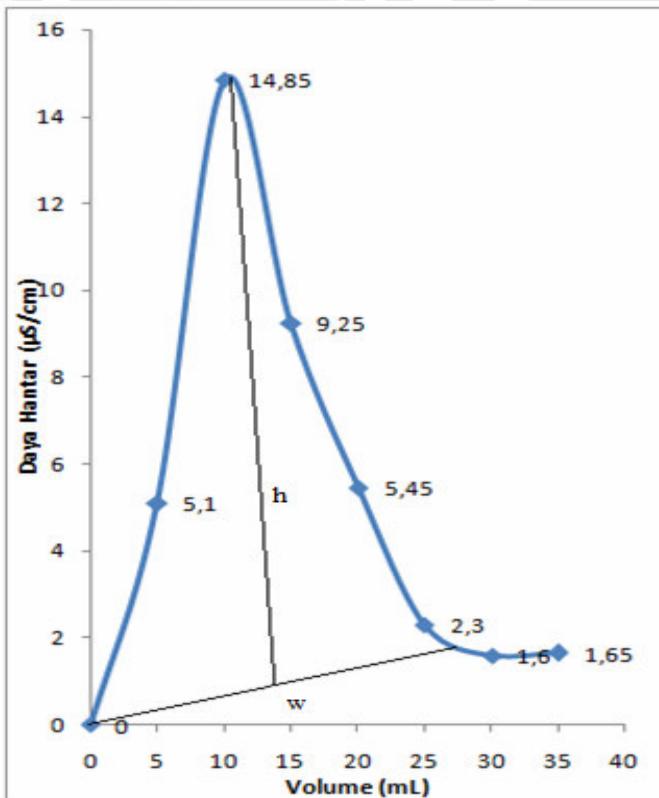


Gambar L.9.1 Luas puncak kromatogram untuk $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,005 M

Diketahui : $w = 28,5 \text{ cm}$
 $h = 14 \text{ cm}$

$$\begin{aligned} \text{Luas} &= \frac{1}{2} \times 28,5 \text{ cm} \times 14 \text{ cm} \\ &= 199,5 \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

- $[\text{NH}_4\text{OH}] \text{ 0,01 M}$

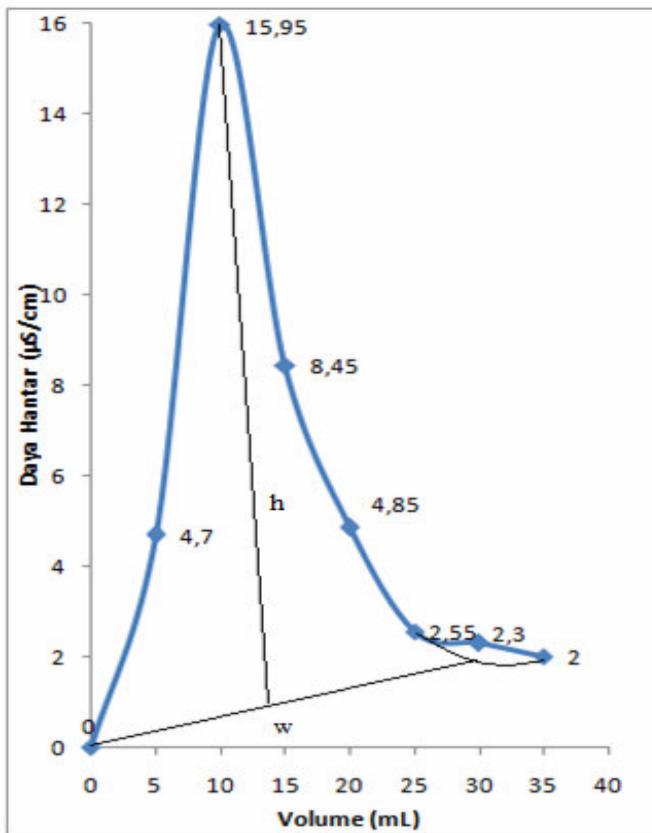


Gambar L.9.2 Luas puncak kromatogram untuk $[\text{NH}_4\text{OH}] \text{ 0,01 M}$

Diketahui : $w = 28,89 \text{ cm}$
 $h = 14,15 \text{ cm}$

$$\text{Luas} = \frac{1}{2} \times 28,89 \text{ cm} \times 14,15 \text{ cm} = 204,4 \text{ cm}^2$$

- $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,02 M



Gambar L.9.3 Luas puncak kromatogram untuk $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,02 M

Diketahui : $w = 28,5$ cm

$h = 14$ cm

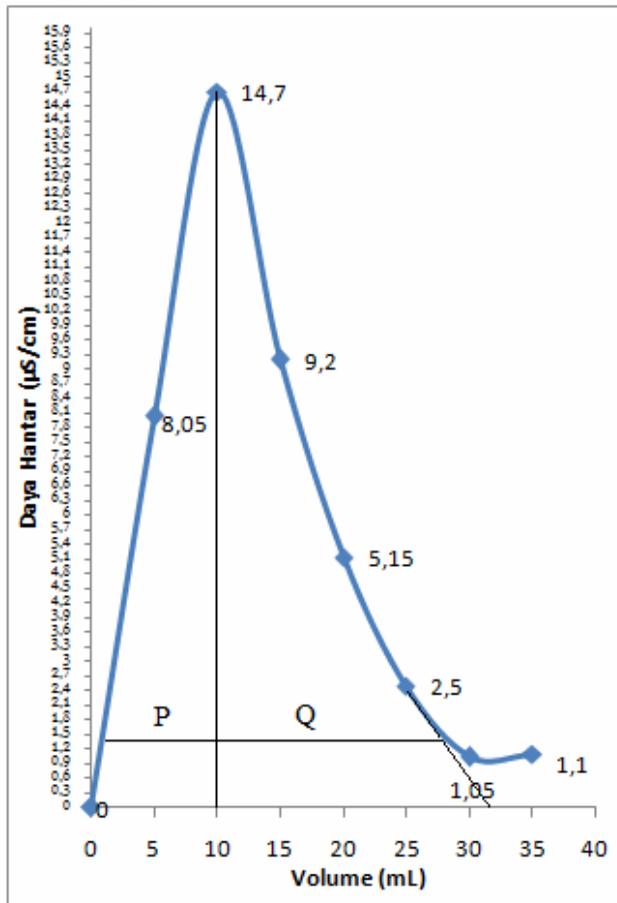
$$\begin{aligned} \text{Luas} &= \frac{1}{2} \times 32,18 \text{ cm} \times 15,23 \text{ cm} \\ &= 245,05 \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

LAMPIRAN 10. Penentuan Harga Faktor Asimetri (T) dari Tiap Bentuk Kromatogram

Faktor asimetri T merupakan perbandingan jarak A dan B antara pusat garis vertikal dengan slope distribusi pada 10% dari tinggi puncak sesuai persamaan (2.10)

$$T = \frac{Q}{P}$$

- $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,005 M



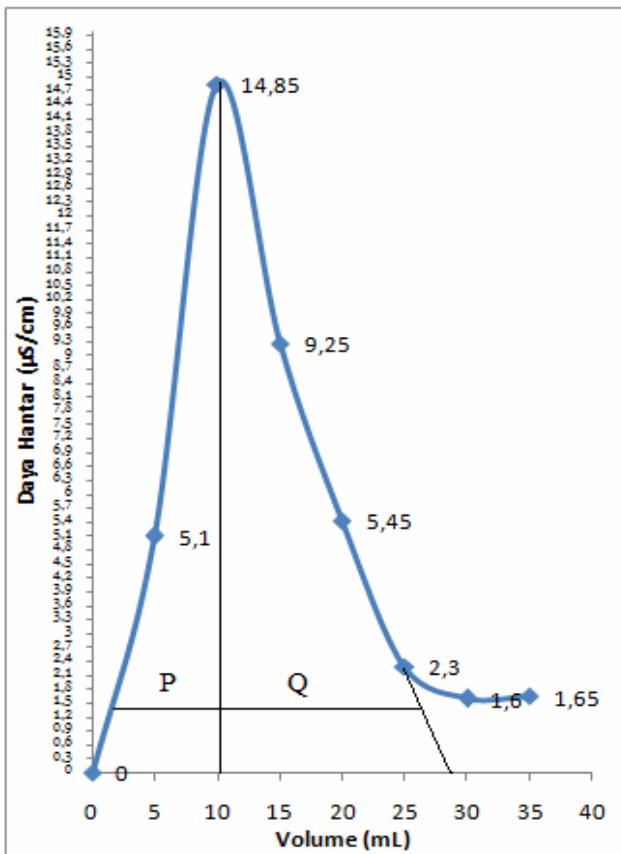
Gambar L.10.1 Faktor asimetri T untuk $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,005 M

Diketahui : P = 9,17 cm

Q = 18,89 cm

$$\text{Faktor Asimetri (T)} = \frac{Q}{P} = \frac{18,89 \text{ cm}}{9,17 \text{ cm}} = 2,06$$

- [NH₄OH] 0,01 M



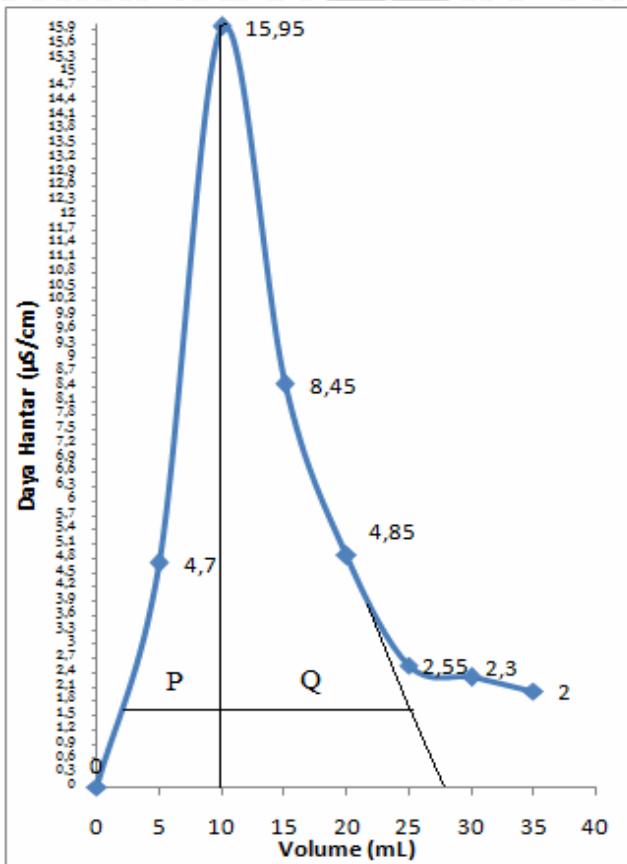
Gambar L.10.2 Faktor asimetri T untuk [NH₄OH] 0,01 M

Diketahui : P = 8,89 cm

Q = 16,67 cm

$$\text{Faktor Asimetri (T)} = \frac{Q}{P} = \frac{16,67 \text{ cm}}{8,89 \text{ cm}} = 1,88$$

- $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,02 M



Gambar L.10.3 Faktor asimetri T untuk $[\text{NH}_4\text{OH}]$ 0,02 M

Diketahui : P = 8,54 cm

Q = 15,17 cm

$$\text{Faktor Asimetri (T)} = \frac{Q}{P} = \frac{15,17 \text{ cm}}{8,54 \text{ cm}} = 1,78$$