



**SKRIPSI – SK 141501**

**PENINGKATAN KADAR EMAS PADA BATUAN DARI  
GUNUNG BOTAK PULAU BURU (MALUKU)  
DENGAN PELARUTAN ASAM DAN KOMBINASI  
ASAM DENGAN KALIUM IODIDA**

**BIAS ROBBY BIDARI**

**NRP. 1411 100 062**

**Dosen Pembimbing**

**Suprpto, M.Si, Ph.D**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU  
PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**



**SCRIPT – SK 141501**

**BENEFICIATION OF GOLD ORE FROM MOUNT  
BOTAK BURU ISLAND (MALUKU) BY ACID AND  
ACID AND POTASSIUM IODIDE LEACHING**

**BIAS ROBBY BIDARI**

**NRP. 1411 100 062**

**Advisor Lecturer**

**Suprpto, M.Si, Ph.D**

**CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL  
SCIENCES  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**PENINGKATAN KADAR EMAS PADA BATUAN DARI  
GUNUNG BOTAK PULAU BURU (MALUKU)  
DENGAN PELARUTAN ASAM DAN KOMBINASI  
ASAM DENGAN KALIUM IODIDA**

**TUGAS AKHIR**

Disusun oleh:

**BIAS ROBBY BIDARI**

NRP. 1411 100 062

Surabaya, 6 Juli 2015

Menyetujui,

Dosen Pembimbing



**Suprpto, M.Si, Ph.D**

NIP. 19720919 199802 1 002

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia



**Hamzah Fansuri, Ph.D**

NIP. 19691017 199412 1 001



# **PENINGKATAN KADAR EMAS PADA BATUAN DARI GUNUNG BOTAK PULAU BURU (MALUKU) DENGAN PELARUTAN ASAM DAN KOMBINASI ASAM DENGAN KALIUM IODIDA**

**Nama** : Bias Robby Bidari  
**NRP** : 1411 100 062  
**Jurusan** : Kimia FMIPA  
**Dosen Pembimbing** : Suprpto, M.Si., Ph.D

## **ABSTRAK**

Penelitian mengenai peningkatan kadar emas melalui pelarutan logam pengotor menggunakan asam klorida (HCl), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dan kombinasi asam dan kalium iodida pada batuan yang berasal dari Gunung Botak Pulau Buru (Maluku) telah dilakukan. Data XRD menyebutkan batuan merupakan mineral cinnabar. Kadar emas dalam sampel dianalisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pada penelitian ini, sampel yang dilarutkan dengan HCl mampu meningkatkan persen Au dalam sampel sebesar 52%. Pelarutan bertingkat dengan asam pada sampel tidak memberikan pengaruh peningkatan kadar Au dalam sampel yang signifikan. Kombinasi asam klorida (HCl) 5M dan kalium iodida 1,5M pada pelarutan sampel mampu meningkatkan persentase kadar Au hingga 186% dibandingkan sampel awal sebelum pelarutan.

**Kata kunci** : pelarutan, cinnabar, batuan, emas, UV-Vis.

# **BENEFICIATION OF GOLD ORE FROM MOUNT BOTAK BURU ISLAND (MALUKU) BY ACID AND ACID AND POTASSIUM IODIDE LEACHING**

**Name** : Bias Robby Bidari  
**NRP** : 1411 100 062  
**Department** : Chemistry  
**Advisor Lecturer** : Suprpto, M.Si., Ph.D

## **ABSTRACT**

A research on beneficiation of Buru Island (Maluku) gold ore by hydrochloric acid (HCl), sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), nitric acid (HNO<sub>3</sub>) and combination of acid-potassium iodide has been done. XRD characterization shows that the ore was cinnabar. Gold content in the residue was analyzed by UV-Vis spectrophotometer. HCl dissolution could increase gold content in the residue about 52%. Successive acid dissolution did not give any significant effect to the gold content. The combination of hydrochloric acid (HCl) and potassium iodide leaching for 30 minutes and stirred at 300 rpm could improve gold content significantly. The best conditions of gold dissolution was the combination of HCl 5M + KI 1,5M which increase the gold content up to 186% compared to the untreated sample.

**Keyword:** beneficiation, cinnabar, gold, spectrophotometry  
UV-Vis

## KATA PENGANTAR

*Alhamdulillahirobbil'alamin.* Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan naskah Tugas Akhir yang berjudul **“Peningkatan Kadar Emas Pada Batuan Dari Gunung Botak Pulau Buru (Maluku) Dengan Pelarutan Asam Dan Kombinasi Asam Dengan Kalium Iodida”**. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Suprpto, M.Si., Ph.D., selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik atas fasilitas laboratorium yang telah diberikan hingga penelitian ini dapat terselesaikan.
3. Hamzah Fansuri, M.Si., Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah tugas akhir ini dapat terselesaikan.
4. Drs. M. Najib Mujahid, M.S., Sri Fatmawati, M.Sc., Ph.D., Prof. Dr. rer.nat Irmina Kris Murwani, M.Si., Dra. Harmami, M.Si., selaku dosen penguji yang telah membimbing dan memberikan dukungan.
5. Kedua orang tua, Angga Robby, Fadillah Marsha, Chem11TS, warga Lab. Instrumentasi dan Sains Analitik serta semua pihak yang selalu mendukung.

Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 18 Mei 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR .....	v
ABSTRAK .....	vi
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xiii
BAB I PENDAHULUAN .....	14
1.1 Latar Belakang .....	14
1.2 Permasalahan .....	16
1.3 Tujuan .....	16
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	18
2.1 Pengolahan Mineral Emas .....	18
2.2 Mineral Cinnabar .....	20
2.3 Ekstraksi dengan asam .....	23
2.4 Metode Analisis .....	26
2.4.1 Difraktometer sinar X (XRD) .....	26
2.4.2 Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDS) ..	27
2.4.3 ICP-OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy) .....	28
2.4.4 UV-Visible .....	30
2.4.5 Atomic Absorption Spectrometry (AAS) .....	33
BAB III METODE PENELITIAN .....	36
3.1 Alat dan Bahan .....	36
3.1.1 Alat .....	36
3.1.2 Bahan .....	36
3.2 Prosedur Penelitian .....	36
3.2.1 Preparasi Sampel .....	36
3.2.2 Analisis kandungan emas pada cuplikan .....	37
3.2.3 Pengaruh Perlakuan awal pada sampel dengan asam HNO <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas .....	37

3.2.4 Pengaruh Perlakuan Pelarutan bertingkat pada sampel dengan asam HNO <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas .....	37
3.2.5 Pengaruh perlakuan penambahan ion KI + asam HNO <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas .....	38
3.2.6 Pengaruh variasi penambahan KI + asam HCl 5M terhadap persentase kadar emas .....	38
3.2.7 Penentuan panjang gelombang maksimum untuk Au dengan pengompleks Rhodamin-B .....	38
3.2.8 Pembuatan kurva standar .....	39
3.2.9 Analisis sampel dengan spektrofotometer UV-Vis .....	39
3.2.10 Analisis sampel dengan spektrofotometer UV-Vis .....	40
BAB IV PEMBAHASAN .....	42
4.1 Analisis awal sampel batuan Pulau Buru (Maluku) .....	42
4.1.1 Analisis awal sampel dengan ICP (Inductively Coupled Plasma) .....	42
4.1.2 Analisis Sampel dengan XRD .....	43
4.1.3 Analisis Sampel dengan EDX .....	45
4.1.4 Analisis Sampel dengan UV-Vis .....	46
4.2 Pengaruh pelarutan pada sampel dengan asam HNO <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas .....	53
4.3 Pengaruh pelarutan bertingkat pada sampel dengan asam HNO <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas .....	56
4.4 Pengaruh perlakuan penambahan ion KI + asam HNO <sub>3</sub> , HCl, H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas .....	60
4.5 Pengaruh perlakuan pelarutan dengan asam HCl 5M + variasi konsentrasi KI terhadap persentase kadar emas .....	65

BAB V KESIMPULAN dan SARAN .....	70
5.1 Kesimpulan .....	70
5.2 Saran .....	70
DAFTAR PUSTAKA .....	72
LAMPIRAN A SKEMA KERJA .....	76
LAMPIRAN B PEMBUATAN LARUTAN .....	86
LAMPIRAN C .....	91

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Persen perolehan Hg pada 50% v/v HNO <sub>3</sub> dan 50% v/v HCl .....	24
Tabel 4.1 Hasil analisis menggunakan ICP .....	43
Tabel 4.2 Tabel persentase massa pada sampel .....	45
Tabel 4.3 Absorbansi untuk kompleks Au-Rhodamin B pada 556 nm .....	48
Tabel 4.4 Pengurangan massa sampel setelah dilarutkan dengan asam .....	54
Tabel 4.5 Massa hilang dari sampel setelah dilarutkan dengan asam .....	57
Tabel 4.6 Massa hilang dari sampel setelah dilarutkan dengan asam + KI .....	62
Tabel 4.7 Hasil uji AAS pada Fe dalam filtrat .....	65
Tabel 4.8 Massa hilang pada sampel yang dilarutkan dengan asam HCl + variasi konsentrasi KI .....	66
Tabel 4.9 Hasil analisis AAS kadar Fe dalam sampel yang dilarutkan dengan asam + variasi konsentrasi KI .....	68

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Contoh bongkahan logam emas .....	18
Gambar 2.2	Contoh batuan cinnabar .....	21
Gambar 2.3	Struktur atom cinnabar .....	22
Gambar 2.4	Pola XRD Cinnabar .....	22
Gambar 2.5	Pelindian HgS dengan 50% v/v HCl dengan penambahan senyawa berbeda .....	25
Gambar 2.6	Skema Alat ICP-OES .....	29
Gambar 2.7	Spektrofotometer UV-Vis .....	31
Gambar 2.8	Spektra UV-VIS H <sub>Au</sub> (Cl) <sub>4</sub> .....	33
Gambar 2.9	Skema alat spektroskopi serapan atom .....	34
Gambar 4.1	Gambar sampel awal batuan dari Pulau Buru .....	42
Gambar 4.2	Data pola XRD pada sampel awal .....	44
Gambar 4.3	Grafik hasil uji EDX sampel awal .....	45
Gambar 4.4	Puncak Au yang discanning dengan UV- Vis pada panjang gelombang 400-700 nm ..	47
Gambar 4.5	Kurva kalibrasi larutan kompleks emas rho-damin-B pada fasa diisopropil eter .....	49
Gambar 4.6	Sampel yang diendam dengan aqua regia selama 16 jam .....	50
Gambar 4.7	Penggunaan metode refluks dengan kondensor pada sampel yang telah direndam aqua regia.....	52

Gambar 4.8	Absorbansi pada batuan yang dilarutkan dengan asam HNO <sub>3</sub> , HCl dan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M ..	55
Gambar 4.9	Besar persentase kadar Au pada sampel yang dilarutkan dengan asam .....	56
Gambar 4.10	Grafik batang persentase kadar Au pada sampel pelarutan asam dan pelarutan asam bertingkat.....	59
Gambar 4.11	Persentase peningkatan Au dalam sampel..	60
Gambar 4.12	Hasil scanning UV-Vis pada sampel yang dilarutkan dengan KI + asam .....	62
Gambar 4.13	Massa Au dalam sampel yang dilarutkan dengan asam + KI .....	63
Gambar 4.14	Persentase peningkatan Au dalam sampel dilarutkan dengan asam + KI .....	64
Gambar 4.15	Grafik UV-Vis pada sampel yang dilarutkan dengan asam + variasi konsentrasi KI .....	67
Gambar 4.16	Kadar Au pelarutan sampel dengan asam HCl 5M + variasi konsentrasi KI .....	68

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Emas merupakan logam yang bernilai tinggi. Aplikasi logam emas tiap tahun mengalami perkembangan yang semakin pesat. Emas tidak hanya digunakan pada pembuatan perhiasan, namun juga aplikasi medis, pembuatan sensor dan industri elektronik. Logam emas digunakan di industri elektronik untuk pembuatan sirkuit yang membutuhkan kuantitas emas yang cukup besar. Hal ini disebabkan karena logam emas yang mempunyai sifat konduktor paling baik dan bersifat tahan terhadap korosi serta tahan terhadap suhu yang tinggi. Perkembangan emas yang pesat menimbulkan tingginya permintaan dunia akan emas (Yanuar, 2015).

Eksplorasi emas di Indonesia terjadi di berbagai daerah. Pada Januari 2012, penduduk di Pulau Buru Maluku menemukan daerah sumber galian emas di Gunung Botak dan daerah Gogorea (Desa Wamsait Waeapo, Kabupaten Buru, Maluku). Hingga November 2012, tercatat sekitar 105.000 penduduk asli Pulau Buru bermata pencaharian sebagai pendulang emas. Pendulang emas di Pulau Buru terdapat sekitar 100.000 penduduk aslinya beroperasi di Gunung Botak dan sekitar 5.000 penambang tradisional lainnya beroperasi di daerah Gogorea. Potensi Pulau Buru ini menyebabkan Pulau Buru menjadi target sasaran dari berbagai pendulang-pendulang emas tradisional di seluruh Indonesia (Idrus *et al*, 2014)

Pendulang emas tradisional umumnya menggunakan metode amalgamasi. Metode amalgamasi ini sangat umum digunakan oleh para pendulang emas karena memang mudah dalam pengolahannya dan biaya yang cukup murah tanpa tahu dampak yang ditimbulkan maupun keefektifan dari pelarut ini (Yanuar, 2011). Widodo pada tahun 2011 menyebutkan

bahwa Hg bersifat toksik dan perolehan emas dengan menggunakan metode amalgamasi relatif sedikit (<60 %) sehingga dapat dikatakan pemborosan sumber daya mineral. Selain amalgamasi, metode pelindian yang banyak digunakan adalah metode sianidasi namun sianida yang digunakan bersifat toksik dan mencemari lingkungan (Widodo,2011). Penelitian mengenai agen pelindi yang lebih ramah lingkungan saat ini telah banyak dikembangkan diantaranya penggunaan larutan hipoklorit dan ion klorida walaupun persen emas terekstrak masih rendah, juga penggunaan larutan hipoklorit ( $\text{OCl}^-$ ) yang dikombinasikan dengan larutan  $\text{NaCl}$  namun persen emas terekstrak hanya sebesar 42,7 % (Puvada dan Murty., 2000; Balhalha, 2007 ; Hasab et al., 2014)

Perolehan emas yang rendah pada proses pelindian disebabkan pada efisiensi penggunaan pereaksi pelindi. Efisiensi ini disebabkan oleh konsumsi pereaksi oleh logam mayor selain emas yang ada pada batuan mineral yang diolah oleh sebab itu peningkatan kadar emas dengan cara penghilangan logam mayor pengganggu menjadi penting untuk dilakukan (Kurnia, 2011). Pada batuan pulau Buru yang mengandung emas, dari hasil *X-Ray Fluorocence* (XRF) dan *X-Ray Diffractometer* (XRD), logam pengotor utamanya adalah besi dan merkuri dalam bentuk hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan cinnabar ( $\text{HgS}$ ) (Yanuar, 2015).

Peningkatan kualitas bijih emas kadar rendah dapat dilakukan menggunakan pelarutan bertingkat dengan menggunakan asam klorida ( $\text{HCl}$ ), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), dan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ). Logam-logam mayor yang dianggap sebagai pengganggu dapat larut dalam pelarut asam sehingga kadar bijih emas meningkat dan *recovery* emas dapat maksimal (Kurnia, 2011). Emas yang berasosiasi di alam dalam bentuk batuan Cinnabar ( $\text{HgS}$ ) mengandung unsur merkuri antara 0,1 - 4%. Agen pengekstrak yang umum yaitu  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HCl}$  telah dipelajari untuk melindi Hg pada batuan cinnabar.  $\text{HNO}_3$  mampu mengekstrak sekitar 5% sedangkan

HCl mampu mengekstrak hingga 50%. Penelitian tersebut juga menyebutkan bahwa adanya KI pada HCl mampu mengekstrak lebih banyak HgS sedangkan batuan yang mengandung halida tinggi tidak efektif jika digunakan bersama  $\text{HNO}_3$  namun keadaan ini bergantung pada jenis mineral yang diselidiki (Martinez et.al, 2005).

Penelitian yang akan dilakukan adalah pelarutan menggunakan asam klorida (HCl), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pada batuan yang berasal dari pulau Buru (Maluku) untuk menghilangkan pengotor selain Au. Penelitian ini juga akan mengamati pengaruh pelarutan bertingkat dan penambahan KI yang dikombinasikan dengan asam. Perlakuan ini dilakukan sebelum pelindian untuk meningkatkan kualitas bijih emas agar tidak banyak pelarut yang terbuang pada saat pelindian.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang disampaikan, permasalahan yang diangkat adalah perolehan emas melalui pelindian langsung umumnya relatif rendah. Hal ini disebabkan adanya logam selain emas yang ikut bereaksi dengan pereaksi untuk pelindian emas. Pada penelitian ini akan dilakukan pelarutan menggunakan asam klorida (HCl), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pada batuan yang bersal dari pulau Buru (Maluku). Penelitian ini juga akan mengamati pengaruh pelarutan bertingkat dan penambahan KI yang dikombinasikan dengan asam.

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini antara lain untuk meningkatkan kadar emas pada batuan dari daerah pertambangan Pulau Buru (Maluku) dengan menghilangkan pengotornya melalui pelarutan dengan asam klorida (HCl), asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ), juga untuk mengetahui pengaruh pelarutan bertingkat serta penambahan

KI yang dikombinasikan dengan asam pada pengukuran kandungan emas.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Pengolahan Mineral Emas**

Emas adalah unsur kimia dalam Tabel periodik yang memiliki simbol Au (bahasa Latin: 'aurum') dan memiliki nomor atom 79 dan nomor massa 196,966 g/mol. Emas memiliki titik didih 3129 K (2856 °C), titik lebur 1337,33 K (1064,18 °C) dan densitas 19,3 g/cm<sup>3</sup>. Emas merupakan logam yang lunak, mudah ditempa, berwujud padat dan warnanya kuning (Yanuar, 2015). Contoh bongkahan logam emas ditunjukkan Gambar 2.1



Gambar 2.1 Contoh bongkahan logam emas

Emas tidak bereaksi dengan sebagian besar reaksi kimia namun dapat larut dalam sianida, merkuri dan aqua regia. Aplikasi logam emas tiap tahun mengalami perkembangan yang semakin pesat. Emas digunakan pada pembuatan perhiasan, aplikasi medis, pembuatan sensor dan industri elektronik. Logam emas digunakan di industri elektronik untuk pembuatan sirkuit yang membutuhkan

kuantitas emas yang cukup besar. Hal ini disebabkan karena logam emas yang mempunyai sifat konduktor paling baik dan bersifat tahan terhadap korosi serta tahan terhadap suhu yang tinggi. Di sisi lain, logam emas telah dikembangkan untuk pembuatan elektroda pada berbagai jenis sensor (Yanuar, 2015)

Emas yang berasosiasi dengan logam lain di alam biasanya mempunyai kadar yang sangat rendah. Banyak peneliti yang kemudian mempelajari pemisahan bijih emas dari logam lain yang mengikatnya. Metode yang digunakan beragam diantaranya metode pirometalurgi dan hidrometalurgi (Kurnia, 2011). Menurut Sigit pada tahun 2000, proses pemisahan dengan metode pirometalurgi membutuhkan waktu yang singkat, namun memerlukan suhu tinggi mencapai  $2000^{\circ}\text{C}$ . Teknik ini juga memberikan dampak terhadap pencemaran lingkungan. Teknik pirometalurgi untuk memisahkan logam seperti emas harus dilakukan pada bijih emas dengan kadar yang tinggi karena jika kadar emas rendah maka emas yang didapat relatif sedikit dan metode ini dapat dikatakan tidak efektif pada emas berkadar rendah. Sedangkan metode hidrometalurgi dijelaskan oleh Habashi pada tahun 1997 merupakan teknik pemisahan dengan reagen kimia untuk melarutkan logamnya. Teknik ini dapat diterapkan untuk memisahkan logam emas dari bijih emas yang berkadar rendah. Hidrometalurgi dilakukan karena semakin sulitnya ditemukan bijih emas kadar tinggi, disamping itu metode ini lebih ramah lingkungan dibandingkan dengan metode pirometalurgi. Produk yang dihasilkan juga memiliki kemurnian yang cukup tinggi. Beberapa keuntungan dari metode hidrometalurgi yang lain yaitu bijih tidak harus dipekatkan melainkan cukup dihancurkan menjadi bagian yang lebih kecil (Syarifuddin, 2011)

Pengolahan emas secara efisien akan sulit dicapai apabila bijih tidak diketahui sifat khasnya karena mineral-

mineral pengotor selain emas dapat menghambat proses ekstraksi. Dengan demikian, proses perolehan emas dari bijihnya bergantung pada jenis batuan dan jumlah unsur pengotor yang terlarut (Syarifuddin, 2011)

Ayis Kurnia kemudian dalam penelitiannya membahas tentang Benefisasi mineral (*mineral beneficiation*) merupakan metode dimana logam yang diinginkan dari suatu bijih akan terkonsentrasi melalui proses pemisahan fisik atau kimia yang bertujuan untuk menghilangkan pengotor-pengotor dari suatu bijih sebelum proses pemurnian. Penghilangan pengotor yang tidak diinginkan ini nantinya akan berdampak pada peningkatan *recovery* logam yang diinginkan (Kurnia, 2011).

## 2.2 Mineral Cinnabar

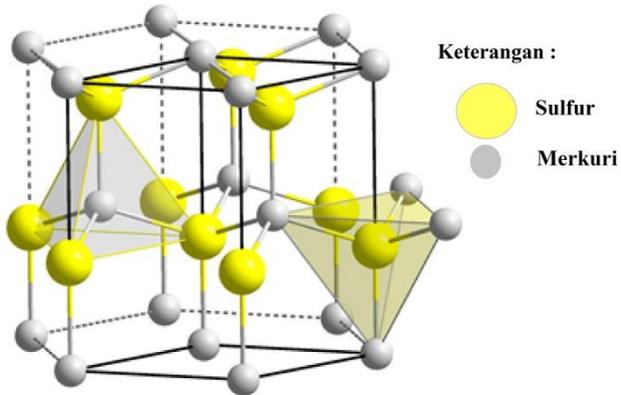
Cinnabar atau sering dikenal dengan sebutan merkuri merah adalah batuan yang mengandung merkuri. Cinnabar umumnya ditemukan dalam jumlah banyak, umumnya berwarna merah bata cerah. Cinnabar memiliki struktur kristal heksagonal, divisi trigonal. Cinnabar (HgS) mengandung unsur merkuri antara 0,1 - 4% (MSDS, 2001)

Cinnabar dalam senyawa kimia pada umumnya dituliskan dengan HgS, dengan kandungan Hg rata-rata sebanyak 86,2%. Cinnabar memiliki dua polimorf, yakni *metacinnabar* ( $\beta$ -HgS) dan *hypercinnabar* ( $\gamma$ -HgS). Struktur *cinnabar* adalah trigonal, sedangkan struktur *metacinnabar* adalah kubik dan struktur *hypercinnabar* adalah heksagonal. Pada *metacinnabar*, rumus dapat ditulis  $H_{1-n}S$ . Rumus untuk *hypercinnabar* dapat ditulis sebagai  $Hg_{0.91}Fe_{0.07}S$ . *Metacinnabar* adalah isomorf dengan sfalerit, hal ini memungkinkan bahwa HgS muncul sebagai produk oksidasi. Dalam beberapa penelitian juga disebutkan bahwa *cinnabar* mengandung Ni dan Cd hingga 2 ppm (King, 2002). Contoh batuan *cinnabar* ditunjukkan seperti Gambar 2.2.



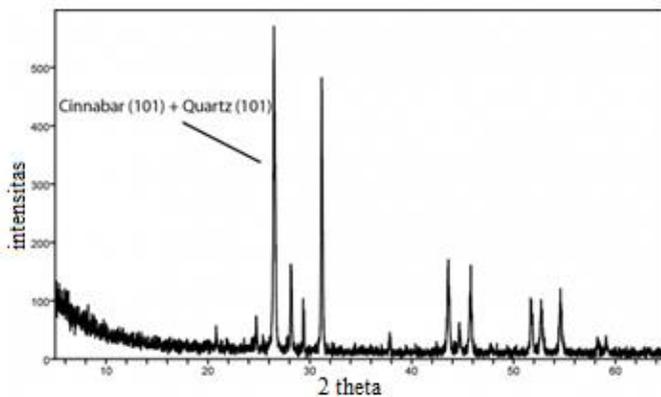
Gambar 2.2 Contoh batuan cinnabar

Struktur cinnabar berbeda dari sulfida lainnya, cinnabar ini memiliki rantai panjang Hg-S-Hg. Struktur metacinnabar adalah kubik dan isomorf dengan sfalerit, sementara hypercinnabar adalah heksagonal. Pada dasarnya, ada empat jenis struktur kimia dari batuan cinnabar ini : 1  $\alpha$  HgS - trigonal - cinnabar - suhu rendah; 2  $\beta$  HgS - kubik - metacinnabar - suhu sedang; 3 amorf HgS; 4  $\gamma$  HgS - heksagonal - hypercinnabar - suhu tinggi. Cinnabar  $\alpha$  adalah fase dominan dalam batuan karbonat pada suhu rendah, sedangkan fase  $\beta$  dan  $\gamma$  terjadi pada beberapa media sebagai jasperoids. Adanya Zn dan Fe dalam fase  $\beta$  dan  $\gamma$  menghambat transisi pada fase tersebut. Cinnabar merupakan bentuk simetri trigonal, sedangkan kristal dari polimorf suhu rendah dibawah 344 °C biasanya berbentuk rhombohedral, tetrahedral atau tabung. Cinnabar sendiri bersifat metastabil, cinnabar biasanya dapat berubah dalam bentuk logam merkuri (King, 2002)



Gambar 2.3 Struktur atom cinnabar dalam bentuk heksagonal (Buckley & Vernon, 1925)

Cinnabar memiliki pola XRD yang ditampilkan pada Gambar 2.4



Gambar 2.4 Pola XRD Cinnabar (William E. Brooks, 2008)

### 2.3 Ekstraksi dengan asam

Mineral emas yang dilarutkan dengan asam umumnya dengan teknik hidrometalurgi. Desmelita (1990) dengan HCl dengan konsentrasi 2% sebagai agen pengekstrak untuk melarutkan pengotor. Penelitian tersebut menyebutkan bahwa pencucian mineral dilakukan sebanyak 4 kali pencucian dengan tujuan menghilangkan logam besi yang akan larut dengan HCl. *Recovery* yang diperoleh sebesar 98% untuk emas (Desmelita, 1990). Pelarutan dengan asam HNO<sub>3</sub> salah satunya dilakukan oleh Zhang (1989). Zhang menggunakan asam nitrat sebagai pelarut pada *recovery* bijih besi yang dapat menghilangkan mineral sulfat >95% sehingga didapatkan peningkatan *recovery* untuk besi (Zhang & Muhammed, 1989).

Peningkatan *recovery* dari emas dalam batuan cinnabar diasumsikan dengan menghilangkan penyusun utama dalam batuan tersebut yakni Hg (merkuri). Hasil penelitian yang telah dilakukan untuk mencuci mineral yang mengandung Hg dengan kedua agen pelindi (HNO<sub>3</sub> dan HCl) menunjukkan bahwa perolehan Hg dalam pencucian HNO<sub>3</sub> hanya berkisar 4% sedangkan perolehan Hg lebih tinggi 50% dengan larutan HCl. HgS dapat dikatakan lepas secara menyeluruh dan lebih mudah dimobilisasi dengan larutan HCl (Martinez & Rucandio, 2005). Ketika batuan dicuci sekali dalam larutan asam, dimungkinkan masih ada logam yang belum larut maka pengotornya dapat dicuci kembali dengan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Nunez & Espiell, 1984)

Pengujian kadar logam dengan beberapa pelarut asam juga telah dilakukan oleh Rodolfo Fernandez Martinez (2005), mereka mengambil contoh sampel cinnabar yang diambil dari penambangan Amaden (Spanyol), awalnya mereka menggunakan asam HNO<sub>3</sub> dan HCl. Penelitian awal menyebutkan tidak ditemukan Hg terurai secara signifikan melalui ekstraksi tersebut. Data persentase Hg pada pelarutan

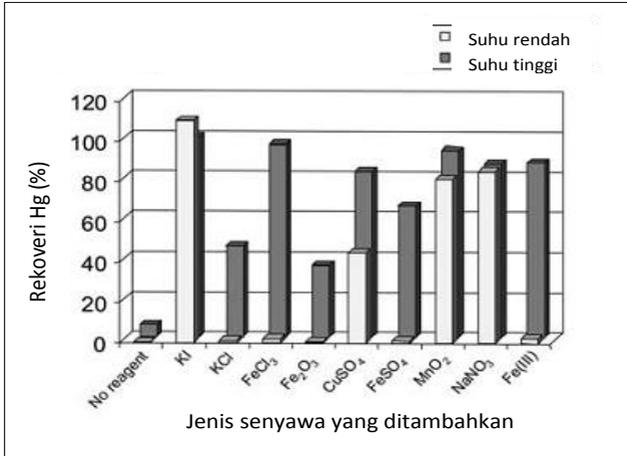
dengan asam HNO<sub>3</sub> dan HCl ditunjukkan pada Tabel 2.1 (Martinez & Rucandio, 2005)

Martinez dan Rucandio selanjutnya menggunakan beberapa reagen lain seperti NaNO<sub>3</sub>, CuSO<sub>4</sub>, MnO<sub>2</sub> dan KI. Hasil penelitian ditunjukkan pada Gambar 2.5 yang menampilkan data bahwa persentase Hg pada HCl dengan KI mampu meningkatkan perolehan Hg lebih dari 100% dalam suhu ruang. HCl dan KI dapat melarutkan Hg lebih baik karena akan terbentuk kompleks HgI<sub>4</sub><sup>2-</sup> yang stabil (Martinez dan Rucandio, 2005)

Tabel 2.1 Persentase perolehan Hg pada 50% v/v HNO<sub>3</sub> dan 50% v/v HCl

Species	HNO <sub>3</sub>	HCl
HgCl <sub>2</sub>	93.5±0.4 <sup>a</sup>	95.4±0.5
Yellow HgO	97.7±1.0	101±0.2
Red HgO	95.0±0.8	97.8±0.7
HgS	0.10±0.08	0.1±0.04
Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	0.6±0.2	4.7±0.9
HgSO <sub>4</sub>	98±7	96±3
Hg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	103±2	98.7±0.5
Cinnabar	0.40±0.10	0.3±0.03

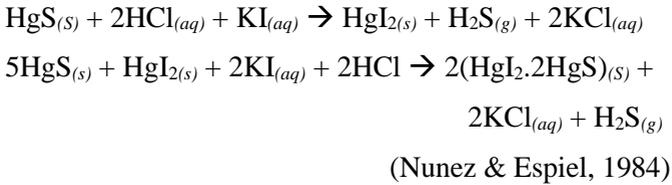
\* ± SD (n=3) (Martinez & Rucandio, 2005)



Gambar 2.5 Pelindian HgS dengan 50% v/v HCl dengan penambahan senyawa berbeda (Nunez dan Espiell, 1983)

Hasil ini didukung oleh Nunez dan Espiell (1983), yang menggunakan agen pelindi yakni HCl dan KI untuk melindi Hg. HgS disebutkan tidak larut dengan reagen HCl 1 M, setelah konsentrasi diubah menjadi 6 M, kelarutan untuk Hg meningkat. Kombinasi HCl dengan konsentrasi 4-5 M dengan KI 0,5-0,8 M, tampak bahwa persen merkuri yang terlindi mendekati maksimum (Nunez dan Espiell, 1984)

Pelindian dengan konsentrasi HCl yang tinggi 10M akan terbentuk endapan  $\text{HgI}_2$ , endapan ini menyebabkan tidak terbentuknya kompleks  $\text{HgI}_4^{2-}$ . Apabila konsentrasi KI yang digunakan tinggi namun HCl sebagai kombinasinya dengan konsentrasi yang lebih rendah maka terbentuk endapan berwarna kuning dari  $\text{HgI}_2 \cdot 2\text{HgS}$ . Reaksi ditunjukkan sebagai berikut :



Berdasarkan beberapa penelitian tersebut, larutan pelindi yang memiliki efektivitas baik untuk batuan cinnabar adalah HCl dengan KI. Namun tentu saja setiap keadaan akan berbeda bergantung pada jenis spesies yang terkandung dalam mineral tersebut.

## 2.4 Metode Analisis

### 2.4.1 Difraktometer sinar X (XRD)

Analisis dengan difraksi sinar X bertujuan untuk mengetahui terbentuknya suatu senyawa dengan membandingkan dengan pola difraksi standar yang telah ada. Analisis ini didasarkan pada adanya kristal yang terbentuk oleh keteraturan atom-atom yang tertata secara rapi. Difraksi sinar X ditandai dengan sudut difraksi ( $2\theta$ ) yang khas dari setiap bidang kristal. Setiap material yang memiliki struktur kristal akan memiliki pola difraksi yang tertentu pula, sehingga struktur suatu material dapat ditentukan berdasarkan pola difraksinya (Utomo & Rosyidah, 2010)

Prinsip kerja dari XRD ini dengan komponen sinar X yang menembak sampel berupa padatan. Sampel akan memantulkan sinar-X sesuai hukum Bragg. Detektor bergerak dengan kecepatan sudut yang konstan untuk mendeteksi berkas sinar-X yang dipantulkan oleh sampel. Partikel-partikel kristal tersusun acak dengan bidang-bidang kisi tertentu yang menimbulkan berbagai kemungkinan orientasi sudut tertentu. Hukum Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.13)$$

dimana :

$n$  : orde difraksi ( 1,2,3,...)

$\lambda$  : Panjang gelombang sinar-X

$d$  : Jarak antar kisi

$\theta$  : Sudut difraksi

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X di jatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan memantulkan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dipantulkan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Semakin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, semakin kuat intensitas pantulan yang dihasilkannya. Setiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak-puncak yang didapatkan dari data pengukuran ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut *JCPDS-International Centre for Diffraction Data*.

*Output* dari difraktometer biasanya berupa data analog atau digital dalam bentuk grafik yang terekam dengan detektor dalam sudut  $2\theta$  per menit, sehingga sumbu-x setara dengan sudut  $2\theta$ . Rekaman digital menunjukkan intensitas sinar-x terhadap jumlah intensitas cahaya per detik. Pola difraktogram yang dihasilkan adalah deretan puncak difraksi dengan intensitas relatif tertentu bergantung pada jumlah atom atau ion yang ada (Jamaluddin, 2010)

#### **2.4.2 Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (EDX)**

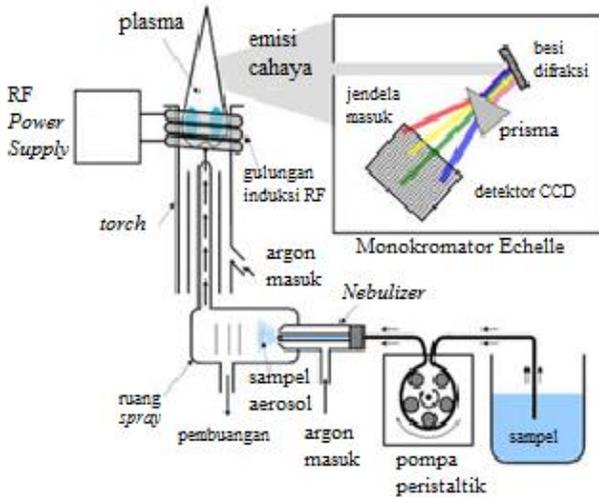
Teknik EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) digunakan untuk mengenali jenis atom

dipermukaan yang mengandung multi atom. Sebagian besar alat SEM dilengkapi dengan kemampuan ini. EDX dihasilkan dari Sinar X karakteristik, yaitu dengan menembakkan sinar X pada posisi yang ingin kita ketahui komposisinya. Setelah ditembakkan pada posisi yang diinginkan maka akan muncul puncak – puncak tertentu yang mewakili suatu unsur yang terkandung. Dengan EDX kita juga bisa membuat elemental mapping (pemetaan elemen) dengan memberikan warna berbeda – beda dari masing – masing elemen di permukaan bahan. EDX bisa digunakan untuk menganalisis secara kuantitatif dari persentase masing – masing elemen (Jamaluddin, 2010)

Terdapat empat komponen utama dari setup EDX yaitu sumber sinar, detektor sinarX, *pulse processor*, dan *analyzer*. Sebuah detektor digunakan untuk mengkonversi energi sinar-X ke tegangan sinyal, informasi ini dikirim ke *pulse processor* yang mengukur sinyal dan diteruskan ke sebuah analyzer untuk menampilkan data.

#### **2.4.3 ICP–OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy)**

Inductively Coupled Plasma (ICP) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk deteksi *trace metals* dalam sampel. Prinsip utama ICP dalam penentuan elemen adalah mengatomisasi elemen agar dapat memancarkan cahaya pada panjang gelombang tertentu sehingga dapat diukur. Skema alat ICP-OES ditunjukkan pada Gambar 2.6



Gambar 2.6 Skema Alat ICP-OES (Yanuar, 2015)

Perangkat keras ICP OES yang utama adalah plasma, dengan bantuan gas akan mengatomisasi elemen dari tingkat dasar sehingga akan tereksitasi ke tingkat tertentu dengan memancarkan energi. ICP-OES ini terdiri dari Plasma yang dilengkapi dengan tabung konsentris yang disebut *torch* yang pada umumnya terbuat dari silika. *Torch* ini terletak di dalam *water-cooled coil* dari generator *radio frequency* (r.f.) yang kemudian akan menghasilkan konduktivitas listrik. Selain itu terdapat introduction system (nebulizer), Transfer optics and spectrometer serta Computer interface (Vela *et al*, 1993)

Sampel yang akan dianalisis pada umumnya dipersiapkan dalam bentuk larutan. Nebulizer berfungsi untuk mengubah larutan sampel menjadi erosol. Cahaya emisi oleh atom suatu unsur dikonversi ke suatu sinyal listrik kemudian mengukur intensitas cahaya dengan *photomultiplier tube* pada panjang gelombang tertentu untuk setiap elemen. Intensitas

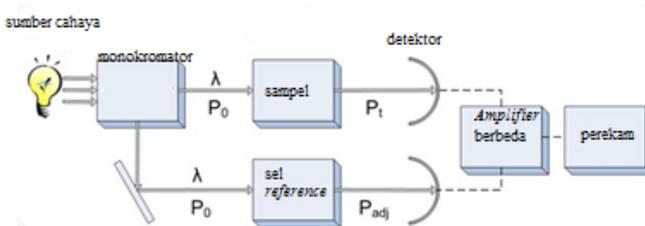
dari sinyal dibandingkan intensitas standart yang telah ditentukan. ICP dapat digunakan dalam analisis kuantitatif untuk jenis sampel bahan-bahan alam seperti batu, mineral, tanah, endapan udara, air, dan jaringan tanaman dan hewan, mineralogi, pertanian, kehutanan, peternakan, kimia ekologi, ilmu lingkungan dan industri makanan, termasuk pemurnian dan distribusi analisa elemen air yang tidak mudah dikenali oleh AAS seperti Sulfur, boraks, fosfor, Titanium, dan Zirconium (Vela *et al*, 1993)

#### **2.4.4 UV-Visible**

Spektrofotometri absorpsi molecular Ultra Violet-visible (Spektrofotometri UV-Vis) menggunakan teknik analisis berdasarkan perhitungan absorpsi dari UV atau radiasi oleh molekul yang terlihat kasat mata. Sebagian materi melakukan absorpsi pada daerah sinar UV ( $\lambda$  200-400 nm) dan lainnya pada daerah tampak/ visibel ( $\lambda$  400-750 nm). Spektrofotometer ini menggunakan satu sumber cahaya dilengkapi monokromator. Monokromator disini berfungsi untuk mengubah cahaya yang berasal dari sumber cahaya sehingga diperoleh cahaya hanya dengan satu jenis panjang gelombang ( Day R.A & Underwood A.L., 1999)

Instrumen pada spektrofotometri UV-Vis terdiri dari 6 komponen pokok, yaitu sumber radiasi, monokromator, wadah sampel (sel atau kuvet), detektor, recorder, read out. Prinsip kerja alat spektrofotometer UV-vis yakni sumber radiasi yang digunakan untuk spektroskopi UV-Vis adalah lampu tungsten. Cahaya yang dipancarkan sumber radiasi adalah cahaya polikromatik. Cahaya polikromatik UV akan melewati monokromator yaitu suatu alat yang paling umum dipakai untuk menghasilkan berkas radiasi dengan satu panjang gelombang (monokromator). Monokromator radiasi UV, sinar tampak dan infra merah adalah serupa yaitu mempunyai celah (slit), lensa, cermin dan perisai atau grating. Berkas-berkas cahaya dengan panjang tertentu kemudian akan

dilewatkan pada sampel yang mengandung suatu zat dalam konsentrasi tertentu. Skema alat spektrofotometer UV-Vis ditunjukkan pada gambar 2.7



Gambar 2.7 Spektrofotometer UV-Vis (Basset *et al*, 1994)

Cahaya yang diserap (diabsorpsi) dan ada pula yang dilewatkan. Cahaya yang diserap diukur sebagai absorbansi (A) sedangkan cahaya yang hamburkan diukur sebagai transmitansi (T). *Transmittance* (T) digunakan untuk menghitung absorbansi (A) :

$$A = -\log T$$

Melalui kondisi ideal, absorbans dianggap proporsional dengan konsentrasi analit melalui persamaan Beer's :

$$A = abc$$

dimana :

a = tetapan absorptivitas

b = jarak tempuh optik

c = konsentrasi

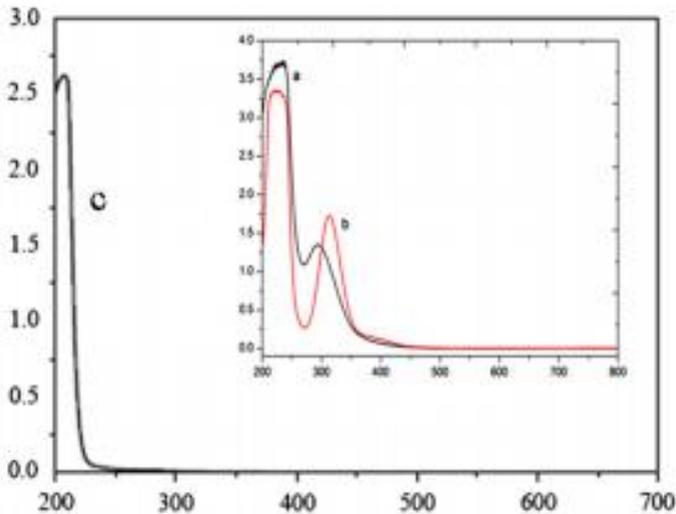
(Basset, et.al, 1994)

Pengukuran absorbansi atau transmitansi dalam spektroskopi UV – Vis digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif spesies kimia. Absorbansi spesies ini berlangsung dalam dua tahap, yang pertama yaitu  $M + h\nu \leftrightarrow M^*$ , merupakan eksitasi spesies akibat absorpsi foton ( $h\nu$ ). Tahap kedua adalah relaksasi dengan berubahnya  $M^*$  menjadi spesies baru dengan reaksi *fotokimia*. Absorpsi pada daerah UV –Vis menyebabkan eksitasi elektron. Puncak absorpsi ( $\lambda_{max}$ ) dapat dihubungkan dengan jenis ikatan yang ada dalam suatu senyawa. Oleh karena itu spektroskopi absorpsi berguna untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam suatu molekul dan untuk analisis kuantitatif. Senyawa yang mengabsorpsi dapat melakukan transisi yang meliputi elektron  $\pi$ ,  $\sigma$ ,  $n$ , elektron d dan f serta transfer muatan elektron (Hargis, 1988)

Hal-hal yang perlu diperhatikan diantaranya adalah larutan yang dianalisis merupakan larutan berwarna, apabila larutan yang akan dianalisis merupakan larutan yang tidak berwarna, maka larutan tersebut harus diubah terlebih dahulu menjadi larutan yang berwarna kecuali apabila diukur dengan menggunakan lampu UV. Panjang gelombang yang digunakan adalah panjang gelombang yang mempunyai absorbansi maksimal. Hal ini dikarenakan pada panjang gelombang maksimal, kepekaannya juga maksimal karena pada panjang gelombang tersebut, perubahan absorbansi untuk tiap satuan konsentrasi adalah yang paling besar. Selain itu disekitar panjang gelombang maksimal, akan terbentuk kurva absorbansi yang datar sehingga hukum Lambert-Beer dapat terpenuhi. Dan apabila dilakukan pengukuran ulang, tingkat kesalahannya akan kecil sekali (Khopkar, 2003)

Pengukuran konsentrasi emas dengan Spektrofotometer UV-Vis telah dilakukan oleh Emsal Yanuar (2011) menggunakan hukum Lambetr-Beer yang merupakan hubungan linearitas antara absorbansi dengan konsentrasi analit dalam cuplikan dimana konsentrasi analit dalam

cuplikan berbanding lurus dengan absorbansi. Penelitian dari Yanuar (2011) berdasarkan pada penelitian Shang *et al* (2013) yang telah menggunakan spektrofotometer UV-VIS lebih dahulu dalam menentukan panjang gelombang serapan pada  $\text{HAu}(\text{Cl})_4$  dan nanopartikel emas. Pada penelitian tersebut ditunjukkan pengaruh radiasi UV terhadap pembentukan nano partikel emas (Gambar 2.8.)

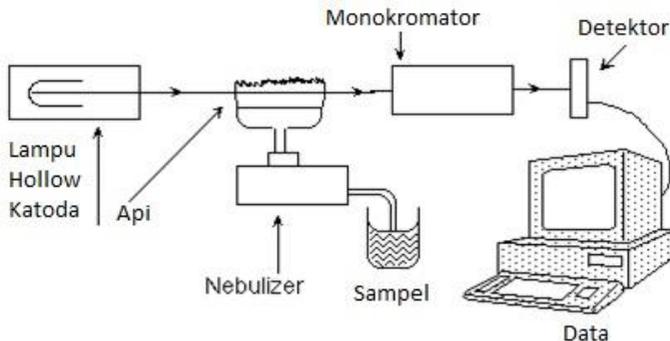


Gambar 2.8 Spektra UV-VIS  $\text{HAu}(\text{Cl})_4$  (a) sebelum radiasi, (b) setelah irradiasi 12 jam (c) setelah gemini 16-3-16 (Yanuar,2011)

### 2.4.5 Atomic Absorption Spectrometry (AAS)

Metode analisis spektrofotometri serapan atom adalah salah satu metode analisis kimia dengan teknik analisis berdasarkan adanya perubahan atau munculnya besaran sifat-sifat fisik karena interaksi materi dengan berbagai bentuk energi panas, energi radiasi, energi kimia dan energi listrik. AAS umum digunakan dalam analisis kuantitatif untuk

sejumlah logam dalam jumlah yang sangat kecil karena mempunyai kepekaan tinggi. *Output* dari analisis dengan metode ini adalah didapatkannya kadar total unsur dalam suatu cuplikan (Day & Underwood, 1999). Skema alat AAS ditunjukkan pada Gambar 2.9



Gambar 2.9 Skema alat spektroskopi serapan atom (Day dan Underwood, 1999)

Prinsip kerja pada metode ini hampir sama dengan metode fotometri nyala api hanya berbeda pada sumber energi yakni lampu katoda berongga (Hollow Cathode Lamp). Mulanya cuplikan dalam bentuk larutan diletakkan dalam wadah dan akan diserap oleh kapiler dan disempurnakan sebagai kabut halus dalam nyala api yang berbentuk memanjang. Setelah cuplikan dalam kabut halus mengalami berbagai proses dalam nyala api, maka akhirnya unsur logam yang dianalisis memunculkan atom-atom yang akan disinari dengan sinar yang sesuai dengan karakter atom sehingga terjadi adsorpsi sinar oleh atom-atom logam. Adsorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi unsur logam yang di analisis. Absorpsi sinar oleh atom-atom logam terjadi didalam nyala api (Yanuar, 2015)

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Alat dan Bahan**

#### **3.1.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas seperti gelas beaker, erlenmeyer, kaca arloji, spatula, pipet ukur, pipet tetes, pipet volum, corong, corong pisah, labu ukur, botol ampul. Selain itu digunakan peralatan untuk refluks yakni labu bulat leher dua, pompa air, hot plate, magnetic stirrer, oven, ayakan 40-60 mesh dan neraca analitik. Serta digunakan pula beberapa instrumen untuk analisis dan karakterisasi diantaranya Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES prodigy Leeman Laboratories), X-Ray Diffraction (XRD), Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) dan Spektrofotometer UV-Vis- Genesys 10 S serta Atomic Absorbtion Spektrofotometer (AAS). Selain itu digunakan pula kertas saring dan pH universal.

#### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain adalah sampel berupa batuan yang berasal dari kepulauan Buru (Maluku), HCl 37%, HNO<sub>3</sub> 65%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%, aquades, aquademin. Untuk analisis bahan yang digunakan yakni aquademin, NH<sub>4</sub>Cl 30%, Rhodamin B dan diisopropil eter.

### **3.2 Prosedur Penelitian**

#### **3.2.1 Preparasi Sampel**

Sampel awal ditumbuk hingga ukurannya halus, sampel kemudian diayak pada ukuran 40-60 mesh dan

dihomogenkan agar sampel terdistribusi secara merata. Selanjutnya dilakukan analisis kandungan batuan dengan instrumentasi XRD dan EDX.

### **3.2.2 Analisis kandungan emas pada cuplikan**

Kandungan emas pada cuplikan awal sebelum dilakukan pelarutan diukur sebagai pembandingan terhadap kandungan emas setelah dilakukan pelarutan. Kandungan emas pada sampel dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis (3.2.10) dan juga dengan instrumen ICP-OES.

### **3.2.3 Pengaruh Perlakuan awal pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas**

Sampel berukuran 40-60 mesh ditimbang sebanyak 20 gram. Sampel dilarutkan dengan asam<sup>(1)</sup> sebanyak 40 mL. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm kemudian disaring dengan kertas saring. Filtrat disimpan kemudian residu dikeringkan hingga uap air hilang dan setelah kering, residu dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis (3.2.10)

### **3.2.4 Pengaruh Perlakuan Pelarutan bertingkat pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas**

Residu hasil pelarutan dengan asam (3.2.3) diambil masing masing sebanyak 8 gram kemudian dilarutkan kembali dengan asam<sup>(1)</sup> sebanyak 16 mL. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm lalu disaring dengan kertas saring. Filtrat disimpan kemudian residu dikeringkan hingga uap air hilang dan setelah kering, residu dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis (3.2.10)

<sup>(1)</sup> HNO<sub>3</sub> 5M, HCl 5M dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M

### **3.2.5 Pengaruh perlakuan penambahan ion KI + asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas**

Sampel berukuran 40-60 mesh ditimbang sebanyak 20 gram. Sampel dilarutkan dengan KI 1 M + asam<sup>(1)</sup> sebanyak 40mL. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm lalu disaring dengan kertas saring. Filtrat disimpan kemudian residu dikeringkan hingga uap air hilang. Residu kemudian dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis (3.2.10)

<sup>(1)</sup> HNO<sub>3</sub> 5M, HCl 5M dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M

### **3.2.6 Pengaruh variasi penambahan ion KI + asam HCl 5M terhadap persentase kadar emas**

Sampel berukuran 40-60 mesh ditimbang sebanyak 20 gram. Sampel dilarutkan dengan HCl 5M + variasi konsentrasi KI yaitu 0,25M 0,5 M, 1,0 M dan 1,5 M sebanyak 40 mL. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm lalu disaring dengan kertas saring. Filtrat disimpan kemudian residu dikeringkan hingga uap air hilang. Residu kemudian dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis (3.2.10)

### **3.2.7 Penentuan panjang gelombang maksimum untuk Au dengan pengompleks Rhodamin-B**

Corong pisah disiapkan untuk ekstraksi. HCl 20% sebanyak 2,5 mL dimasukkan dalam corong pisah kemudian ditambahkan NH<sub>4</sub>Cl 30% 5 mL, diikuti dengan larutan emas standar 0,025 ppm. Rhodamin B 2,5 mL ditambahkan kedalam corong pisah. Corong pisah kemudian dikocok selama 30 detik agar larutan homogen. Pengekstrak yang digunakan adalah diisopropil eter yang ditambahkan pada campuran sebanyak 5 mL, kemudian dikocok kembali selama 30 detik. Setelah dirasa homogen, campuran dibiarkan sejenak agar terpisah antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa organik

ini yang selanjutnya digunakan untuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang scanning yang digunakan antara 400 nm hingga 650 nm. Panjang gelombang maksimum yang didapatkan dari scanning ini akan menjadi acuan diperolehnya kurva standar untuk pengukuran konsentrasi sampel.

### **3.2.8 Pembuatan kurva standar**

Corong pisah disiapkan untuk ekstraksi. HCl 20% sebanyak 2,5 mL dimasukkan dalam corong pisah kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  30% 5 mL dalam corong pisah, diikuti dengan larutan emas standar 0,150 ppm, 0,225 ppm, 0,300 ppm, 0,375 ppm, 0,450 ppm, dan 0,525 ppm lalu ditambahkan Rhodamin B 2,5 mL. Corong pisah kemudian dikocok selama 30 detik agar larutan homogen. Pengekstrak yang digunakan adalah diisopropil eter yang ditambahkan pada campuran sebanyak 5 mL, kemudian dikocok kembali selama 30 detik. Campuran kemudian dibiarkan sejenak agar terpisah antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa organik ini yang selanjutnya digunakan untuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang didapatkan dari scanning prosedur penelitian 3.2.7

### **3.2.9 Pembuatan blanko spektrofotometer UV-Vis**

. Corong pisah disiapkan untuk ekstraksi. HCl 20% sebanyak 2,5 mL dimasukkan dalam corong pisah kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  30% 5 mL dalam corong pisah, diikuti dengan  $\text{H}_2\text{O}$  10 mL lalu ditambahkan Rhodamin B 2,5 mL. Corong pisah kemudian dikocok selama 30 detik agar larutan homogen. Pengekstrak yang digunakan adalah diisopropil eter yang ditambahkan pada campuran sebanyak 5 mL, kemudian dikocok kembali selama 30 detik. Campuran dibiarkan sejenak agar terpisah antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa organik ini yang selanjutnya digunakan untuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang

maksimum yang didapatkan dari scanning prosedur penelitian 3.2.7 dengan kurva standar 3.2.8

<sup>(2)</sup>Filtrat yang akan dianalisis (hasil perendaman aqua regia dan refluks)

### **3.2.10 Analisis sampel dengan spektrofotometer UV-Vis**

Residu yang akan dianalisis dengan spektrofotometer ditimbang 3 gram dan ditaruh pada labu bulat leher dua (labu refluks) dan direndam selama 16 jam dengan aqua regia (21 mL HCl 37% + 7 mL HNO<sub>3</sub> 65%). Setelah direndam, direfluks pada suhu 130°C selama 2 jam. Hasil refluks dipisahkan antara residu dan filtratnya, filtrat kemudian diencerkan pada labu 100 mL dengan HCl 0,5 M. Filtrat<sup>(2)</sup> ini yang kemudian diuji kandungan emasnya dengan spektrofotometer UV-Vis.

Corong pisah disiapkan untuk ekstraksi. HCl 20% sebanyak 2,5 mL dimasukkan dalam corong pisah kemudian ditambahkan NH<sub>4</sub>Cl 30% 5 mL dalam corong pisah, diikuti dengan filtrat<sup>(2)</sup> yang diencerkan dengan H<sub>2</sub>O sampai 10 mL lalu ditambahkan Rhodamin B 2,5 mL. Corong pisah kemudian dikocok selama 30 detik agar larutan homogen. Pengekstrak yang digunakan adalah diisopropil eter yang ditambahkan pada campuran sebanyak 5 mL, kemudian dikocok kembali selama 30 detik. Campuran dibiarkan sejenak agar terpisah antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa organik ini yang selanjutnya digunakan untuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang didapatkan dari scanning prosedur penelitian 3.2.7 dengan kurva standar 3.2.8

<sup>(2)</sup>Filtrat yang akan dianalisis (hasil perendaman aqua regia dan refluks)

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB IV PEMBAHASAN**

### **4.1 Analisis awal sampel batuan Pulau Buru (Maluku)**

#### **4.1.1 Analisis awal sampel dengan ICP (Inductively Coupled Plasma)**

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah batuan yang berasal dari Pulau Buru (Maluku). Sampel A, B, C dan D adalah batuan di Pulau Buru (Maluku) yang diambil pada kedalaman yang berbeda-beda. Gambar sampel awal A, B, C dan D ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Gambar sampel awal batuan dari Pulau Buru (Maluku)

Hasil analisis ICP untuk sampel A, B, C dan D pada Tabel 4.1

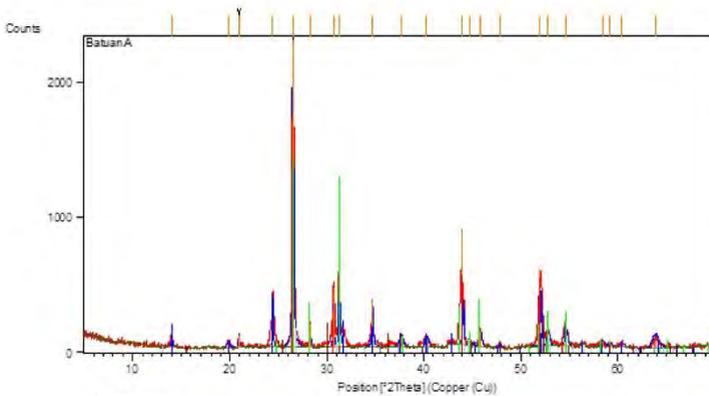
Tabel 4.1 Hasil analisis dengan ICP

Sampel	Jenis Uji	Kandungan Au (satuan dalam %, b/b)
A	Emas (Au)	0,0037
B		Tidak terdeteksi
C		0,0005
D		Tidak terdeteksi

Tabel 4.1 menunjukkan adanya kandungan Au (emas) pada sampel batuan dari Pulau Buru (Maluku). Dari data hasil uji ICP pada Tabel 4.1, kandungan emas paling banyak terdeteksi pada batuan sampel A yaitu sebesar 0,0037. Sampel yang kemudian digunakan pada penelitian selanjutnya adalah batuan sampel A.

#### 4.1.2 Analisis Sampel dengan XRD

Sampel selanjutnya dianalisis dengan Difraktometer sinar X (X-ray Diffractometer atau XRD). XRD akan mengidentifikasi material yang berbentuk kristalit dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar X. Hasil XRD untuk sampel A ditampilkan pada Gambar 4.2



Keterangan :

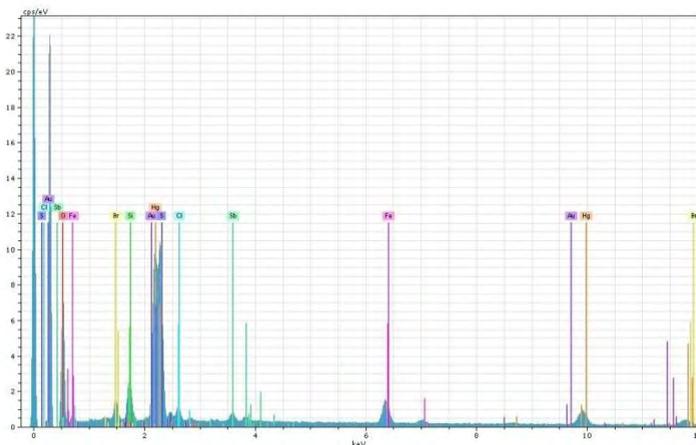
- Cinnabar (HgS)
- Corderoite (Hg<sub>3</sub>S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)
- Weishanite (Au<sub>3</sub>Hg)
- Greigite (Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub>)

Gambar 4.2 Data pola XRD pada sampel awal

Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi. Puncak difraktogram ini kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X. Standar ini disebut JCPDS *International Centre for Diffraction Data*. Pengolahan data difraktogram dengan perangkat lunak *X'Pert High Score* dimana cinnabar ditunjukkan oleh garis merah dan hijau. Data XRD pada Gambar 4.2 menunjukkan sampel mempunyai kemiripan struktur kristal sebagai Cinnabar (HgS), Corderoite (Hg<sub>3</sub>S<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>), Weishanite (Au<sub>3</sub>Hg), Greigite (Fe<sub>3</sub>S<sub>4</sub>) namun struktur dengan nilai kecocokan tertinggi adalah Cinnabar (HgS).

### 4.1.3 Analisis Sampel dengan EDX

Jenis atom yang ada dipermukaan sampel dianalisis dengan EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy). Data *output* dari EDX berupa grafik yang ditampilkan pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Grafik hasil uji EDX sampel awal

Gambar 4.3 tersebut didapatkan nilai rata-rata komposisi batuan yang tercantum pada Tabel 4.2. Tabel 4.2 menunjukkan persentase massa unsur-unsur yang terdapat pada sampel.

Tabel 4.2 Tabel persentase Massa pada sampel

O	Si	S	Cl	Fe	Br	Sb	Au	Hg
38,91	1,43	4,28	1,48	8,80	0,40	3,24	5,82	35,64

Tabel 4.2 diketahui sampel A mengandung unsur Hg 35,64% dan O 38,91%. Hasil analisis dengan EDX ini mendukung data dari analisis XRD yang menyebutkan adanya struktur

kristal Cinnabar (HgS). Dalam Tabel 4.2 juga menyebutkan adanya kandungan Sulfur (S) sebanyak 4,28% dan Au sebesar 5,82%.

Data analisis ICP, XRD dan EDX, struktur sampel pada penelitian ini merupakan Cinnabar. Cinnabar dalam senyawa kimia pada umumnya dituliskan dengan HgS, dengan kandungan Hg yang cukup besar. Batuan Cinnabar yang disebutkan memiliki karakteristik umum berwarna merah juga sesuai dengan warna sampel batuan yang berwarna merah.

#### **4.1.4 Analisis Sampel dengan UV-Vis**

Analisis dengan spektrofotometer UV-Vis ini bertujuan untuk mengetahui kandungan Au (emas) yang berada dalam sampel batuan. Sampel yang siap untuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis harus dihancurkan dengan aqua regia dan untuk memaksimalkan proses reaksi, proses dilakukan dengan metode refluks. Filtrat hasil pelarutan kemudian dikomplekskan dengan rhodamin-B dan diekstrak dengan diisopropil eter.

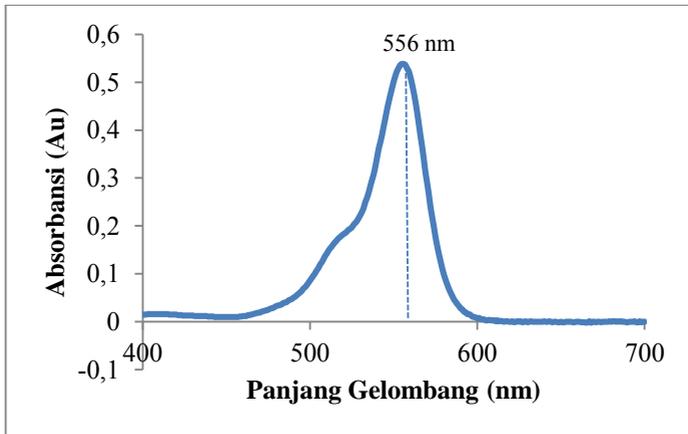
Sampel yang akan dianalisis kandungan Au nya adalah sampel awal sebelum diberi perlakuan apapun dan sampel yang telah dilarutkan oleh asam. Untuk dapat menganalisis kandungan Au pada sampel, maka harus ditentukan panjang gelombang maksimum untuk Au dengan pengompleks Rhodamin-B juga harus dibuat kurva standar untuk perhitungan kandungan Au pada sampel.

##### **4.1.4.1 Penentuan panjang gelombang maksimum untuk Au dengan pengompleks Rhodamin-B**

Penentuan panjang gelombang maksimum Au dengan pengompleks Rhodamin-B ini berguna untuk menentukan panjang gelombang yang akan digunakan untuk pengukuran sampel selanjutnya dalam mengamati puncak Au. Dalam

penentuan panjang gelombang ini digunakan Au (larutan emas) standar.

Proses ekstraksi dilakukan dengan HCl 20% sebanyak 2,5 ml dimasukkan dalam corong pisah kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  30% 5 ml, diikuti dengan penambahan larutan emas standar 0,025 ppm. Ditambahkan Rhodamin B 2,5 ml kedalam corong pisah. Corong pisah kemudian dikocok selama 30 detik agar larutan homogen. Pengekstrak yang digunakan adalah diisopropil eter yang ditambahkan pada campuran sebanyak 5 ml, kemudian dikocok kembali selama 30 detik. Setelah dirasa homogen, campuran dibiarkan sejenak agar terpisah antara fasa air dan fasa organiknya. Fasa organik ini yang selanjutnya digunakan untuk dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang pada rentang 400 nm hingga 700 nm.



Gambar 4.4 Puncak Au yang discanning dengan UV-Vis pada panjang gelombang 400-650 nm

Panjang gelombang maksimum yang didapatkan dari Gambar 4.4 ini adalah munculnya puncak Au pada panjang gelombang 556 nm. Panjang gelombang ini akan digunakan

sebagai acuan untuk pembuatan kurva standar untuk pengukuran konsentrasi sampel.

#### 4.1.4.2 Pembuatan kurva standar

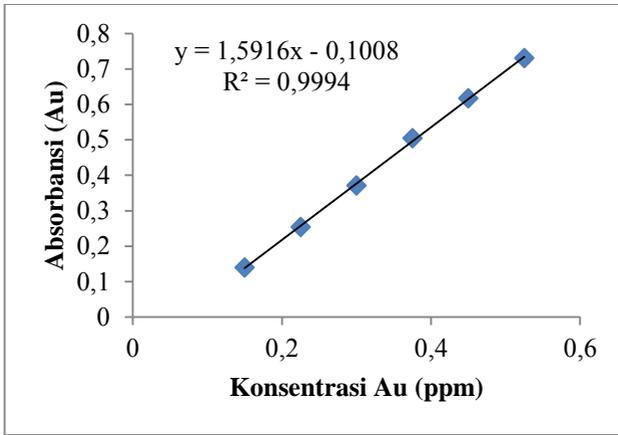
Pembuatan kurva standar Au ini akan berguna dalam perhitungan kadar Au saat pengujian sampel. Cara ekstraksi sama dengan cara penentuan panjang gelombang maksimum namun diikuti penambahan larutan emas standar 0,150 ppm, 0,225 ppm, 0,300 ppm, 0,375 ppm, 0,450 ppm, dan 0,525 ppm.

Blanko yang digunakan yaitu fasa diisopropil eter yang diberikan perlakuan serupa dengan perlakuan sampel namun tanpa penambahan larutan emas pada fasa air. Absorbansi yang diperoleh dari hasil pengukuran Au untuk pembuatan kurva kalibrasi larutan kompleks emas rhodamin-B pada fasa diisopropil eter ditunjukkan pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Absorbansi untuk kompleks Au-Rhodamin B pada 556 nm

<b>Konsentrasi Au (ppm)</b>	<b>Absorbansi</b>
0,150	0,140
0,225	0,254
0,300	0,371
0,375	0,505
0,450	0,617
0,525	0,731

Data absorbansi tersebut kemudian diplotkan pada grafik antara absorbansi dan konsentrasi Au, sehingga didapatkan persamaan garis linier sebagaimana ditampilkan pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Kurva kalibrasi larutan kompleks emas rhodamin-B pada fasa diisopropil eter

Persamaan garis yang diperoleh adalah  $y = 1,5916x - 0,1008$  dengan  $R^2 = 0,9994$ . Persamaan garis tersebut digunakan selanjutnya untuk menghitung kandungan Au pada sampel.

#### 4.1.4.3 Analisis sampel dengan spektrofotometer UV-Vis

Sampel yang akan dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis adalah sampel awal dan sampel setelah dilarutkan dengan asam. Sampel awal yang dianalisis akan digunakan sebagai pembanding antara sampel sebelum dan setelah dilakukan pelarutan asam dan kombinasi asam-KI. Pengukuran absorbansi sampel yang mengandung Au dengan spektrofotometer UV-Vis ini dengan blanko yang sama seperti pada saat pembuatan kurva standar Au yaitu fasa diisopropil eter yang diberikan perlakuan serupa dengan perlakuan sampel namun tanpa penambahan larutan emas pada fasa air.

Penelitian kandungan Au dengan spektrofotometer UV-Vis telah dilakukan Yanuar (2015) yang merujuk dari jurnal yang ditulis Melaku *et al* (2005). Kadar Au total dalam sampel awal dianalisis dengan UV-Vis dengan sampel

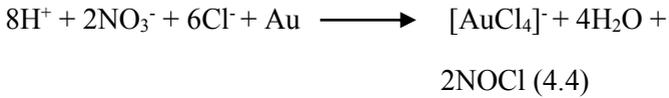
sebanyak 3 gram dimasukkan pada labu bulat leher dua (labu refluks) direndam selama 16 jam dengan aqua regia (21 ml HCl 37% + 7 ml HNO<sub>3</sub> 65%). Sampel yang direndam dengan aqua regia ditunjukkan pada Gambar 4.6. Pembuatan aqua regia didasarkan pada penelitian Baghalha *et al* (2009) dengan rasio HNO<sub>3</sub>:HCl (1/3 (v/v)). Rasio 1:3 karena memiliki efektivitas yang tinggi untuk mengekstrak logam.



Gambar 4.6 Sampel yang diendam dengan aqua regia selama 16 jam

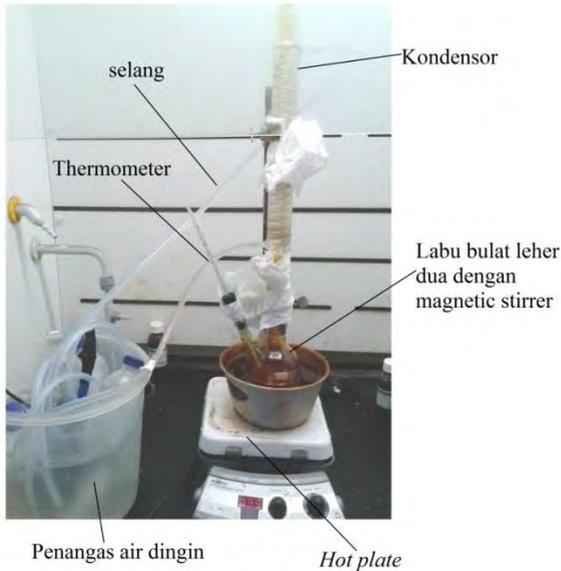
Reaksi yang terjadi pada saat perendaman sampel dengan aqua regia antara HCl dengan HNO<sub>3</sub> akan menghasilkan Cl<sub>2</sub> dan NOCl yang merupakan oksidator kuat selain itu dihasilkan pula gas (NO<sub>2</sub>) yang berwarna kecoklatan yang berbau menyengat. Sedangkan adanya emas (Au) yang ada dalam batuan akan bereaksi dengan klorin di dalam aqua regia membentuk larutan kompleks [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>, sebagaimana persamaan 4.1 - 4.4 dibawah ini:





(Massucci *et al*, 1999)

Campuran selanjutnya direfluks pada suhu 130°C selama 2 jam untuk memaksimalkan proses reaksi dan menghilangkan nitrat melalui refluks. Konstruksi refluks yang dilakukan ditunjukkan sebagaimana pada Gambar 4.7. Keuntungan penggunaan metode refluks untuk pelarutan sampel adalah pelarut yang digunakan tidak hilang akibat adanya pemanasan karena adanya sistem pendinginan dengan kondensor.



Gambar 4.7 Penggunaan metode refluks dengan kondensor pada sampel yang telah direndam aqua regia

Hasil refluks dipisahkan antara residu dan filtratnya, umumnya reaksi ini tidak meninggalkan residu. Filtrat kemudian diencerkan pada labu 100 ml dengan HCl 0,5 M. Filtrat ini yang kemudian diuji kandungan emasnya dengan spektrofotometer UV-Vis dengan cara ekstraksi yang telah dijelaskan sebelumnya. Reaksi yang terjadi pada saat pembentukan kompleks Au dengan Rhodamin-B ditunjukkan sebagai berikut :



dimana RH merupakan Rhodamin B. Absorbansi yang didapatkan kemudian digunakan untuk penghitungan kadar Au dengan persamaan  $y = 1,5916x - 0,1008$ .

Absorbansi sampel awal yang diperoleh pada panjang gelombang maksimum Au 556 nm adalah 0,032. Absorbansi tersebut dimasukkan dalam perhitungan maka didapatkan massa Au yang terekstrak 0,08344 mg dalam 3 gram sampel atau persentase emas yang terekstrak sebesar 0,00278%.

#### **4.2 Pengaruh pelarutan pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas**

Pelarutan mineral pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M diambil berdasarkan beberapa penelitian sebelumnya. Digunakan konsentrasi asam yang sama agar diketahui pengaruh jenis asam terhadap pengukuran kadar Au. Dalam sampel yang berupa batuan cinnabar, untuk meningkatkan *recovery* dari emas diasumsikan untuk menghilangkan pengotor-pengotor selain logam Au sekaligus penyusun utama dalam batuan tersebut yakni Hg (merkuri) dan Fe (besi).

Sampel yang digunakan pada penelitian ini berukuran 40-60 mesh ditimbang sebanyak 20 gram. Sampel ditambahkan asam<sup>(1)</sup> sebanyak 40 ml. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm lalu disaring dengan kertas saring Whatman 40. Filtrat disimpan kemudian residu dikeringkan hingga uap air hilang. Tabel 4.4 menunjukkan massa yang hilang dari sampel setelah diaduk dengan asam<sup>(1)</sup>

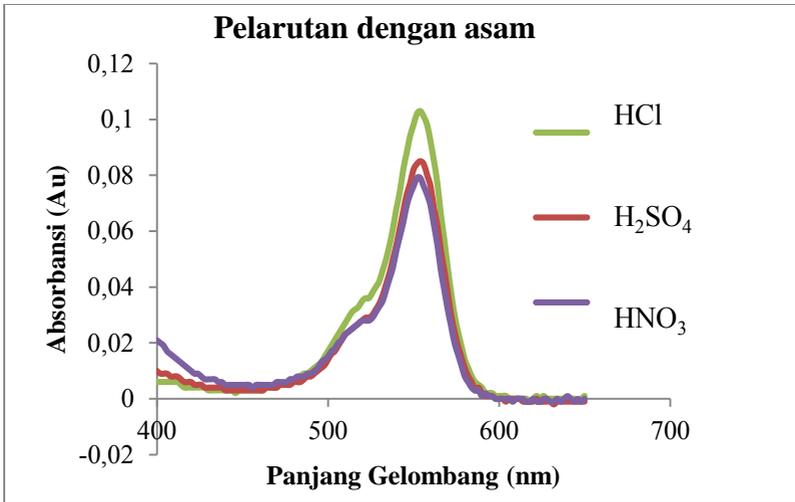
(1) HNO<sub>3</sub> 5M, HCl 5M dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M

Tabel 4.4 Pengurangan massa sampel setelah dilarutkan dengan asam

Pelarutan dengan asam	Massa Hilang (%)
HCl 5M	~0
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M	0,25
HNO <sub>3</sub> 5M	0,05

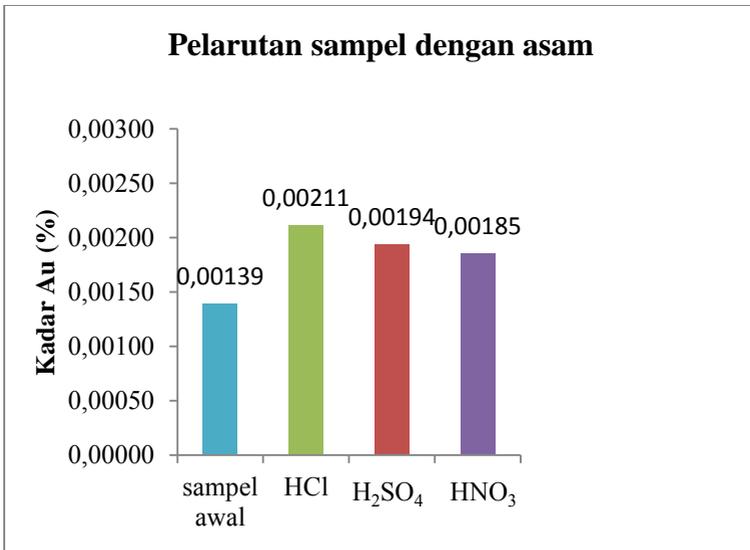
Tabel 4.4 menunjukkan bahwa tidak terjadi pengurangan massa yang signifikan. Sampel yang dilarutkan dengan asam HCl, persentase massa yang hilang hampir tidak ada hal ini dimungkinkan karena terbentuknya HgCl<sub>2</sub> maupun terbentuknya senyawa pirit Sulfur atau belerang yang berupa padatan yang akan mempunyai massa jenis lebih tinggi dibanding HgS. Pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> persentase massa yang hilang yaitu 0,25% dan pada HNO<sub>3</sub> sebesar 0,05%.

Residu yang telah kering kemudian dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis. Berdasarkan pada prosedur penelitian 3.2.10 dan telah dijelaskan pada pembahasan 4.1.4.3, maka didapatkan data untuk pelarutan batuan dengan asam HNO<sub>3</sub> 5M, HCl 5M dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M pada Gambar 4.8



Gambar 4.8 Absorbansi pada batuan yang dilarutkan dengan asam HNO<sub>3</sub> 5M, HCl 5M dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M

Absorbansi yang diperoleh pada panjang gelombang 400-600 nm pada sampel yang dilarutkan dengan HNO<sub>3</sub> 5M adalah 0,101. Absorbansi ini dimasukkan pada persamaan garis yang didapatkan dari standar kurva Au maka diperoleh massa Au 0,0555 mg. Sampel yang dilarutkan dengan HCl 5M, absorbansi yang diperoleh 0,076 maka konsentrasi Au terekstrak 0,0634 mg dan pada sampel yang dilarutkan dengan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M diperoleh absorbansi 0,084 maka konsentrasi Au terekstrak 0,0581 mg. Besar persentase kadar Au diplotkan dalam grafik batang ditunjukkan pada Gambar 4.9



Gambar 4.9 Besar persentase kadar Au pada sampel yang dilarutkan dengan asam

Gambar 4.9 menunjukkan bahwa sampel yang dilarutkan dengan asam HCl dapat mengekstrak Au sebanyak 0,00211% dibandingkan dengan sampel awal yang hanya 0,00139% sedangkan sampel yang dilarutkan dengan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> maupun asam HNO<sub>3</sub> mampu mengekstrak Au sekitar 0,0019%. Massa Au terekstrak ini meningkat karena sampel yang telah dilarutkan dengan asam telah terkonsentrasi.

#### **4.3 Pengaruh pelarutan bertingkat pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas**

Nunez (1984) telah melarutkan batuan yang mengandung logam dalam larutan asam tetapi kemungkinan masih ada logam yang belum larut, oleh karena itu Nunez dan Espiell (1984) mencuci pengotor yang belum larut tersebut

dengan asam sulfat (Nunez & Espiell, 1984). Pernyataan ini juga didukung oleh penelitian yang telah dilakukan Kurnia pada tahun 2011 yang menyebutkan dalam penelitiannya bahwa pelarutan bertingkat atau melarutkan sampel kembali dengan asam dapat meningkatkan persentase kadar emas dalam residu, diasumsikan bahwa pada pelarutan pertama belum semuanya bereaksi atau belum semuanya pengotor dapat larut (Kurnia, 2011). Pada penelitian ini dilakukan penelitian terhadap sampel dengan pelarutan asam bertingkat untuk melihat pengaruhnya terhadap batuan Cinnabar Pulau Buru (Maluku).

Sampel yang telah dilarutkan dengan asam seperti pada pembahasan 4.2, residu hasil pelarutan dengan asam (3.2.3) kemudian dilarutkan kembali dengan asam<sup>(1)</sup>. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm lalu disaring dengan kertas saring. Filtrat disimpan kemudian residu dikeringkan hingga uap air hilang.

Tabel 4. 5 Massa hilang dari sampel setelah dilarutkan dengan asam

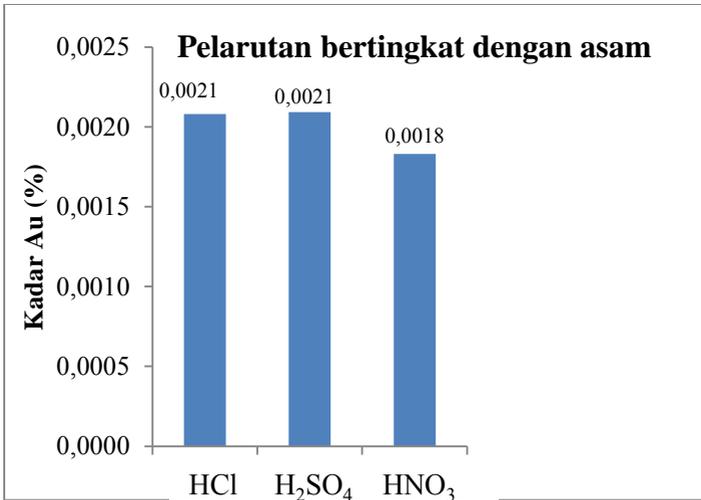
Pelarutan dengan asam	Massa Hilang (%)	Pelarutan bertingkat dengan asam	Massa Hilang (%)
HCl 5M	~0	HCl 5M	0,625
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M	0,25	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M	0,75
HNO <sub>3</sub> 5M	0,05	HNO <sub>3</sub> 5M	1,75

Tabel 4.5 menunjukkan bahwa sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam tidak mengurangi massa sampel secara signifikan, namun pengurangan massa paling banyak terjadi pada sampel yang dilarutkan bertingkat dengan

asam  $\text{HNO}_3$  5M yaitu sebesar 1,75%. Residu kering kemudian dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis (3.2.10).

Hasil analisis dengan spektrofotometer UV-Vis menunjukkan absorbansi yang diperoleh pada sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam HCl adalah 0,098 dengan Au terekstrak 0,0625 mg atau 0,0021 %. Besar persentase kadar Au pada pelarutan bertingkat sampel dengan asam HCl ini tidak menunjukkan peningkatan persentase kadar Au dibandingkan dengan sampel yang dilarutkan dengan asam HCl. Absorbansi yang diperoleh pada sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam  $\text{HNO}_3$  5M adalah 0,074 dengan Au terekstrak 0,0549 mg atau 0,0018 %. Besar persentase kadar Au pada pelarutan bertingkat sampel dengan asam  $\text{HNO}_3$  ini tidak menunjukkan peningkatan persentase kadar Au dibandingkan dengan sampel yang dilarutkan dengan asam  $\text{HNO}_3$  namun justru mengalami sedikit penurunan.

Respon berbeda terjadi pada sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M, absorbansi yang diperoleh pada sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M adalah 0,099 dengan Au terekstrak 0,0628 mg atau 0,0021%. Besarnya persentase kadar Au pada pelarutan bertingkat sampel dengan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ini menunjukkan peningkatan persentase kadar Au dibandingkan dengan sampel yang dilarutkan dengan asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Gambar 4.10 menunjukkan persentase kadar Au pada sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam.

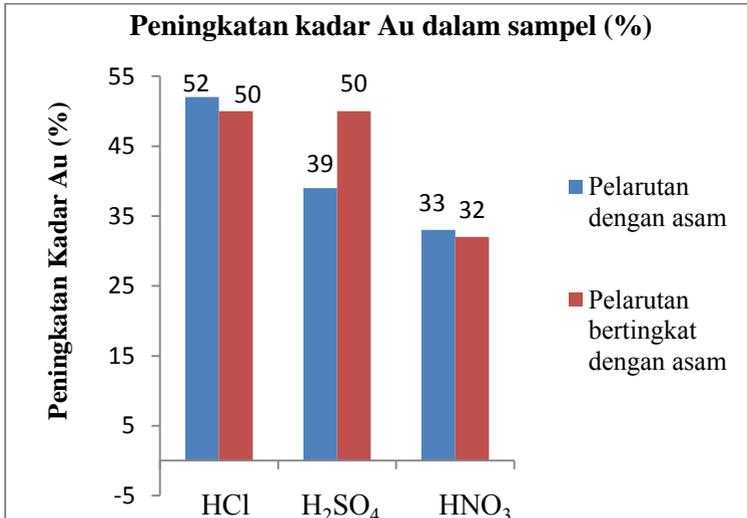


Gambar 4.10 Grafik batang persentase kadar Au pada sampel pelarutan asam bertingkat

Gambar 4.10 menampilkan persentase kadar Au oleh sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam HCl, HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M. Pelarutan bertingkat dengan asam HCl tidak memberikan pengaruh pada sampel yang merupakan batuan Cinnabar. Respon serupa terjadi pada sampel yang dilarutkan dengan asam HNO<sub>3</sub> 5M. Dari Gambar 4.10 dapat dikatakan bahwa pelarutan bertingkat dengan asam HNO<sub>3</sub> 5M tidak memberikan pengaruh peningkatan Au pada sampel yang merupakan batuan Cinnabar. Sedangkan pelarutan bertingkat dengan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M meningkatkan massa Au terekstrak pada sampel yang merupakan batuan Cinnabar. Besarnya persentase kadar Au melalui pelarutan bertingkat dengan asam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ini mendekati persentase kadar Au melalui pelarutan satu kali dengan asam HCl yakni sebesar 0,0021% maka dapat dikatakan bahwa penggunaan perlakuan awal dengan pelarutan bertingkat pada sampel belum mampu

memberikan persentase kadar Au yang lebih tinggi dari pelarutan satu kali dengan dengan asam.

Gambar 4.11 menunjukkan persentase peningkatan kadar Au pada sampel setelah dilarutkan dengan asam dan sampel yang telah dilarutkan bertingkat dengan asam.



Gambar 4.11 Persentase peningkatan Au dalam sampel

Gambar 4.11 menampilkan persentase peningkatan kadar Au dalam sampel saat pelarutan dengan asam dan pelarutan bertingkat dengan asam. Data tersebut menguatkan pernyataan bahwa pelarutan sampel dengan asam bertingkat tidak memberikan pengaruh peningkatan kadar Au dalam sampel secara signifikan.

#### 4.4 Pengaruh perlakuan penambahan ion KI + asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase kadar emas

Penelitian Martinez dan Rucandio menggunakan beberapa reagen lain selain reagen umum seperti HCl dan HNO<sub>3</sub>. Keduanya mencoba mengkombinasikan reagen

tersebut dengan reagen seperti  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{CuSO}_4$ ,  $\text{MnO}_2$ ,  $\text{KI}$ , dan sebagainya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa dalam temperatur ruang,  $\text{HNO}_3$  mampu mengekstrak HgS dengan baik dengan reagen  $\text{KCl}$  dan  $\text{FeCl}_3$  sedangkan  $\text{HCl}$  mampu meningkatkan nilai ekstraksi dari HgS dengan reagen  $\text{KI}$ ,  $\text{CuSO}_4$ ,  $\text{MnO}_2$  dan  $\text{NaNO}_3$ .  $\text{HCl}$  paling baik dalam mengekstrak HgS melulu penambahan reagen  $\text{KI}$ . Hal ini didukung oleh data bahwa persentase Hg pada pelarutan  $\text{HCl} + \text{KI}$  mampu meningkatkan perolehan Hg lebih dari 100% dalam suhu ruang.  $\text{HCl}$  dan  $\text{KI}$  dapat melarutkan Hg lebih baik karena akan terbentuk kompleks  $\text{HgI}_4^{2-}$  yang stabil.

Martinez dan Rucandio juga menambahkan bahwa dalam pemilihan reagen pelindi tidak dapat disimpulkan mana yang terbaik namun hal tersebut bergantung pada komposisi batuan. Berdasarkan pernyataan tersebut maka pada penelitian ini dipilih reagen  $\text{KI}$  untuk dikombinasikan dengan asam  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M dengan harapan ditambahkannya  $\text{KI}$  ini akan meningkatkan persentase kadar Au akibat dari pelindian terhadap Hg. Asam  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  yang digunakan tetap dengan konsentrasi 5M sedangkan konsentrasi  $\text{KI}$  yang ditambahkan adalah 1,5M.

Sampel dilarutkan dengan kombinasi pelarut  $\text{KI}$  1,5 M + asam<sup>(1)</sup>. Sampel dan pelarut diaduk selama 30 menit pada 300 rpm lalu disaring dengan kertas saring. Tabel massa yang hilang dari pelarutan ini ditunjukkan pada Tabel 4.6

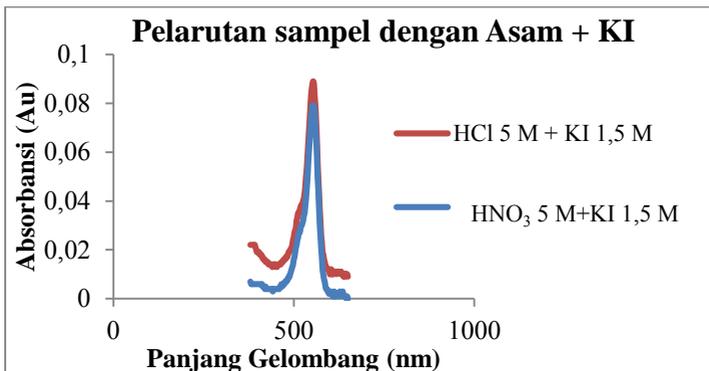
(1)  $\text{HNO}_3$  5M,  $\text{HCl}$  5M dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M

Tabel 4.6 Massa hilang dari sampel setelah dilarutkan dengan asam + KI

Pelarutan dengan asam + KI	Massa Hilang (%)
HCl 5M + KI 1,5M	23
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 5M + KI 1,5M	18
HNO <sub>3</sub> 5M + KI 1,5M	7

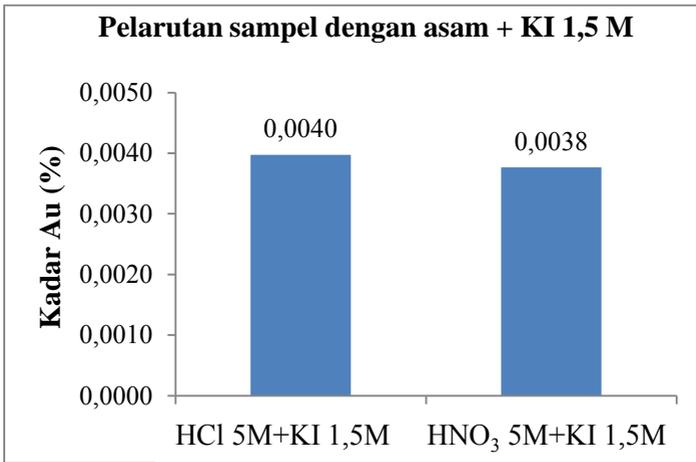
Tabel 4.6 menunjukkan bahwa terjadi pengurangan massa yang signifikan yakni pada HCl 5M + KI 1,5M adalah 23%, pada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M + KI 1,5M adalah 18% dan pada HNO<sub>3</sub> 5M + KI 1,5M yaitu 7%.

Residu dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis. Sesuai dengan prosedur penelitian 3.2.10 dan telah dijelaskan pada pembahasan 4.1.4.3, maka didapatkan data pengukuran untuk pelarutan batuan dengan kombinasi asam KI + asam HNO<sub>3</sub> 5M, HCl 5M pada Gambar 4.12



Gambar 4.12 Hasil scanning UV-Vis pada sampel yang dilarutkan dengan KI + asam

Absorbansi yang diperoleh pada panjang gelombang 400-600 nm pada sampel yang dilarutkan dengan KI 1,5M + HCl 5M adalah 0,089 dengan massa Au yang terekstrak 0,1193 mg atau 0,0040%. Sampel yang dilarutkan dengan KI 1,5M + HNO<sub>3</sub> 5M, absorbansi yang diperoleh 0,079 dengan massa Au yang terekstrak 0,1130 mg atau 0,0038%. Massa Au terekstrak dari pelarutan sampel dengan penambahan asam KI 1,5M ini ditunjukkan pada Gambar 4.12

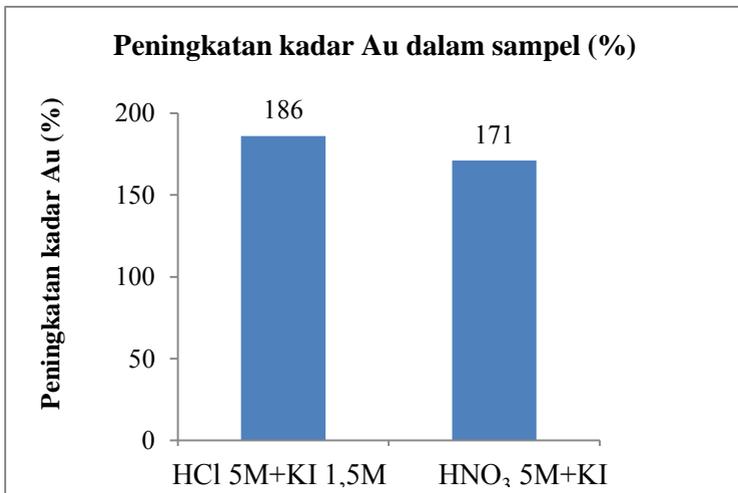


Gambar 4.13 Massa Au dalam sampel yang dilarutkan dengan asam + KI

Gambar 4.13 menunjukkan bahwa HCl 5M + KI 1,5M mampu meningkatkan persentase kadar Au lebih tinggi dibandingkan dengan pelarutan dengan kombinasi asam HNO<sub>3</sub> 5M + KI 1,5M. Penelitian ini sesuai dengan penelitian yang pernah dilakukan Martinez dan Rucandio yang menyebutkan bahwa HCl + KI merupakan agen pelindi yang paling baik dalam temperatur ruang untuk mengekstrak HgS. Apabila HgS yg teroksidasi semakin tinggi, maka emas yang dapat terekstrak juga akan semakin banyak karena emas

terasosiasi dalam matriks sulfida merkuri (cinnabar). Sampel yang dilarutkan dengan KI 1,5M + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M tidak dapat dianalisis dengan UV-Vis dengan rhodamin-B dan diisopropil eter, karena pada saat penambahan diisopropileter tidak terbentuk fasa organik diasumsikan bahwa H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dapat merusak kompleks Au-Rhodamin.

Persentase peningkatan Au dalam sampel dibandingkan dengan sampel awal sebelum pelarutan dengan asam ditunjukkan pada gambar 4.14



Gambar 4.14 Persentase peningkatan Au dalam sampel dilarutkan dengan asam + KI

Gambar 4.14 dapat dilihat bahwa dengan melarutkan sampel melalui pelarutan HCl 5M + KI 1,5M, persentase Au dalam sampel mampu meningkat hingga 186% dari sampel awal. Pelarutan sampel dengan HCl 5M + KI 1,5M dapat meningkatkan Au dalam sampel secara signifikan.

Data AAS mengenai kadar besi dalam filtrat menunjukkan bahwa kadar besi pada residu HCl+KI paling tinggi. Data AAS dari filtrat ditampilkan pada Tabel 4.7

Tabel 4.7 Hasil uji AAS pada Fe dalam filtrat

Perlakuan	Massa Fe terekstrak (mg)	Fe dalam sampel (%)
HCl + KI	0,013784	1,38
HNO <sub>3</sub> + KI	0,010396	1,04
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + KI	0,004549	0,45

Penelitian yang dilakukan oleh Martinez dan Rucandio menyatakan bahwa persentase Hg pada sampel yang dilarutkan dengan HCl + KI mampu meningkatkan perolehan Hg lebih dari 100% dalam suhu ruang, ternyata pada batuan Cinnabar pulau Buru (Maluku) kandungan Fe tidak dapat dihilangkan secara signifikan melalui pelarutan HCl + KI. Besar persentase Fe masih cukup banyak dan tidak berkurang signifikan dibandingkan dengan sampel awal yang memiliki kandungan Fe sebesar 1,51%.

#### **4.5 Pengaruh perlakuan pelarutan dengan asam HCl 5M + variasi konsentrasi KI terhadap persentase ekstraksi emas**

Pembahasan 4.4 dijelaskan bahwa persentase peningkatan Au terekstrak paling tinggi adalah dengan melarutkan sampel dengan kombinasi asam HCl + KI yang mampu meningkatkan Au dalam sampel hingga 186% dibandingkan dengan sampel awal maka pada penelitian ini digunakan variasi konsentrasi KI yakni 0,25 M, 0,5 M, 1,0 M dan 1,5 M. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi KI yang optimum dengan HCl 5M. Sampel dilarutkan dengan HCl 5M + variasi konsentrasi KI yaitu 0,25M 0,5 M, 1,0 M dan 1,5 M . Massa yang hilang pada

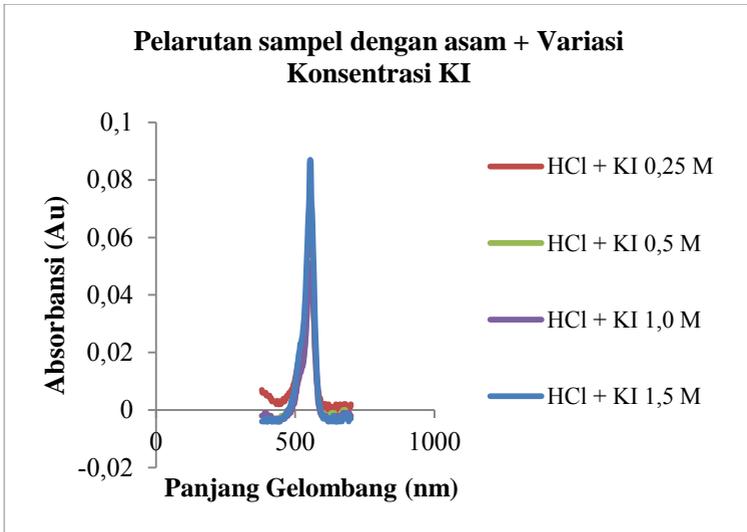
sampel setelah pelarutan dengan HCl + KI ditunjukkan pada Tabel 4.8

Tabel 4.8 Massa hilang pada sampel yang dilarutkan dengan asam HCl + variasi konsentrasi KI

<b>Pelarutan dengan HCl + KI</b>	<b>Massa Hilang (%)</b>
HCl 5M + KI 0,25 M	4,7
HCl 5M + KI 0,5 M	7,9
HCl 5M + KI 1,00 M	16,5
HCl 5M + KI 1,5 M	23

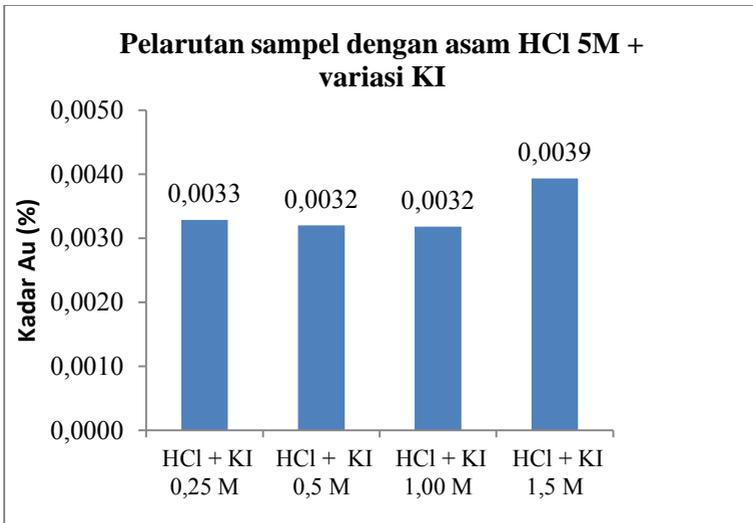
Berdasarkan Tabel 4.8 dapat dilihat bahwa terjadi pengurangan massa yang cukup banyak yakni tertinggi pada HCl 5M + KI 1,5M yaitu sebesar 23%.

Residu dianalisis kadar emas yang terkandung dengan spektrofotometer UV-Vis. Sesuai dengan prosedur penelitian 3.2.10 dan telah dijelaskan pada pembahasan 4.1.4.3, maka didapatkan data konsentrasi emas untuk pelarutan batuan dengan kombinasi asam HCl 5M + variasi konsentrasi asam KI pada Gambar 4.15



Gambar 4.15 Grafik UV-Vis pada sampel yang dilarutkan dengan asam + variasi konsentrasi KI

Absorbansi yang diperoleh pada pengukuran dengan rentang panjang gelombang 400-600 nm pada sampel yang dilarutkan dengan asam HCl 5M + variasi konsentrasi KI tertinggi adalah kombinasi HCl 5M + KI 1,5M dengan absorbansi 0,087 dengan massa Au yang terekstrak 0,1180 mg atau 0,0039%. Massa Au terekstrak dari pelarutan sampel dengan asam HCl 5M + variasi konsentrasi KI ditunjukkan pada Gambar 4.16



Gambar 4.16 Au terekstrak Pelarutan sampel dengan asam HCl 5M + variasi KI

Gambar 4.16 dapat dilihat Au terekstrak paling baik pada sampel yang dilarutkan dengan HCl 5M + KI 1,5M. Persentase peningkatan Au dalam sampel meningkat 183% dibanding sampel awal. Data AAS untuk Fe dalam sampel ditunjukkan pada Tabel 4.9

Tabel 4.9 Hasil analisis AAS kadar Fe dalam sampel yang dilarutkan dengan asam + variasi KI

Perlakuan	Massa Fe terekstrak (mg)	Fe dalam sampel (%)
HCl 5M + KI 0,25 M	0,005628	0,56
HCl 5M + KI 0,5 M	0,006721	0,67
HCl 5M + KI 1,00 M	0,006844	0,68
HCl 5M + KI 1,5 M	0,01276	1,28

Tabel 4.9 ini menunjukkan bahwa HCl + KI tidak dapat menghilangkan pengotor Fe dalam sampel secara signifikan namun persentase kadar Au sudah dapat meningkat hingga 183%.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN dan SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Penelitian pelarutan menggunakan asam klorida (HCl), asam sulfat ( $H_2SO_4$ ) dan asam nitrat ( $HNO_3$ ) pada batuan yang berasal dari pulau Buru (Maluku) telah dilakukan untuk menghilangkan pengotor selain Au. Pada penelitian ini, sampel yang dilarutkan dengan HCl mampu meningkatkan persentase Au dalam sampel 52%. Pelarutan bertingkat pada sampel tidak memberikan pengaruh peningkatan persentase Au dalam sampel. Sedangkan kombinasi asam klorida (HCl) dengan asam kalium iodida pada pelarutan sampel mampu meningkatkan persentase Au cukup signifikan. Kondisi paling baik pada saat pelarutan sampel dengan kombinasi HCl 5M + KI 1,5M yang mampu meningkatkan persentase kadar Au dalam sampel hingga 186% dibandingkan sampel awal sebelum pelarutan.

#### **5.2 Saran**

Perlu dilakukan optimasi lanjutan untuk mengekstraksi emas dengan menghilangkan kadar Fe yang masih tinggi dalam sampel.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## DAFTAR PUSTAKA

- Alcock, N. (1995). *Flame, Flameless, And Plasma Spectroscopy*.
- Arifudin Idrus, S. P. (2014). Some Key Features And Possible Origin Of The Metamorphic Rock-Hosted Gold Mineralization In Buru Island, Indonesia. *Indonesian Journal On Geoscience*, 9-15.
- Baghalha, M., Gh, H. K., & Mortaheb, H. R. (2009). Kinetics Of Platinum Extraction From Spent Reforming Catalysts In Aqua-Regia Solutions. *Hydrometallurgy*, 247–253.
- Basset, J., Denney, R. C., Jeffrey, G. H., & Dan Mendham, J. (1994). *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta: Buku Kedokteran Egc.
- Buckley, H. E., & Vernon, W. S. (1925). The Crystal-Structures Of The Sulphides Of Mercury. *Mineralogical Magazine*, 382-392.
- Day, R. A., & Underwood, A. L. (1999). *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi 6*. Jakarta: Erlangga.
- Desmelita. (1990). *Penetapan Beberapa Ondisi Pada Prekonsentrasi Larutan Emas Berkadar Rendah Secara Ekstraksi Pelarut Dari Kompleks Asosiasi Ion Bromida Dengan Metil Isobutil Kton*. Bandung: Itb.
- Hargis, L. G. (1988). *Analytical Chemistry. Principles And Technigues*. New Jersey: Prentice Hall Inc.
- Harjadi, W. (1993). *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta: Pt Gramedia Pustaka Utama.
- Jamaluddin. (2010). *XRD (X-Ray Diffractions)*. Kendari: Universitas Haluoleo.

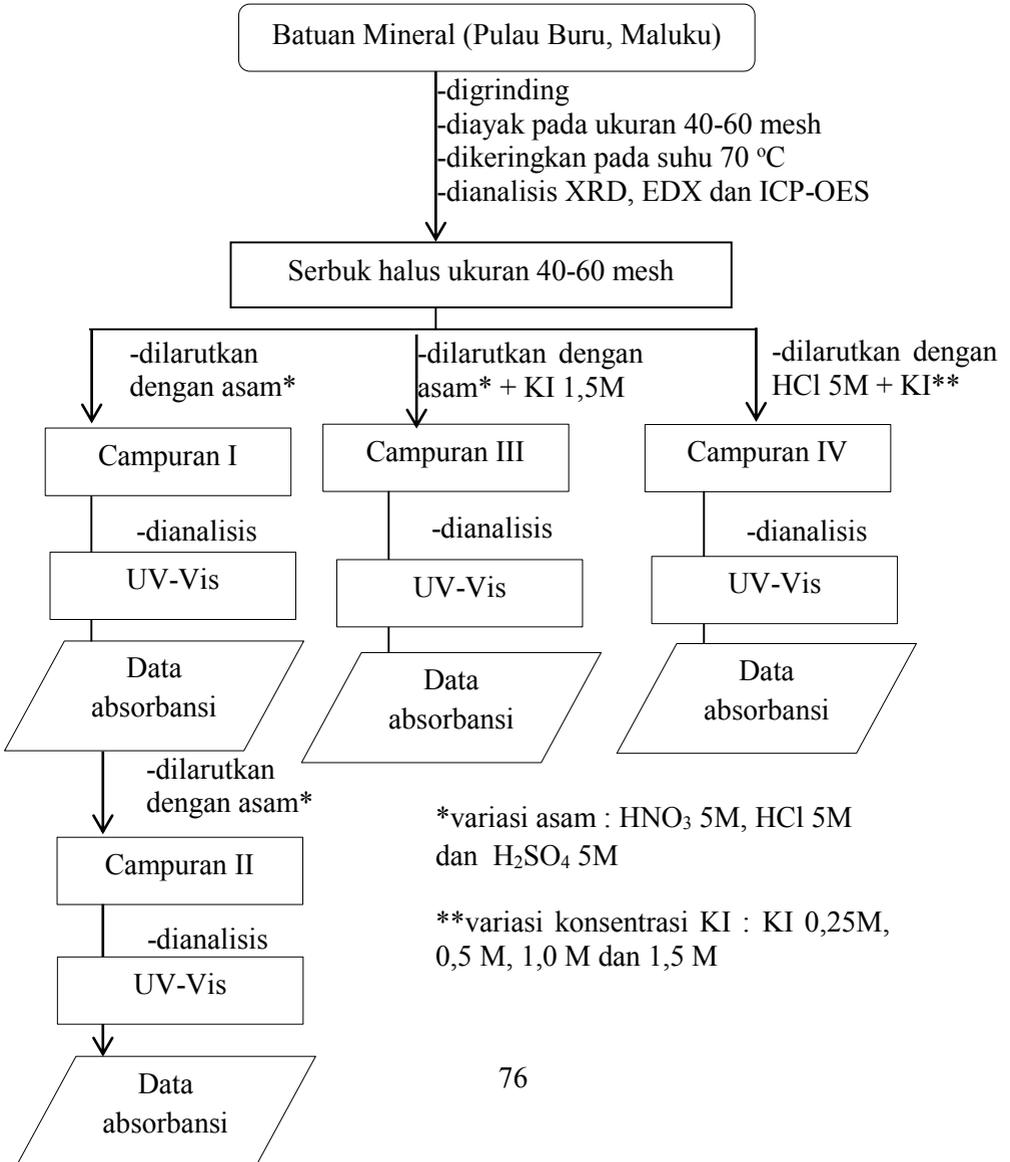
- Khopkar. (2003). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Ui-Press.
- King, R. J. (2002). *Geology Today*. London: Blackwell Publishing Ltd.
- Kristianingrum, S. (2014). *Handout Spektroskopi Ultra Violet Dan Sinar Tampak (Spektroskopi UV – Vis)*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta.
- Kurnia, A. (2011). *Peningkatan Kualitas Bijih Emas Kadar Rendah Dengan Metode Hidrometalurgi*. Surabaya: ITS.
- Martinez, R. F., & Rucandio, M. I. (2005). Study Of The Suitability Of  $\text{HNO}_3$  And  $\text{HCl}$  as Extracting Agents Of Mercury Species In Soils From Cinnabar Mines. *Springer-Verlag*, 1502.
- Massucci, M., Clegg, S. L., & Brimblecombe, P. (1999). Equilibrium Partial Pressures, Thermodynamic Properties Of Aqueous And Solid Phases, And  $\text{Cl}_2$  Production From Aqueous  $\text{HCl}$  And  $\text{HNO}_3$  And Their Mixtures. *Journal Of Physical Chemistry A*, 4209–4226.
- Msd. (2001). *Cinnabar*. London: Mineral Data Publishing.
- Nunez, C., & Espiel, F. (1984). New Hydrometalurgical Process For Obtaining Mercury From Cinnabar Ore. *Metalurgical Transaction*, 229-233.
- Nunez, C., & Espiell, F. (1984). Kinetic Study Of Nonoxidative Leaching Of Cinnabar Ore In Aqueous Hydrochloric Acid-Potassium Iodide Solutions. *Metallurgical Transactions B*, 13.
- Syaifuddin, M. (2011). *Pengaruh Aerasi Pada Sianidasi Emas Dari Batuan Mineral*. Surabaya: Its.

- Utomo, W. P., & Dr. Afifah Rosyidah, M. (2010). Sintesis Dan Karakterisasi Fasa Aurivillius Lapis Dua  $\text{CaBi}_2\text{Ta}_2\text{O}_9$  Dan  $\text{CaBi}_2\text{Ta}_n\text{BO}_9$ . *Prosiding Tugas Akhir Semester Ganjil 2010/2011*, 5.
- Vela, N., Olson, L., & Caruso, J. (1993). Elemental Speciation With Plasma Mass Spectrometry. Dalam N. Vela, L. Olson, & J. Caruso, *Analytical Chemistry*, 585a-597a.
- Widodo & Aminuddin. (2011). Upaya Penigkatan Perolehan Emas Dengan Metode Amalgamasi Tidak Langsung. *Bulletin Geologi Tata Lingkungan*, 83-96.
- William E. Brooks, V. P. (2008). Mineral Pigments At Huaca Tacaynamo (Chan Chan, Peru). *Bulletin De l'institut Francais D'etudes Andines*, 441-450.
- Yanuar, E. (2015). *Pelindian Emas Dari Batuan Desa Hijrah Kecamatan Lape-Sumbawa Dengan Larutan Hipoklorit-Klorida*. Surabaya: Its.
- Zhang, Y., & Muhammed, M. (1989). The Removal Of Phosphorus From Iron Ore By Leaching With Nitric Acid. *Hydrometallurgy*, 255-275.

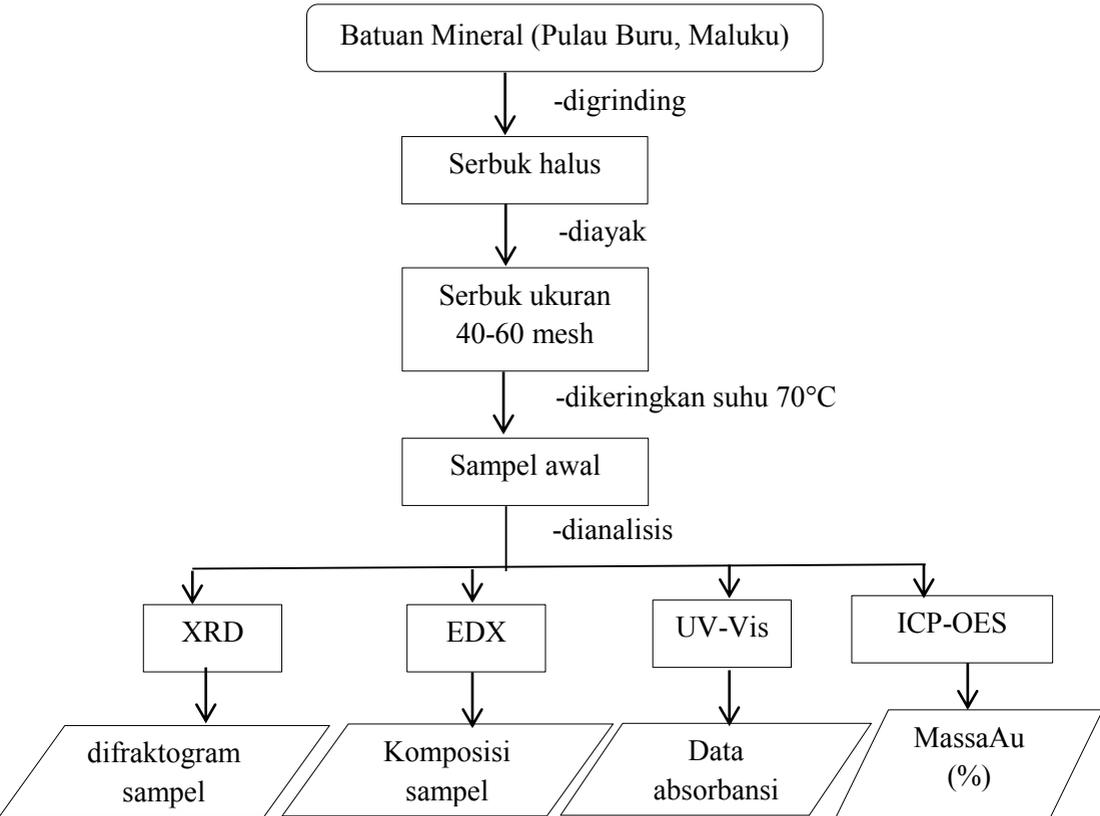
***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***

## LAMPIRAN A SKEMA KERJA

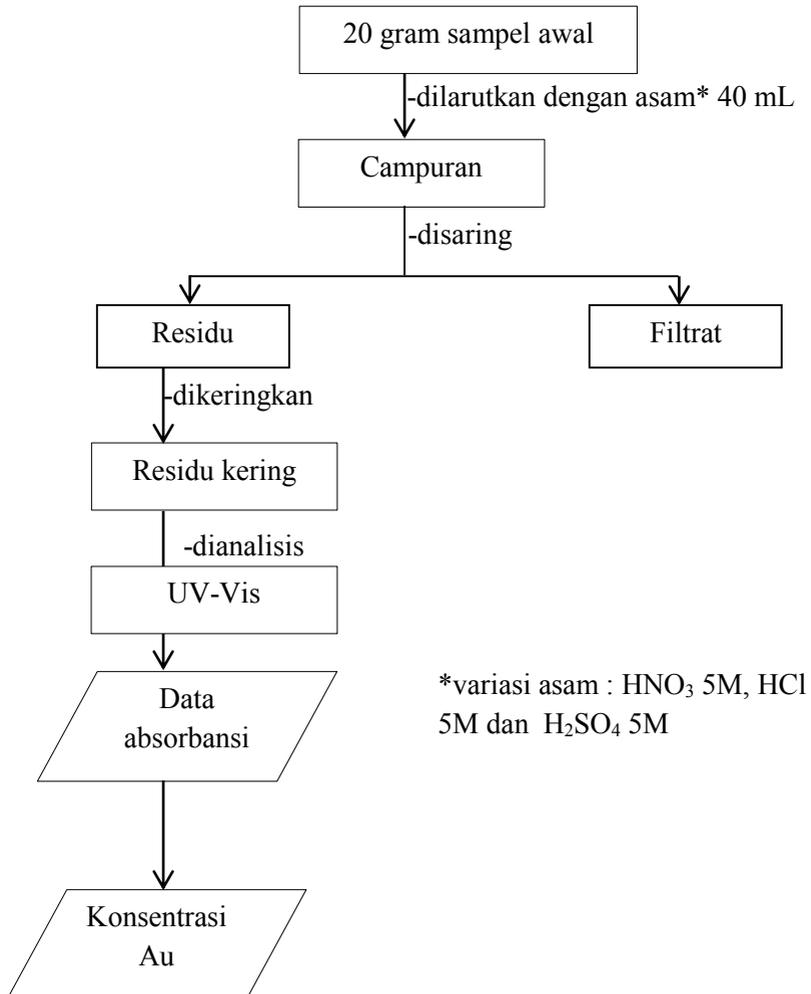
### A.1 Skema Kerja Keseluruhan dalam Penelitian



## A.2 Preparasi sampel dan Analisis Kandungan emas pada sampel

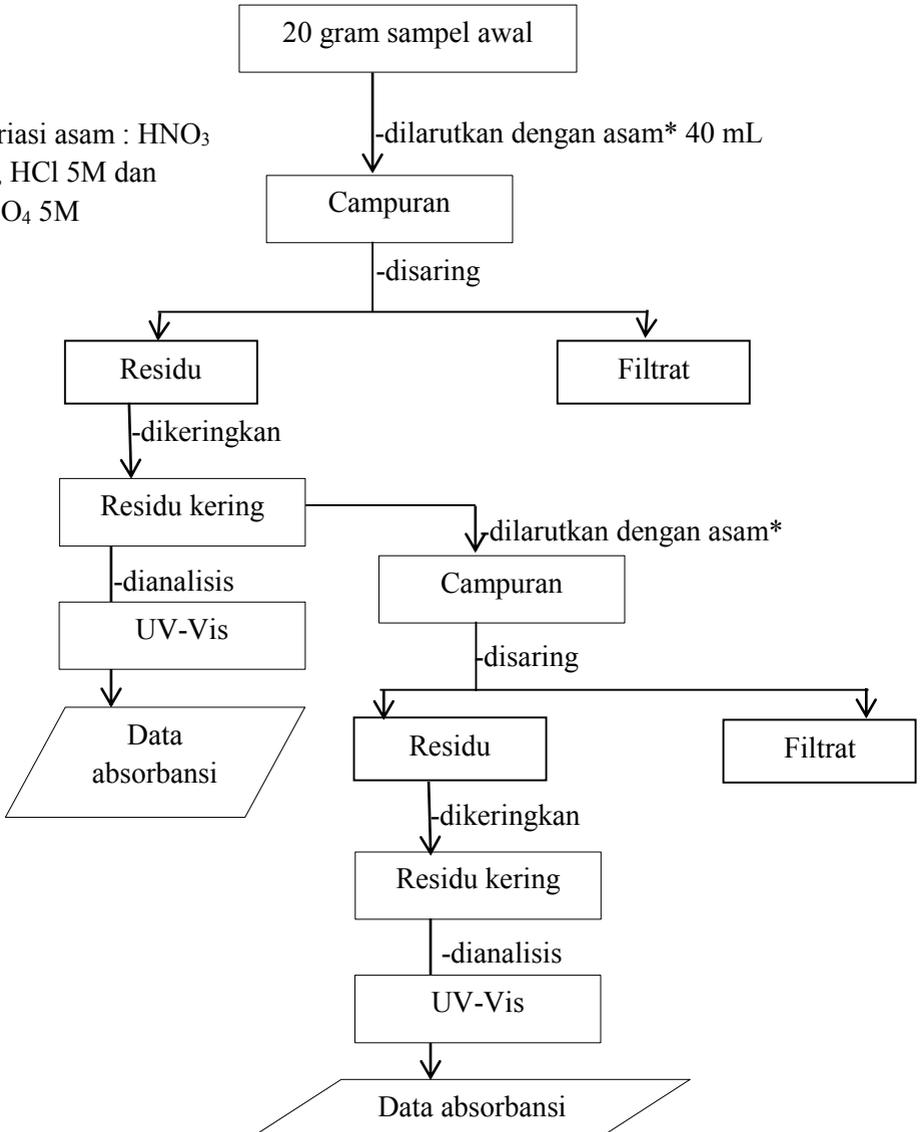


### A.3 Pengaruh Treatment awal pada sampel dengan asam $\text{HNO}_3$ , $\text{HCl}$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ 5M terhadap persentase ekstraksi emas

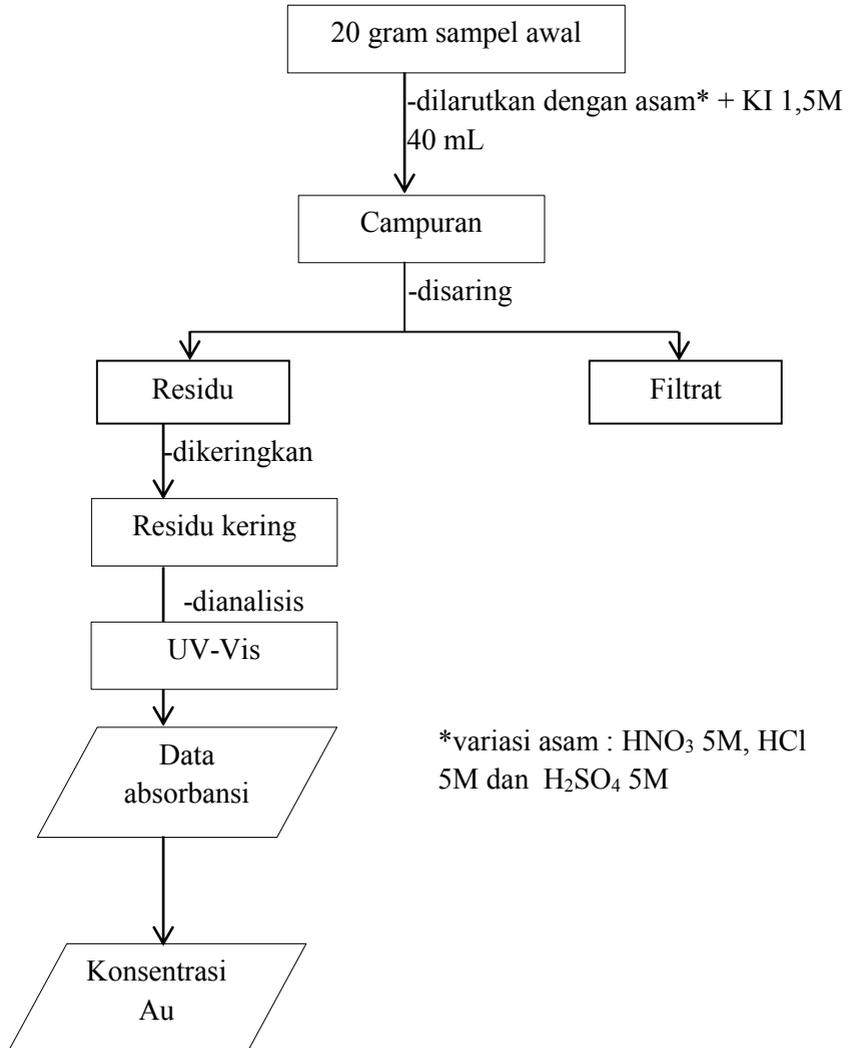


#### A.4 Pengaruh Treatment Pelarutan bertingkat pada sampel dengan asam $\text{HNO}_3$ , $\text{HCl}$ , $\text{H}_2\text{SO}_4$ 5M terhadap persentase ekstraksi emas

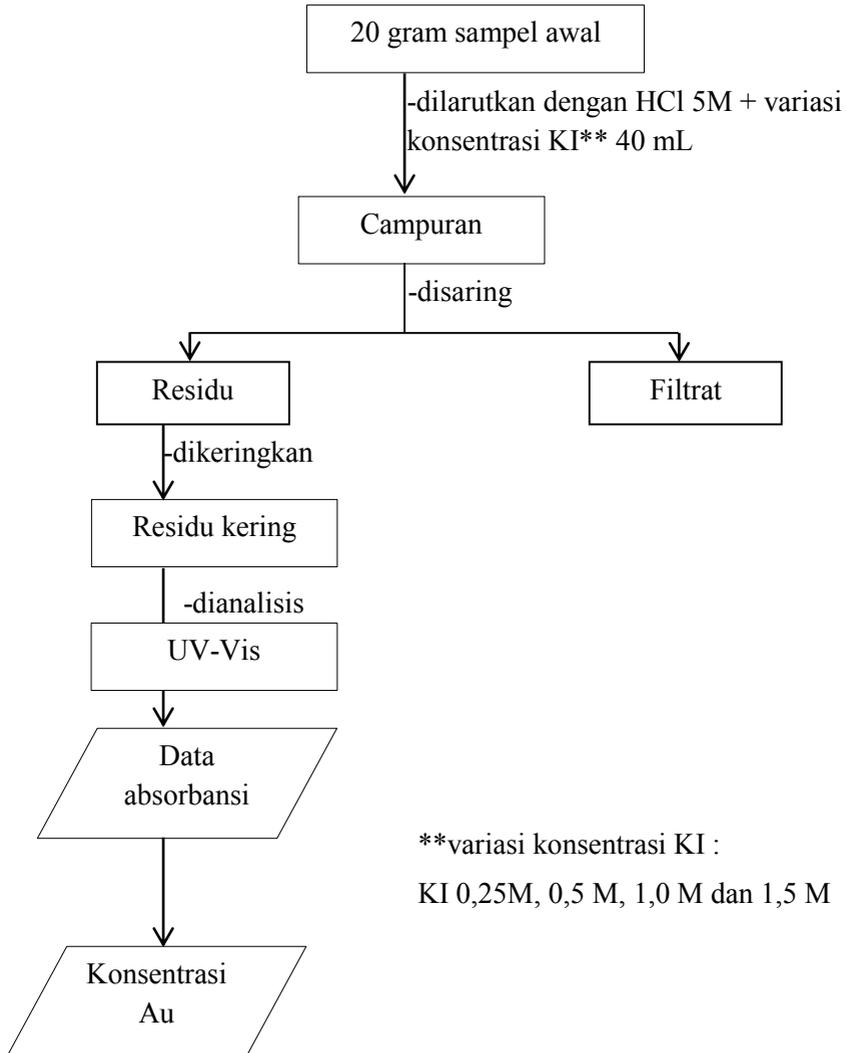
\*variasi asam :  $\text{HNO}_3$   
5M,  $\text{HCl}$  5M dan  
 $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M



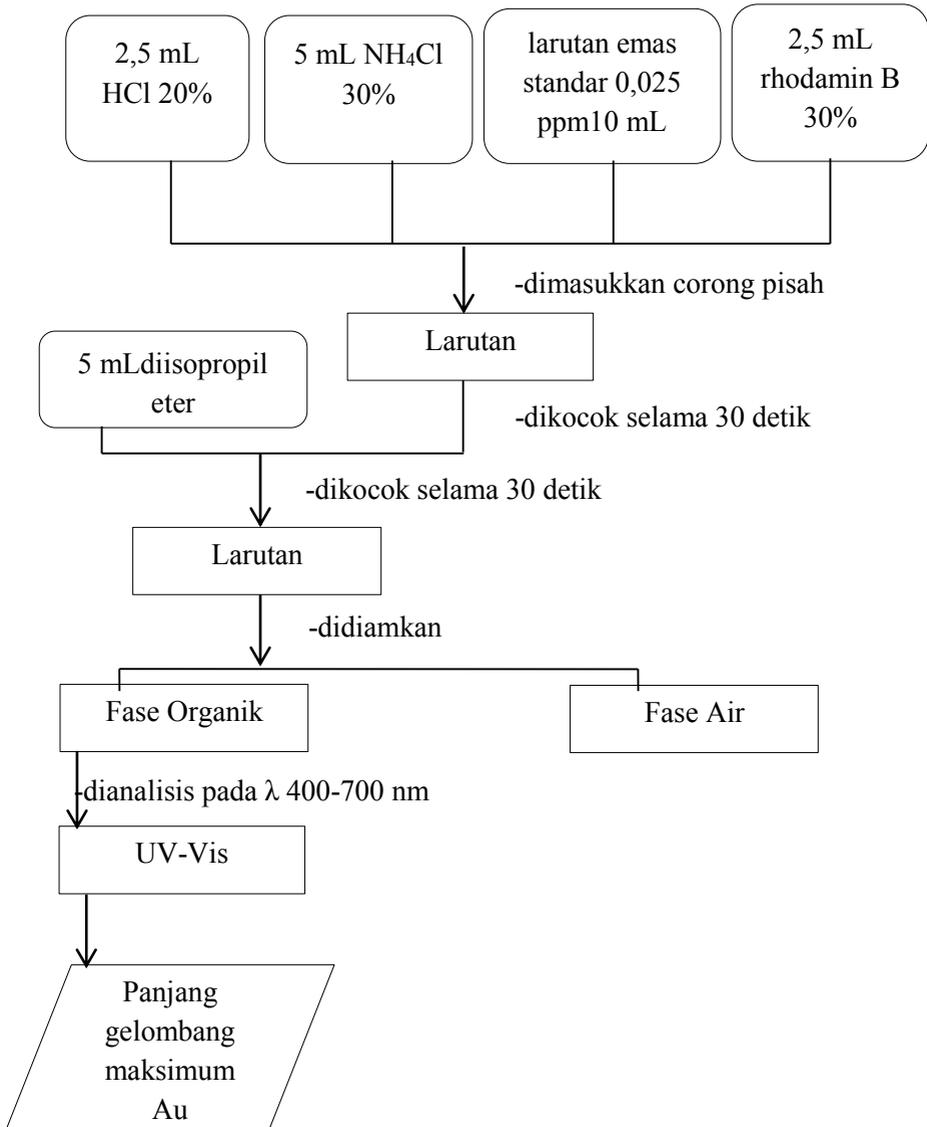
**A.5 Pengaruh treatment penambahan KI + asam  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M terhadap persentase ekstraksi emas**

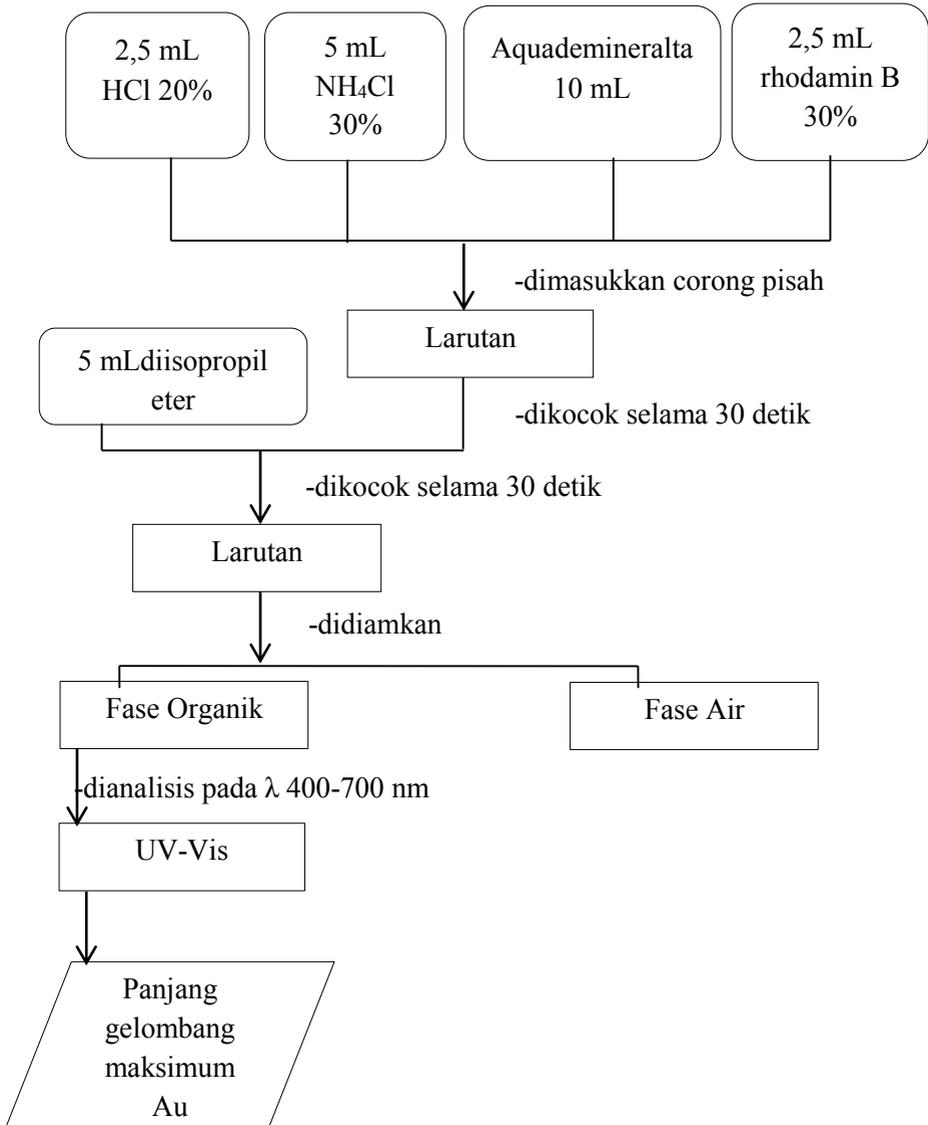


### A.6 Pengaruh variasi penambahan KI + HCl 5M terhadap persentase ekstraksi emas

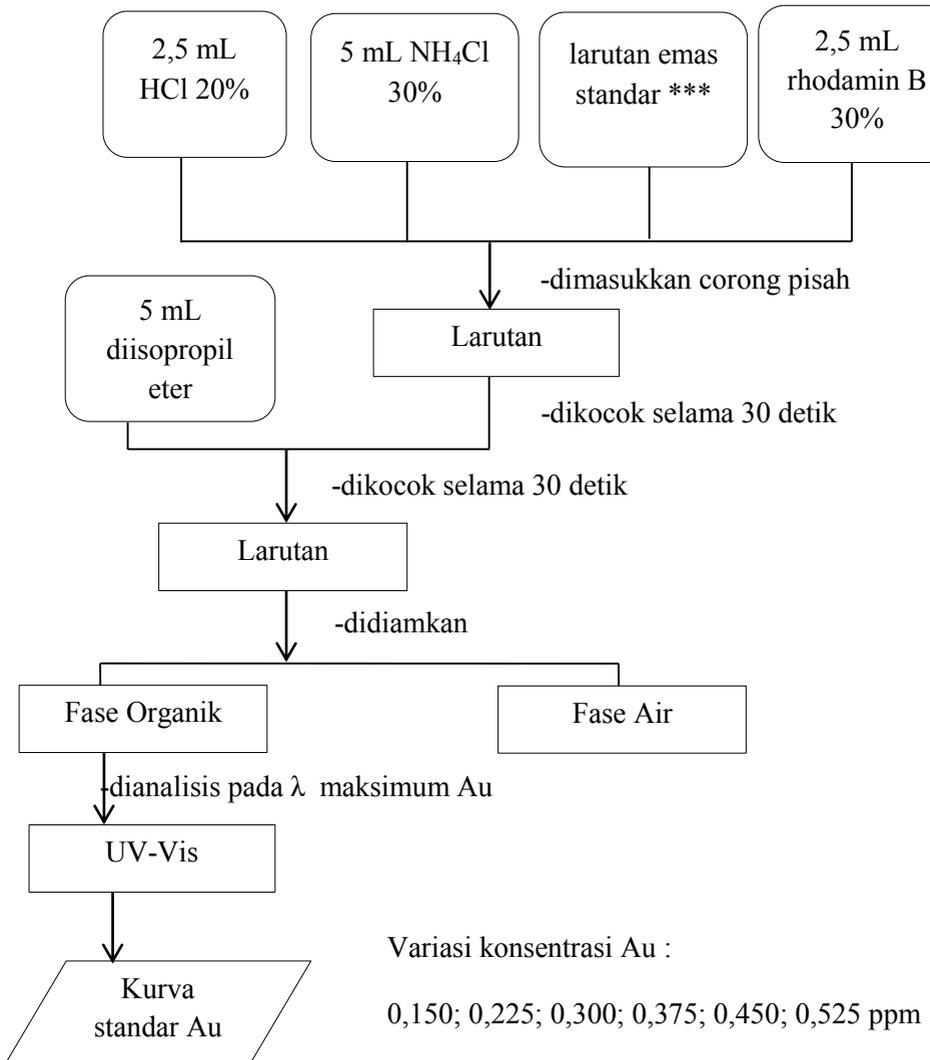


### A.7 Penentuan panjang gelombang maksimum untuk Au dengan pengompleks Rhodamin-B

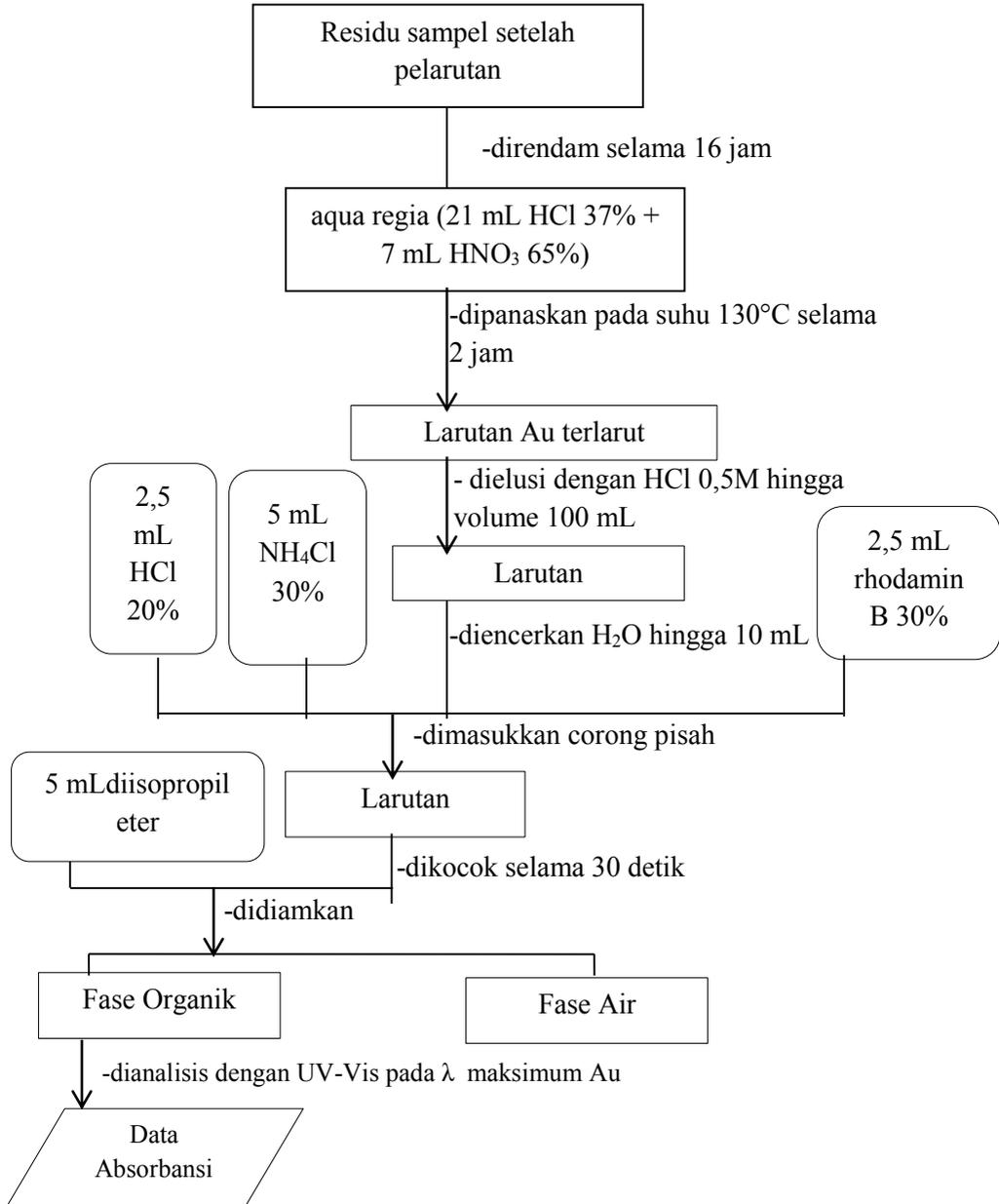


**A.8 Pembuatan Blanko**

### A.9 Pembuatan kurva standar



### A.10 Analisis sampel dengan spektrofotometer UV-Vis



## LAMPIRAN B PEMBUATAN LARUTAN

### B.1 Pembuatan HCl 5M

Pembuatan HCl 5M dilakukan dengan cara mengencerkan HCl pekat 37%

$$\text{HCl pekat} = 37\%$$

$$\rho \text{ HCl} = 1,19$$

$$\text{Mr HCl} = 36,5$$

Untuk mengetahui M HCl =

$$M = \frac{\rho \cdot 10\%}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1,19 \cdot 10 \cdot 37}{36,5}$$

$$M \text{ HCl } 37\% = 12,06 \text{ M}$$

$$\text{HCl } 5\text{M} (M_2) = 100 \text{ mL} (V_2)$$

$$\text{HCl } 37\% (M_1) = \dots (V_1) ?$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12,06 \cdot V_1 = 5 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{500}{12,06} = 41,46$$

Jadi untuk membuat HCl 5M dari HCl 37% diambil 41,46 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan akuademineralta sampai tanda batas.

### **B.2 Pembuatan HCl 20%**

Pembuatan HCl 20% dilakukan dengan cara mengencerkan HCl 37%

$$\text{HCl pekat} = 37\%$$

$$\text{HCl 20\% (M}_2\text{)} = 100 \text{ mL (V}_2\text{)}$$

$$\text{HCl 37\% (M}_1\text{)} = \dots \text{ (V}_1\text{)} ?$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$37\% \cdot V_1 = 20\% \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{2000}{37} = 54,05 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat HCl 20 % dari HCl 37% diambil 54,05 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan akuademineralta sampai tanda batas.

### **B.3 Pembuatan HCl 0,5 M**

Pembuatan HCl 0,5M dilakukan dengan cara mengencerkan HCl 12,06M

$$\text{M HCl (M}_1\text{)} = 12,06 \text{ M}$$

$$\text{HCl 0,5M (M}_2\text{)} = 100 \text{ mL (V}_2\text{)}$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$12,06 \cdot V_1 = 0,5 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50}{12,06} = 4,15 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat HCl 1 M dari HCl 12,06 M diambil 4,15 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan akuademineralta sampai tanda batas.

#### **B.4 Pembuatan HNO<sub>3</sub> 5M**

Pembuatan HCl 5M dilakukan dengan cara mengencerkan HNO<sub>3</sub> pekat 65%

$$\text{HNO}_3 \text{ pekat} = 65\%$$

$$\rho \text{ HNO}_3 = 1,51$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63,01$$

Untuk mengetahui M HNO<sub>3</sub> =

$$M = \frac{\rho \cdot 10 \cdot \%}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1,51 \cdot 10 \cdot 65}{63,01}$$

$$\text{M HNO}_3 \text{ 65\%} = 15,58 \text{ M}$$

$$\text{HNO}_3 \text{ 5M (M}_2) = 100 \text{ mL (V}_2)$$

$$\text{HNO}_3 \text{ 65\% (M}_1) = \dots (\text{V}_1) ?$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$15,58 \cdot V_1 = 5 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{500}{15,58} = 32,09 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat  $\text{HNO}_3$  5M dari  $\text{HNO}_3$  65% diambil 32,09 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan akuademineralta sampai tanda batas.

### B.5 Pembuatan $\text{H}_2\text{SO}_4$ 5M

Pembuatan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M dilakukan dengan cara mengencerkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat 98%

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ pekat} = 98\%$$

$$\rho \text{ H}_2\text{SO}_4 = 1,84$$

$$\text{Mr H}_2\text{SO}_4 = 98,07$$

Untuk mengetahui M  $\text{H}_2\text{SO}_4$  =

$$M = \frac{\rho \cdot 10\%}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1,84 \cdot 10 \cdot 98}{98,07}$$

$$M \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ 98\%} = 18,37 \text{ M}$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 5M (M}_2) = 100 \text{ mL (V}_2)$$

$$\text{H}_2\text{SO}_4 \text{ 98\% (M}_1) = \dots (\text{V}_1) ?$$

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$18,37 \cdot V_1 = 5 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{500}{18,37} = 27,19 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M dari  $\text{H}_2\text{SO}_4$  98% diambil 27,19 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan akuademineralta sampai tanda batas.

### **B.6 Pembuatan $\text{NH}_4\text{Cl}$ 30%**

Pembuatan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  30% dilakukan dengan cara penimbangan  $\text{NH}_4\text{Cl}$  sebanyak 30 gram dan dilarutkan dalam akuademineralta pada labu ukur 100 mL.

$\text{NH}_4\text{Cl}$  30 % (w/v) = ?

$$\% = \frac{\text{Massa(g)}}{\text{Volume(ml)}} \times 100\%$$

$$\% = \frac{30}{100} \times 100\% = 30\%$$

### **B.7 Pembuatan larutan induk KI**

Pembuatan larutan induk KI dilakukan dengan cara membuat larutan KI 4M dari padatan KI

Mr KI = 166

$$M = \frac{\text{massa(g)}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{Volume(ml)}}$$

$$4 = \frac{\text{massa(g)}}{166} \times \frac{1000}{100}$$

gram = 66,4

Jadi untuk membuat larutan KI induk dari padatan KI diambil 66,4 gram dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya ditambahkan akuademineralta sampai tanda batas.

## LAMPIRAN C

### C.1 Pembuatan kurva standar Au

Pembuatan kurva standar Au ini berguna dalam perhitungan kadar Au saat pengujian sampel. Penambahan larutan emas standar yang digunakan 0,150 ppm, 0,225 ppm, 0,300 ppm, 0,375 ppm, 0,450 ppm, dan 0,525 ppm. Untuk membuat variasi konsentrasi larutan emas standar ini sebagai berikut :

Tabel C.1 Pembuatan variasi konsentrasi larutan emas standar

<b>NH<sub>4</sub>Cl (mL)</b>	<b>HCl (mL)</b>	<b>Air (mL)</b>	<b>Au (mL)</b>	<b>Rhodamin B (mL)</b>	<b>Konsentrasi Au (ppm)</b>
5	2,5	9,4	0,6	2,5	0,150
5	2,5	9,1	0,9	2,5	0,225
5	2,5	8,8	1,2	2,5	0,300
5	2,5	8,5	1,5	2,5	0,375
5	2,5	8,2	1,8	2,5	0,450
5	2,5	7,9	2,1	2,5	0,525

### C.2 Pengaruh pelarutan pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase ekstraksi emas

Emas dalam sampel yang dilarutkan dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M dianalisis dengan spektrofotometer

UV-Vis sehingga diperoleh absorbansi pada panjang gelombang 556 nm ditunjukkan pada tabel C.2

Tabel C.2 Absorbansi sampel pelarutan asam

Perlakuan	Absorbansi (Au)
tanpa perlakuan	0,032
pelarutan HCl	0,101
pelarutan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,084
pelarutan HNO <sub>3</sub>	0,076

Absorbansi tersebut dimasukkan dalam persamaan yang diperoleh pada saat pembuatan kurva standar Au sebagai fungsi y.

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

contoh perhitungan :

Absorbansi pelarutan HCl = 0,101

dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Au

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

$$0,101 = 1,5916x - 0,1008$$

$$x = 0,1268$$

x merupakan konsentrasi Au fasa air (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada

pengujian Au ini digunakan 2 mL filtrat yang diencerkan menjadi 10, maka faktor pengenceran dikalikan dengan  $\frac{10}{2}$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = x \cdot \frac{10}{2}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,1268 \cdot \frac{10}{2}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,6340$$

Setelah diperoleh konsentrasi Au (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Au (mg) dengan 0,1 .

$$\text{Maka } 0,6340 \cdot 0,1 = 0,0634$$

$$\text{konsentrasi Au} = 0,0634 \text{ mg}$$

dari konsentrasi Au dalam mg tersebut dikonversikan dalam prosen dengan :

$$\text{Emas dalam sampel (\%)} = \frac{\text{konsentrasi Au (mg)}}{\text{sampel yang dianalisis (mg)}} \times 100\%$$

$$= \frac{0,0634}{3000} \times 100\%$$

$$= 0,0021\%$$

Setelah diketahui persentase emas dalam sampel maka dapat dihitung persentase peningkatan dari emas awal dengan :

$$\begin{aligned} \text{Peningkatan emas (\%)} &= \\ &= \frac{\text{emas setelah pelarutan (\%)} - \text{emas awal (\%)}}{\text{emas dalam sampel (\%)}} \times 100\% \\ &= \frac{(0,0021 - 0,0014)}{0,0014} \times 100\% \end{aligned}$$

peningkatan emas setelah pelarutan (%) = 52%

Dengan perhitungan yang sama, maka diperoleh Tabel C.3

Tabel C.3 Persentase emas dalam sampel pelarutan asam

perlakuan	Konsentrasi Au fasa air (ppm)	Massa Au terekstrak (mg)	Emas dalam sampel (%)	Peningkatan (%)
tanpa perlakuan	0,4172	0,0417	0,0014	0
pelarutan HCl	0,6340	0,0634	0,0021	52
pelarutan H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,5805	0,0581	0,0019	39
pelarutan HNO <sub>3</sub>	0,5554	0,0555	0,0019	33

### C.3 Pengaruh pelarutan bertingkat pada sampel dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase ekstraksi emas

Pada penelitian ini dilakukan penelitian terhadap sampel dengan pelarutan asam bertingkat untuk melihat pengaruhnya terhadap batuan Cinnabar Pulau Buru (Maluku). Emas dalam

sampel yang dilarutkan bertingkat dengan asam  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5M dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh absorbansi pada panjang gelombang 556 nm pada Tabel C.4

Tabel C.4 Absorbansi sampel pelarutan asam bertingkat

Perlakuan	Absorbansi (Au)
bertingkat $\text{HCl}$	0,098
bertingkat $\text{H}_2\text{SO}_4$	0,099
bertingkat $\text{HNO}_3$	0,074

Absorbansi tersebut dimasukkan dalam persamaan yang diperoleh pada saat pembuatan kurva standar Au sebagai fungsi y.

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

contoh perhitungan :

Absorbansi pelarutan bertingkat  $\text{HCl} = 0,098$

dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Au

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

$$0,098 = 1,5916x - 0,1008$$

$$x = 0,1249$$

x merupakan konsentrasi Au fasa air (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian Au ini digunakan 2 mL filtrat yang diencerkan menjadi 10, maka faktor pengenceran dikalikan dengan  $\frac{10}{2}$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = x \cdot \frac{10}{2}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,1249 \cdot \frac{10}{2}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,6245$$

Setelah diperoleh konsentrasi Au (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Au (mg) dengan 0,1 .

$$\text{Maka } 0,6245 \cdot 0,1 = 0,0625$$

$$\text{konsentrasi Au} = 0,0625 \text{ mg}$$

dari konsentrasi Au dalam mg tersebut dikonversikan dalam prosen dengan :

$$\begin{aligned} \text{Emas dalam sampel (\%)} &= \frac{\text{konsentrasi Au (mg)}}{\text{sampel yang dianalisis (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{0,0625}{3000} \times 100\% \\ &= 0,0021\% \end{aligned}$$

Setelah diketahui pesentase emas dalam sampel maka dapat dihitung persentase peningkatan dari emas awal dengan :

$$\begin{aligned} \text{Peningkatan emas (\%)} &= \\ &= \frac{\text{emas setelah pelarutan (\%)} - \text{emas awal (\%)}}{\text{emas dalam sampel (\%)}} \times 100\% \\ &= \frac{(0,0021 - 0,0014)}{0,0014} \times 100\% \end{aligned}$$

peningkatan emas setelah pelarutan (%) = 50%

Dengan perhitungan yang sama, maka diperoleh Tabel C.5

Tabel C.5 Persentase emas dalam sampel pelarutan bertingkat dengan asam

Perlakuan	Konsentrasi Au Aqua regia faktor pengenceran	Massa Au terekstrak (mg)	Emas dalam sampel (%)	Peningkatan (%)
bertingkat HCl	0,6245	0,0625	0,0021	50
bertingkat H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0,6277	0,0628	0,0021	50
bertingkat HNO <sub>3</sub>	0,5491	0,0549	0,0018	32

#### C.4 Pengaruh perlakuan pelarutan kombinasi ion KI + asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M terhadap persentase ekstraksi emas

Pada penelitian ini dipilih reagen KI untuk dikombinasikan dengan asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M dengan harapan ditambahkannya KI ini akan meningkatkan % Au yang terekstrak akibat dari pelindian terhadap Hg. Asam

HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> yang digunakan tetap dengan konsentrasi 5M sedangkan konsentrasi KI yang ditambahkan adalah 1,5M. Emas dalam sampel yang dilarutkan dengan kombinasi asam HNO<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5M dan KI 1,5M dianalisis dengan spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh absorbansi pada panjang gelombang 556 nm pada Tabel C.6

Tabel C.6 Absorbansi sampel pelarutan kombinasi asam + KI

perlakuan	Absorbansi (Au)
HCl + KI	0,089
HNO <sub>3</sub> + KI	0,079

Absorbansi tersebut dimasukkan dalam persamaan yang diperoleh pada saat pembuatan kurva standar Au sebagai fungsi y.

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

contoh perhitungan :

Absorbansi pelarutan bertingkat HCl = 0,098

dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Au

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

$$0,098 = 1,5916x - 0,1008$$

$$x = 0,1193$$

x merupakan konsentrasi Au fasa air (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada

pengujian Au ini digunakan 1 mL filtrat yang diencerkan menjadi 10, maka faktor pengenceran dikalikan dengan  $\frac{10}{1}$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = x \cdot \frac{10}{1}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,1249 \cdot \frac{10}{1}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 1,1925$$

Setelah diperoleh konsentrasi Au (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Au (mg) dengan 0,1 .

$$\text{Maka } 1,1925 \cdot 0,1 = 0,11925$$

$$\text{konsentrasi Au} = 0,11925 \text{ mg}$$

dari konsentrasi Au dalam mg tersebut dikonversikan dalam persen dengan :

$$\begin{aligned} \text{Emas dalam sampel (\%)} &= \frac{\text{konsentrasi Au (mg)}}{\text{sampel yang dianalisis (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{0,11925}{3000} \times 100\% \\ &= 0,0040\% \end{aligned}$$

Setelah diketahui persentase emas dalam sampel maka dapat dihitung peningkatan emas (%) dengan :

$$\begin{aligned} \text{Peningkatan emas (\%)} &= \\ &= \frac{\text{emas setelah pelarutan (\%)} - \text{emas awal (\%)}}{\text{emas dalam sampel (\%)}} \times 100\% \\ &= \frac{(0,0040 - 0,0014)}{0,0014} \times 100\% \end{aligned}$$

peningkatan emas setelah pelarutan (%) = 186%

Dengan perhitungan yang sama, maka diperoleh Tabel C.7

Tabel C.7 Persentase emas dalam sampel pelarutan kombinasi asam + KI

Perlakuan	Konsentrasi Au Aqua regia faktor pengenceran	Massa Au terekstrak (mg)	Emas dalam sampel (%)	Peningkatan (%)
HCl + KI	1,1925	0,1193	0,0040	186
HNO <sub>3</sub> + KI	1,1297	0,1130	0,0038	171

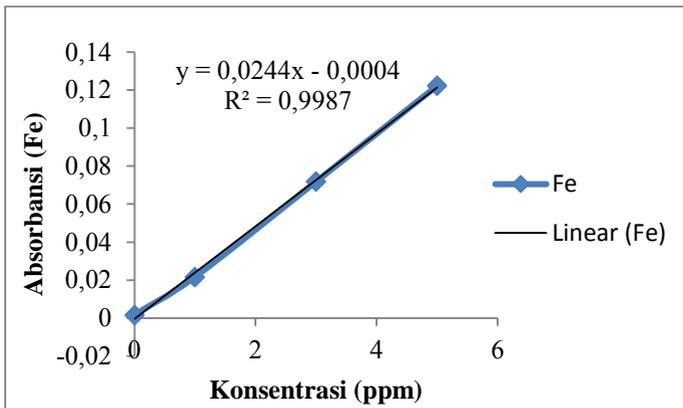
Hasil destruksi sampel dengan metode refluks selanjutnya dianalisis kadar Fe dengan AAS. Kurva standar AAS untuk Fe dibuat terlebih dahulu. Data pembuatan kurva standar AAS untuk Fe ditunjukkan pada tabel C.8

Tabel C.8 Konsentrasi Fe dan absorbansi pada pembuatan kurva standar Fe

Fe	Absorbansi
----	------------

(ppm)	(Fe)
0	0,0017
1	0,0217
3	0,0719
5	0,1224

Kurva standar Fe dalam AAS ditunjukkan pada gambar C.1



Gambar C.1 Kurva standar Fe

Kurva standar Fe diperoleh persamaan garis  $y = 0,0244x - 0,0004$  dengan  $R^2 = 0,9987$ . Data AAS untuk kadar besi dalam filtrat hasil destruksi residu ditunjukkan pada Tabel C.9

Tabel C.9 Data absorbansi sampel pelarutan asam + KI yang dianalisis dengan AAS

Perlakuan	Absorbansi (Fe)	Konsentrasi (ppm)
HCl + KI	0,1005	4,135246
HNO <sub>3</sub> + KI	0,0757	3,118852

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + KI	0,0329	1,364754
-------------------------------------	--------	----------

Dari data tersebut dilakukan perhitungan sebagai berikut, diambil contoh perhitungan untuk HCl + KI

Absorbansi yang diperoleh HCl + KI = 0,1005

dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Fe

$$y = 0,0244x - 0,0004$$

$$0,1005 = 0,0244x - 0,0004$$

$$x = 4,1352$$

x merupakan konsentrasi Fe fasa air (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian Au ini digunakan 1 mL filtrat yang diencerkan menjadi 100 mL, maka faktor pengenceran dikalikan dengan

$$\frac{100}{1}$$

$$\text{konsentrasi Fe (ppm)} = x \cdot \frac{100}{1}$$

$$\text{konsentrasi Fe (ppm)} = 4,1352 \cdot \frac{100}{1}$$

$$\text{konsentrasi Fe (ppm)} = 413,52$$

Setelah diperoleh konsentrasi Fe (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Fe (mg) dengan 0,1 .

Maka  $413,52 \cdot 0,1 = 41,35246$

konsentrasi Fe = 41,35246 mg

dari konsentrasi Fe dalam mg tersebut dikonversikan dalam persen dengan :

$$\begin{aligned}\text{Fe dalam sampel (\%)} &= \frac{\text{konsentrasi Fe (mg)}}{\text{sampel yang dianalisis (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{41,35246}{3000} \times 100\% \\ &= 1,38\%\end{aligned}$$

Untuk perhitungan yang sama, maka didapatkan kadar Fe dalam residu sebagai Tabel C.10

Tabel C.10 Kandungan Fe dalam sampel pelarutan kombinasi asam + KI

Perlakuan	Konsentrasi Fe (ppm)	Konsentrasi Fe (mg)	Fe dalam sampel (%)
HCl + KI	413,5246	41,35246	1,38
HNO <sub>3</sub> + KI	311,8852	31,18852	1,04
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + KI	136,4754	13,64754	0,45

### **C.5 Pengaruh perlakuan pelarutan dengan asam HCl 5M + variasi konsentrasi KI terhadap persentase ekstraksi emas**

Pada penelitian ini digunakan variasi konsentrasi KI yakni 0,25 M, 0,5 M, 1,0 M dan 1,5 M. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi KI yang optimum dengan HCl 5M. Dari perlakuan tersebut dianalisis dengan

spektrofotometer UV-Vis sehingga diperoleh absorbansi pada panjang gelombang 556 nm pada Tabel C.11

Tabel C.11 Absorbansi sampel pelarutan HCl + variasi konsentrasi KI

Perlakuan	Absorbansi (Au)
HCl + KI 0,25 M	0,056
HCl + KI 0,5 M	0,052
HCl + KI 1,00 M	0,051
HCl + KI 1,5 M	0,087

Absorbansi tersebut dimasukkan dalam persamaan yang diperoleh pada saat pembuatan kurva standar Au sebagai fungsi y.

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

contoh perhitungan :

Absorbansi pelarutan bertingkat HCl + KI 0,25 M = 0,056

dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Au

$$y = 1,5916x - 0,1008$$

$$0,056 = 1,5916x - 0,1008$$

$$x = 0,0985$$

x merupakan konsentrasi Au fasa air (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian Au ini digunakan 1 mL filtrat yang diencerkan menjadi 10, maka faktor pengenceran dikalikan dengan  $\frac{10}{1}$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = x \cdot \frac{10}{1}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,0985 \cdot \frac{10}{1}$$

$$\text{konsentrasi Au (ppm)} = 0,9852$$

Setelah diperoleh konsentrasi Au (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Au (mg) dengan 0,1 .

$$\text{Maka } 0,9852 \cdot 0,1 = 0,09852$$

$$\text{konsentrasi Au} = 0,09852 \text{ mg}$$

dari konsentrasi Au dalam mg tersebut dikonversikan dalam persen dengan :

$$\begin{aligned} \text{Emas dalam sampel (\%)} &= \frac{\text{konsentrasi Au (mg)}}{\text{sampel yang dianalisis (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{0,09852}{3000} \times 100\% \\ &= 0,0033\% \end{aligned}$$

Setelah diketahui persentase emas dalam sampel maka dapat dihitung persentase peningkatan dari emas dengan :

$$\begin{aligned} \text{Peningkatan emas (\%)} &= \\ & \frac{\text{emas setelah pelarutan (\%)} - \text{emas awal (\%)}}{\text{emas dalam sampel (\%)}} \times 100\% \\ &= \frac{(0,0033 - 0,0014)}{0,0014} \times 100\% \end{aligned}$$

peningkatan emas setelah pelarutan (%) = 136%

Dengan perhitungan yang sama, maka diperoleh Tabel C.12

Tabel C.12 Persentase emas dalam sampel pelarutan HCl + variasi konsentrasi KI

Perlakuan	Konsentrasi Au Aqua (ppm)	Massa Au terekstrak (mg)	Emas dalam sampel (%)	Peningkatan (%)
HCl + KI 0,25 M	0,9852	0,0985	0,0033	136
HCl + KI 0,5 M	0,9600	0,0960	0,0032	130
HCl + KI 1,00 M	0,9538	0,0954	0,0032	129
HCl + KI 1,5 M	1,1799	0,1180	0,0039	183

Hasil destruksi sampel dengan metode refluks selanjutnya dianalisis kadar Fe dengan AAS. Data AAS kadar besi dalam filtrat hasil destruksi residu ditunjukkan pada Tabel C.13

Tabel C.13 Data absorbansi sampel pelarutan asam + variasi konsentrasi KI yang dianalisis dengan AAS

Perlakuan	Absorbansi (Au)
Tanpa perlakuan	0,1100
HCl 5M + KI 0,25M	0,0408
HCl 5M + KI 0,5M	0,0488
HCl 5M + KI 1M	0,0497
HCl 5M + KI 1,5M	0,0930

Dari data tersebut dilakukan perhitungan sebagai berikut, diambil contoh perhitungan untuk HCl 5M + KI

Absorbansi yang diperoleh HCl 5M + KI 0,25M = 0,0408

dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Fe

$$y = 0,0244x - 0,0004$$

$$0,0408 = 0,0244x - 0,0004$$

$$x = 1,6885$$

x merupakan konsentrasi Fe fasa air (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian Au ini digunakan 1 mL filtrat yang diencerkan menjadi 100 mL, maka faktor pengenceran dikalikan dengan  $\frac{100}{1}$

$$\text{konsentrasi Fe (ppm)} = x \cdot \frac{100}{1}$$

$$\text{konsentrasi Fe (ppm)} = 1,6885 \cdot \frac{100}{1}$$

$$\text{konsentrasi Fe (ppm)} = 168,8525$$

Setelah diperoleh konsentrasi Fe (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Fe (mg) dengan 0,1 .

$$\text{Maka } 168,8525 \cdot 0,1 = 1688,525$$

$$\text{konsentrasi Fe} = 1688,52 \text{ mg}$$

dari konsentrasi Fe dalam mg tersebut dikonversikan dalam prosen dengan :

$$\begin{aligned} \text{Fe dalam sampel (\%)} &= \frac{\text{konsentrasi Fe (mg)}}{\text{sampel yang dianalisis (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{1688,52}{3000} \times 100\% \\ &= 0,56\% \end{aligned}$$

Untuk perhitungan yang sama, maka didapatkan kadar Fe dalam residu sebagai Tabel C.14

Tabel C.14 Kandungan Fe dalam sampel pelarutan HCl + Variasi konsentrasi KI

Perlakuan	Konsentrasi Fe (ppm)	Konsentrasi (mg)	Fe dalam sampel (%)
Tanpa perlakuan	452,459	45,2459	1,51
HCl + KI 0,25 M	168,8525	16,8852	0,56
HCl + KI 0,5 M	201,6393	20,1639	0,67
HCl + KI 1,00 M	205,3279	20,5328	0,68
HCl + KI 1,5 M	382,7869	38,2787	1,28

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BIODATA PENULIS



Penulis dengan nama lengkap Bias Robby Bidari, lahir di Surabaya pada 4 Januari 1993, merupakan anak kedua dari 2 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK Aisyiyah, SD Kertajaya X No.216, SMP Negeri 39 Surabaya dan

SMA Negeri 6 Surabaya. Penulis menempuh perguruan tinggi di Jurusan Kimia FMIPA-ITS Surabaya. Selama masa kuliah S1, penulis pernah aktif di organisasi kemahasiswaan diantaranya Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS, WE&T ITS, ITS-TV, dan beberapa organisasi luar kampus. Selain itu penulis merupakan penerima beasiswa General Electric FSLP (Foundation Scholar Leaders Programme). Penulis juga pernah mengikuti Kerja Praktek di Laboratorium Forensik Kepolisian Daerah Jawa Timur pada tahun 2014. Pada masa akhir studi, penulis melakukan penelitian mengenai peningkatan kadar emas melalui logam pengotor menggunakan asam klorida (HCl), asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) dan asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dan kombinasi asam-kalium iodida pada batuan yang berasal dari Gunung Botak Pulau Buru (Maluku). Penelitian yang dilakukan penulis dibawah bimbingan Bapak Suprpto, M.Si., Ph.D.

Email : [biasrobby@gmail.com](mailto:biasrobby@gmail.com)

Mobile : 0822 4526 3696