



UNIVERSITAS INDONESIA

**STUDI OPTIMASI RECOVERY PERAK
DARI DECOPPERIZED ANODE SLIME
DENGAN SELECTIVE LEACHING
AMMONIUM HIDROKSIDA**

TESIS

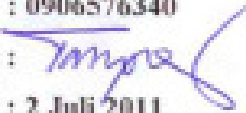
Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Magister Sains

**TATANG HENDRA
0906576340**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI MAGISTER ILMU MATERIAL
UNIVERSITAS INDONESIA
JAKARTA
JULI 2011**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Tesis ini adalah hasil karya saya sendiri,
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar

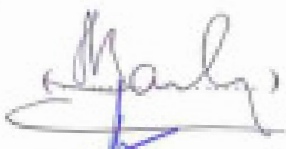
Nama : Tatang Hendra
NPM : 0906576340
Tanda Tangan : 
Tanggal : 2 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Tesis ini diajukan oleh :
Nama : Tatang Hendra
NPM : 0906576340
Program Studi : Magister Ilmu Material
Judul Tesis : Studi Optimasi Proses Recovery Perak dari
Decopperized Anode Slime dengan Selective
Leaching Ammonium Hidroksida

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang dibutuhkan untuk memperoleh gelar Magister Sains pada Program Pascasarjana Ilmu Material, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing	: Dr. Bambang Soegijono	
Penguji I	: Dr. Azwar Manaf, M.Met	(.....)
Penguji II	: Dr. Muhammad Hikam	(.....)
Penguji III	: Dr. Budhy Kurniawan	(.....)

Ditetapkan di : Jakarta

Tanggal : 2 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah ke hadirat Allah SWT Yang Maha Mengetahui terhadap setiap yang ada di bumi dan di langit, hanya karena berkat rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan tugas akhir ini. Tugas akhir ini berjudul “Studi Optimasi Proses Recovery Perak dari Decopperized Anode Slime dengan Selective Leaching Ammonium Hidroksida”. Tugas akhir ini dilaksanakan pada Program Studi Ilmu Material Fakultas MIPA Universitas Indonesia. Dengan selesainya tugas akhir ini, penulis mengucapkan terima kepada :

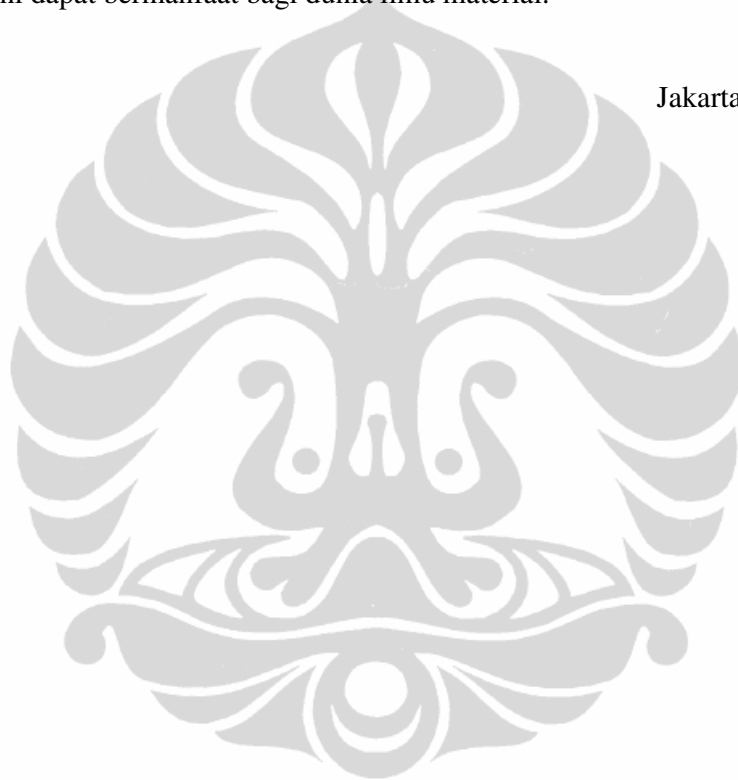
1. Bapak Dr. Bambang Soegijono, selaku Ketua Program Studi dan dosen Pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk membimbing dan mengarahkan dalam penyusunan tesis ini.
2. Bapak Dr. Azwar Manaf, M.Met selaku penguji I.
3. Bapak Dr. Mohammad Hikam selaku penguji II.
4. Bapak Dr. Budhy Kurniawan selaku penguji III.
5. Ibu Tutik Kustiningsih, SE, MM, QIA dan Bapak Herman, SE, atas dukungan dan izinnya untuk melakukan penelitian di PT Antam, Tbk Unit Bisnis Pengolahan dan Pemurnian Logam Mulia.
6. Bapak Abdul Hadi Aviciena, ST, MSi, MSc, atas segala sharing pengalaman dan bantuan yang diberikan sehingga dapat diselesaikannya tugas akhir ini.
7. Bapak Darsun & Bapak Fajar Andrianto ST, dan para analis yang telah setia membantu untuk preparasi dan ujicoba di laboratorium Satker Refining dan Laboratorium Analisis PT Antam, Tbk UBPLM.
8. Bapak dan Ibu Staf Pengajar Program Studi Ilmu Material yang telah memberikan segala ilmu dan pengetahuannya serta bimbingannya selama penulis menuntut ilmu di kampus ini.
9. Teman-teman Satu Angkatan Program Studi Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

10. Seluruh staf TU Program Studi Ilmu Material Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia, Mbak Siti dan Mas Eko dan staf atas segala bantuannya.

Tidak ada gading yang tak retak, penulis menyadari bahwa laporan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna. Oleh karenanya, setiap kritik dan saran yang dapat meningkatkan kualitas laporan tugas akhir ini sangat diharapkan. Semoga laporan tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi dunia ilmu material.

Jakarta, Juli 2011

Penulis



**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
TUGAS AKHIR UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Tatang Hendra
NPM : 0906576340
Program Studi : Materials Sains
Departemen : Fisika
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Tesis

demikian pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia **Hak Bebas Royalti Non-eksklusif (*Non-exclusive Royalty-Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul :

**Studi Optimasi Proses Recovery Perak dari Decopperized Anode Slime dengan
Selective Leaching Ammonium Hidroksida**

berserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Non-eksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Jakarta
Pada tanggal : 2 Juli 2011

Yang menyatakan


(Tatang Hendra)

ABSTRAK

Nama : Tatang Hendra
Program Study : Ilmu Material
Judul : **Studi Optimasi Proses Recovery Perak dari Decopperized Anode Slime dengan Selective Leaching Ammonium Hidroksida**

Pada proses pengolahan *decopperized anode slime* sebagai *by product* dari proses pemurnian tembaga dengan metode hydrometallurgy yaitu dengan proses leaching menggunakan oksidator sodium hipoklorit diperoleh dua jenis produk utama berupa filtrat yang kaya akan emas dan residu klorida yang memiliki kandungan perak. Pada filtrat dan residu ini dilakukan proses lanjutan yang berbeda untuk memperoleh logam-logam berharga yang memiliki nilai ekonomis.

Penelitian ini merupakan salah usaha untuk merecovery perak dari *decopperized anode slime* eks PT Smelting Gresik dengan metode selektif leaching dengan menggunakan ammonium hidroksida.. Pada percobaan ini divariasikan konsentrasi ammonium hidroksida dan waktu tinggal untuk menentukan titik optimum proses pelindian terhadap recovery perak, Sedangkan temperature proses dan kecepatan putaran dibuat tetap pada 120 RPM dan temperatur proses pada 60°C.

Hasil dari penelitian ini diperoleh data bahwa untuk merecovery perak dengan metode *selective leaching* diperoleh titik optimum persen ekstraksi perak pada kondisi konsentrasi ammonium hidroksida sebesar 30 ml (0,375M) dan waktu proses untuk memperoleh persen ekstraksi pada waktu tinggal selama 60 menit, yaitu diperoleh persen ekstraksi sebesar 85,21%. Dari reduksi AgCl dengan menggunakan Zn Powder diperoleh perak dengan kadar kemurnian sebesar 98,11%.

Kata kunci:

decopperized anode slime, perak, ammonium hidroksida, recovery

ABSTRACT

Name : Tatang Hendra
Study Program : Material Science
Title : **An Optimization Study of Silver Recovery of Decopperized Anode Slime by Selective Leaching of Ammonium Hydroxide**

In the processing of decopperized anode slime as by-product of copper refining process by the method of hydrometallurgy, the process of leaching using oxidant of sodium hypochlorite obtained two kinds of main products in the form of filtrate that is rich in gold and residues that contain silver chloride. In the filtrate and the residue was carried out follow-up of different processes to obtain precious metals that have economic value.

This study is one attempt to recover silver from PT Smelting Gresik decopperized anode slime by selective leaching method using ammonium hydroxide. In this experiment varied the concentration of ammonium hydroxide and residence time to determine the optimum leaching process to recover the silver, while the process temperature and rotation speed is made permanent at 120 RPM and at 60°C of process temperature.

The results of this study data showed that to recover the silver by selective leaching method obtained the optimum percent extraction of silver on the condition of the concentration of ammonium hydroxide at 30 ml (0.375 M) and the processing time to obtain the percent extraction at 60 minutes, the obtained percent extraction is 85.21%. From the reduction of AgCl using Zn Powder obtained metallic silver with purity 98.11% of silver.

Keyword:

decopperized anode slime, silver, ammonium hydroxide, recovery

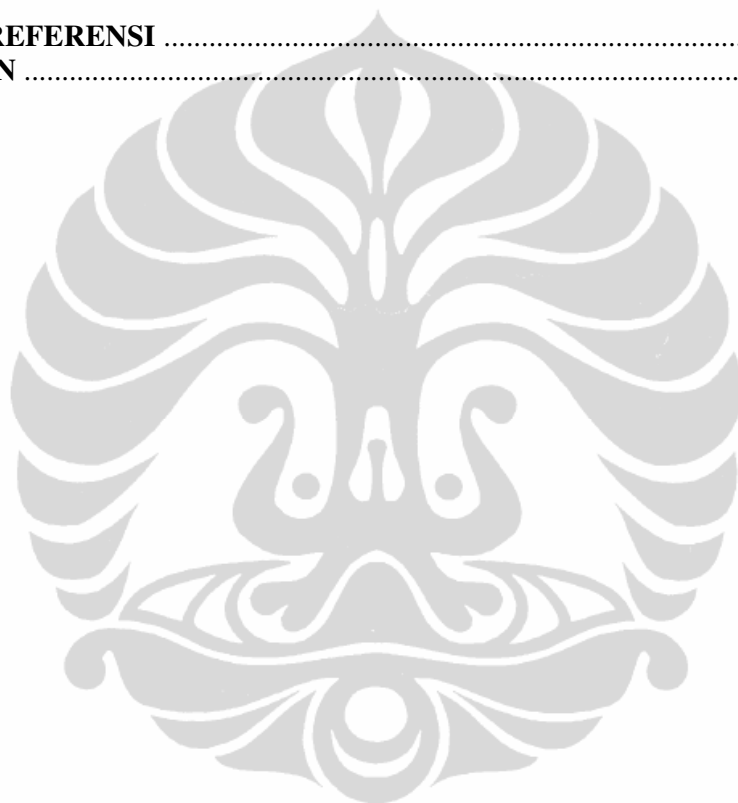
DAFTAR ISI

	Halaman:
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI	vi
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	4
1.5. Batasan Penelitian	5
1.6. Sistematika Penulisan	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1. Pengolahan Deopperized Anode Slime Secara Pirometalurgi	7
2.2. Pengolahan Decopperized Anode Slime Secara Hidrometalurgi	9
2.3. Proses Leaching.....	12
BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	15
3.1. Tempat Penelitian	15
3.2. Bahan dan Alur Percobaan	15
3.3. Alat dan Bahan	18
3.4. Prosedur Percobaan	19
3.4.1. Percobaan Optimasi Leaching Emas	19
3.4.2. Percobaan Leaching Timbal	22
3.4.3. Percobaan Leaching AgCl	25
BAB IV PEMBAHASAN	28
4.1. Analisa Morfologi Permukaan Partikel	28
4.2. Karakterisasi Decopperized Anode Slime	31
4.3. Pengaruh Konsentrasi Oksidator Sodium Hipoklorit Terhadap Recovery Emas, Palladium, Platina dan Tembaga	34
4.4. Pengaruh Variable Konsentrasi Sodium Hipoklorit Losses Ag	38
4.5. Karakterisasi Residu Hasil Leaching Emas dengan Oksidator Sodium Hipoklorit	39
4.6. Pengaruh Leaching Sodium Karbonat dan HNO ₃ Terhadap Ekstraksi Timbal dalam Residu	40
4.7. Pengaruh Konsentrasi Ammonium Hidroksida Terhadap	

DAFTAR TABEL

	Halaman:
Tabel 2.1. Perbandingan Proses Hidrometalurgi dan Pirometalurgi	9
Tabel 3.1. Komposisi Kimia Decopperized Anode Slime	16
Tabel 3.2. Alat dan Bahan	18
Tabel 3.3. Kebutuhan Cl_2 untuk Mengoksidasi Slime	19
Tabel 3.4. Kebutuhan Asam Klorida Secara Stoikiometri	20
Tabel 3.5. Variasi Parameter Percobaan Leaching Emas	22
Tabel 3.6. Komposisi Kimia Elementer Residu I	23
Tabel 3.7. Komposisi Kimia Residu I	24
Tabel 3.8. Komposisi Kimia Elementer Residu II	25
Tabel 3.9. Variasi Konsentrasi Ammonium Hidroksida	26
Tabel 3.10. Variasi Konsentrasi NH_4OH dan Waktu Leaching	26
Tabel 4.1. Komposisi Kimia Decopperized Anode Slime	31
Tabel 4.2. Puncak-Puncak Difraksi Anode Slime	32
Tabel 4.3. Fraksi Massa Anode Slime	34
Tabel 4.4. Komposisi Kimia Anode Slime Setelah Kalkulasi Ulang	36
Tabel 4.5. Hasil Percobaan Optimasi Leaching Emas	37
Tabel 4.6. Pengaruh Konsentrasi Sodium Hipoklorit Terhadap Losses Perak	38
Tabel 4.7. Komposisi Kimia Residu I Leaching Sodium Hipoklorit	39
Tabel 4.8. Komposisi Residu II dengan Treatment 3 Kali	41
Tabel 4.9. Pengaruh Konsentrasi NH_4OH Terhadap Ekstraksi Perak	41
Tabel 4.10. Pengaruh Waktu Tinggal Terhadap Persen Ekstraksi Perak	43
Tabel 4.11. Puncak-puncak Difraksi $AgCl$	44
Tabel 4.12. Fraksi Massa Presipitate eks Filtrat	45
Tabel 4.13. Recovery Perak Berdasarkan Proses Leaching	46
Tabel 4.14. Komposisi Kimia Perak Hasil Reduksi Dengan Zn Powder	46
Tabel 4.15. Komposisi Kimia Timbal Hasil Reduksi Dengan Zn Powder .	47

Ekstraksi Perak	41
4.8. Pengaruh Waktu Tinggal Terhadap Porsen Ekstraksi Perak	43
4.9. Karakterisasi Presipitat AgCl Hasil Volatisasi Ammonium Hidroksida Dengan Pemanasan Steam	44
4.10.Recovery Perak Secara Keseluruhan	45
4.11. Proses Ekstraksi Timbal	47
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	48
5.1. Kesimpulan	48
5.2. Saran	49
DAFTAR REFERENSI	50
LAMPIRAN	52



DAFTAR GAMBAR

Halaman:

Gambar 2.1.	Diagram Alir Proses Smelting & Refining Decopperized Anode Slime	8
Gambar 2.2.	Skema Kaldo Furnace	8
Gambar 2.3.	Proses Pengolahan Anode Slime Secara Hidrometalurgi	10
Gambar 2.4.	Pengaruh Temperatur Leaching Terhadap Fraksi Reaksi	13
Gambar 2.5.	Pengaruh Rasio Solid Liquid Terhadap Fraksi Reaksi	13
Gambar 2.6.	Pengaruh Kecepatan Pengadukan Pada Fraksi Reaksi	14
Gambar 2.7.	Pengaruh Kecepatan Aliran Gas Pada Fraksi Reaksi	14
Gambar 3.1.	Decopperized Anode Slime eks PT Smelting Gresik	16
Gambar 3.2.	Diagram Alir Percobaan	17
Gambar 3.3.	Proses Leaching di atas hot plate (a) proses pengadukan (b)	21
Gambar 3.4.	Proses Leaching dalam Lemari Asam	27
Gambar 4.1.	Morfologi permukaan sampel dasar slime perbesaran 500 kali	29
Gambar 4.2.	Morfologi permukaan sampel dasar slime perbesaran 2500 kali	30
Gambar 4.3.	Morfologi permukaan sampel dasar slime perbesaran 5000 kali	30
Gambar 4.4.	Profile Difraksi XRD Dari Anode Slime	32
Gambar 4.5.	Refinement Pola Difraksi Sinar-X Sample A-O Slime	34
Gambar 4.6.	Pengaruh Oksidator NaClO Terhadap Ekstraksi Au, Pd, Pt, Cu	37
Gambar 4.7.	Pengaruh Oksidator Sodium Hipoklorit Terhadap Losses Perak	39
Gambar 4.8.	Pengaruh Jumlah Treatment Terhadap Persen Ekstraksi Pb .	40
Gambar 4.9.	Pengaruh Konsentrasi NH ₄ OH Terhadap Ekstraksi Perak	42
Gambar 4.10.	Pengaruh Waktu Tinggal Terhadap Persen Ekstraksi Perak .	43
Gambar 4.11.	Profil Difraksi Sinar X Presipitat eks Filtrat	44
Gambar 4.12.	Refinement Pola Difraksi Sinar-X Presipitat eks Filtrat	45

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman:
Lampiran A Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Decopperized Anode Slime	53
Lampiran B Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Residu I	56
Lampiran C Data Percobaan dan Hasil Analisa	60
Lampiran D Contoh Perhitungan Persen Ekstraksi	61



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Indonesia memiliki sumber daya alam mineral yang potensial dan beragam. Saat ini merupakan negara penghasil emas terbesar ke 7 (tujuh) dan penghasil tembaga terbesar ke 5 (lima) di dunia. Kontributor utama produksi emas dan tembaga ini berasal dari PT Freeport Indonesia dan dari PT Newmont Nusa Tenggara, atau lebih dari 75% dari total produksi emas Indonesia pada tahun 2010. Sedangkan jumlah konsentrat tembaga yang dihasilkan lebih dari 1 juta ton pertahun. Konsentrat tembaga ini sebagian besar masih diolah di luar negeri, hanya sekitar sepertiganya saja yang diolah dan dimurnikan di dalam negeri.

Satu-satunya smelter di Indonesia yang beroperasi mengolah dan memurnikan tembaga adalah PT Smelting Gresik, yang beroperasi secara komersial sejak tahun 1999. Smelter ini memiliki kapasitas produksi 270.000 ton/tahun tembaga murni (99,99%) dan menghasilkan *anode slime* sebanyak 1800 ton/tahun yang di dalamnya masih terkandung logam berharga seperti emas, perak, platina, palladium, dan selenium. *Anode slime* ini dijual untuk diolah dan dimurnikan di luar negeri. Emas yang diolah berkisar antara 22-35 ton/tahun dan peraknya 150 ton/tahun. Potensi volume *anode slime* ini diperkirakan akan meningkat dengan adanya rencana pembangunan smelter tembaga PT Nusantara Smelting Corporation yang berlokasi di Bontang, Kalimantan. Pabrik ini diperkirakan akan beroperasi sekitar tahun 2014 dengan kapasitas 200.000 ton/tahun katoda tembaga dan *anode slime* 400 ton/tahun, setara emas +/- 20 Ton.

Kondisi pengolahan *anode slime* yang diolah di luar negeri tersebut sudah barang tentu tidak menguntungkan bagi kepentingan nasional, mengingat kebutuhan bahan baku emas, perak, platina dan palladium saat ini sebagian besar dapat dipenuhi dengan cara mengimpor. Di samping itu perkembangan industri hilir dan peningkatan nilai tambah atas produk tambang tidak memberikan

manfaat maksimal bagi bangsa Indonesia. Sejalan dengan hal tersebut pemerintah Indonesia berupaya untuk meningkatkan nilai tambah komoditas mineral pertambangan bagi kemakmuran bangsa, yaitu dengan telah diundangkannya Undang-undang No.4 Tahun 2009 mengenai Mineral dan Batubara. Implementasi dari peraturan ini antara lain adalah adanya kewajiban bagi para pengusaha pertambangan untuk mengolah mineralnya di dalam negeri sampai menjadi produksi jadi dan larangan untuk mengeksport bijih mineral mulai tahun 2014. Kondisi tersebut membuka peluang sekaligus tantangan untuk meningkatkan nilai tambah dari mineral-mineral logam termasuk untuk mengolah *anode slime* untuk dapat diolah di dalam negeri.

Indonesia sebagai negara yang memiliki visi untuk menjadi negara mandiri dengan adanya integrasi proses produksi dari hulu sampai ke hilir, perlu mengintensifkan program penelitian mengenai pengolahan dan pemurnian hasil-hasil tambang dan produk sampingnya. Saat ini penelitian yang berkaitan dengan pengolahan *anode slime* di dalam negeri sangat jarang ditemukan. Penelitian ini diharapkan menambah cakrawala untuk penelitian-penelitian lebih lanjut terkait pengolahan sumber daya alam di Indonesia, khususnya untuk mengekstraksi logam berharga dari *anode slime*.

Pada perkembangan teknologi pengolahan *anode slime* dikenal dua proses ekstraksi logam berharga tersebut yaitu melalui proses pirometalurgi dan hidrometalurgi. Kedua metode ini telah diaplikasikan di dunia industri, namun secara umum metode hidrometalurgi relatif lebih memberikan tingkat recovery yang lebih tinggi, mampu mengekstraksi untuk kadar logam yang lebih rendah, dan memerlukan konsumsi energi yang lebih rendah dibandingkan dengan metode ekstraksi secara pirometalurgi. Pada penelitian ini mengambil jalur proses hidrometalurgi. *Anode slime* diolah dengan proses pelindian untuk memisahkan logam berharga dengan pengotornya. Pada proses pelindian selektif ini akan diperoleh filtrat yang kaya akan emas dan residu yang kaya akan perak. Pada penelitian terdahulu, telah dilakukan penelitian untuk menelaah tingkat recovery emas yang terdapat dalam filtrat yang dihasilkan dengan menggunakan oksidator sodium klorat dan hidrogen peroksida⁽³⁾. Sedangkan pada penelitian ini oksidator

yang digunakan adalah sodium hipoklorit (NaClO) dan akan difokuskan untuk mempelajari tingkat ekstraksi dan *recovery* perak yang terdapat dalam residu proses tersebut.

Residu yang dihasilkan selanjutnya diproses melalui pelindian selektif tahap II menggunakan sodium karbonat (Na_2CO_3) dan asam nitrat (HNO_3) untuk melarutkan timbal karbonat, dan pada akhirnya residu tersebut akan dileaching secara selektif menggunakan amonium hidroksida (NH_4OH) untuk melarutkan perak menjadi senyawa kompleks. Senyawa kompleks inilah kemudian dipresipitasi dengan pemanasan tidak langsung dengan *steam* (*steam sparging*) sehingga diperoleh AgCl . Endapan AgCl ini kemudian direduksi dengan Zn dust untuk memperoleh logam perak murni dengan kemurnian $> 90\%$. Pada penelitian ini dilakukan variasi dari variabel proses untuk konsentrasi amonium hidroksida dan waktu tinggal.

1.2. Perumusan Masalah

Anode slime merupakan *by product* dari proses pemurnian tembaga yang masih memiliki kandungan logam-logam berharga. Saat ini *anode slime* (*decopperized anode slime*) di Indonesia dihasilkan oleh PT Smelting Indonesia, dan pengolahannya diekspor ke Negara Jepang. Penting bagi praktisi industri untuk menguasai teknologi ini dengan melakukan studi-studi pendahuluan sehingga diharapkan bangsa Indonesia memiliki kompetensi untuk mengolah material ini secara mandiri di tanah air.

Pada proses pelindian (*leaching*) anode slime tahap pertama ada beberapa oksidator alternatif yang digunakan antara lain sodium khlorat (NaClO_3) dan hidrogen peroksida (H_2O_2) sedangkan pada penelitian ini menggunakan oksidator sodium hipoklorit (NaClO) yang relatif lebih mudah didapatkan di pasar. Pada penelitian ini akan dipelajari tingkat ekstraksi emas yang terlarut menjadi filtrat dan juga tingkat ekstraksi perak dan logam lainnya pada residu yang dihasilkan dengan menggunakan oksidator amonium hidroksida (NH_4OH).

Beberapa hipotesis, antara lain :

- Proses leaching terhadap *decopperized anode slime* dengan oksidator sodium hipoklorit (NaClO) di dalam media larutan HCl , akan menghasilkan gas chlorine yang akan bereaksi dengan fasa cair untuk menghasilkan oksidator kuat, seperti ion-ion hipoklorit (ClO^-) dan khlorat (ClO_3^-) ketika reaksi berlangsung. Ion-ion ini cukup kuat untuk melarutkan tembaga, perak dan emas.
- Proses leaching dengan menggunakan Na_2CO_3 akan mereaksikan PbCl dalam residu menjadi PbCO_3 yang akan larut dalam asam nitrat (HNO_3), sedangkan khlorida yang tidak larut adalah AgCl .
- Residu AgCl akan membentuk senyawa kompleks $[\text{Ag}(\text{NH}_3)]\text{Cl}$ dengan cara dilarutkan dalam NH_4OH sedangkan senyawa pengotor lainnya akan tertinggal sebagai residu.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan utama dari penelitian ini adalah untuk mengevaluasi dan mengidentifikasi kondisi optimum percobaan yang terbaik untuk mengekstraksi perak dari *decopperized anode slime* melalui proses hidrometalurgi.

1.4. Manfaat Penelitian

Proses ekstraksi logam dari *by product* yang berasal dari kegiatan industri merupakan tantangan tersendiri, yaitu bagaimana menguasai metode ekstraksi dari logam-logam berharga tersebut. Penelitian ini diharapkan memberikan wawasan untuk pengolahan logam berharga yang terkandung di dalam sisa proses.

Manfaat secara khusus adalah dengan telah diundangkan UU No.4 Tahun 2009, dimana salah satu klausulnya menetapkan bahwa dalam 5 tahun ke depan di Indonesia tidak diperbolehkannya mengekspor bahan mentah dan *by product*, tetapi harus berupa produk jadi atau setengah jadi, maka hal ini merupakan peluang dalam industri ini untuk mampu mengolah bahan baku *anode slime*

menjadi produk jadi sehingga apabila teknologi ini dilakukan di Indonesia akan memberikan nilai tambah dibandingkan dengan diekspor ke negara lain.

1.5. Batasan Penelitian

- Mempelajari proses ekstraksi dari *decopperized anode slime* dengan menggunakan proses hidrometallurgi untuk mengukur tingkat ekstraksi logam berharga yang optimum.
- Mempelajari dan menentukan kondisi optimum proses ekstraksi perak dari residu hasil proses leaching dari anode slime dengan metode *selective leaching* menggunakan ammonium hidroksida.
- Mengevaluasi kombinasi variabel proses optimum yang memberikan *recovery* perak yang maksimal.

1.6. Sistematika Penulisan

Sistematika penulisan pada penelitian ini meliputi BAB I hingga BAB V yang mengacu pada pedoman teknis penulisan tugas akhir mahasiswa Universitas Indonesia sesuai dengan surat Keputusan Rektor Universitas Indonesia No. 628/SK/R/UI/2008. BAB I merupakan pendahuluan yang terdiri dari latar belakang, rumusan masalah, tujuan penelitian, manfaat penelitian, batasan penelitian dan model operasional penelitian. BAB II merupakan tinjauan pustaka yang terdiri dari pemahaman tentang teknologi proses hidrometallurgi dan pirometalurgi untuk proses pengolahan anode slime dari proses pemurnian tembaga . Pada BAB III merupakan metodologi penelitian yang meliputi proses preparasi, karakterisasi sample hingga pengamatan dan pengolahan data. Kemudian BAB IV merupakan hasil dan pembahasan. Hasil dan analisa data merupakan hasil interpretasi data yang diperoleh dari hasil karakterisasi sample berdasarkan hipotesis dan dasar teori yang mendukungnya. Selanjutnya BAB V merupakan kesimpulan dan saran. Kesimpulan dan saran adalah inti sari dari seluruh kegiatan penelitian yang juga merupakan jawaban dari tujuan yang ingin dicapai.

BAB II

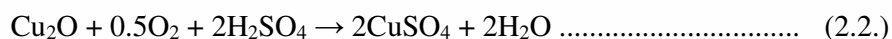
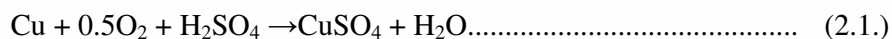
TINJAUAN PUSTAKA

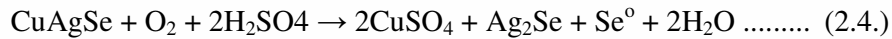
Pada proses peleburan konsentrat tembaga di dalamnya masih memiliki kandungan logam berharga seperti emas, perak dan logam berharga lainnya. Semua logam berharga tersebut terkonsentrasi di dalam *blister tembaga*, yang selanjutnya dicetak menjadi anoda tembaga. Anoda tembaga tersebut kemudian dimurnikan melalui proses elektrolisis untuk dihasilkan tembaga murni dengan kemurnian 99.99%.

Selama proses elektrolisis, logam tembaga akan terdeposisi di katoda melalui reduksi ion tembaga dari elektrolit. Dari proses electrorefining tembaga ini juga dihasilkan *anode slime* yang memiliki kandungan logam berharga seperti emas, perak, platina, palladium, selenium, dan logam lainnya sebagai *by product*. JE. Hoffmann (2001) mendefinisikan *anode slime* sebagai padatan tidak terlarut yang dihasilkan pada proses pemurnian tembaga, yang umumnya terdiri dari 3 (tiga) konstituen utama yaitu terdiri dari senyawa yang dihasilkan dari proses elektrolisis seperti $PbSO_4$, logam-logam mulia dan sisa slag dari proses casting.

Pada umumnya *anode slime* dari proses pemurnian tembaga memiliki kandungan tembaga yang significant yaitu berkisar 20-40% terutama dalam bentuk senyawa oksida tembaga (Cu_2O). Anode slime mentah ini selanjutnya diekstraksi awal dengan tujuan untuk pemisahan unsur tembaganya yang dikenal dengan proses *decopperizing*. Proses *decopperizing* dilakukan dengan metode *atmospheric leaching* dengan asam sulfat dan udara, pada temperature proses sampai sekitar $150^{\circ}C$. Pada proses ini hampir seluruh tembaga dapat dipisahkan secara efektif⁽⁹⁾.

Pada saat proses *decopperizing* mekanisme reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:





Proses *recovery* logam-logam mulia yang terkandung di dalam *decopperized anode slime* yang berasal dari pabrik pemurnian tembaga, pada dasarnya dapat dilakukan baik melalui jalur proses pirometalurgi dan hidrometalurgi. Pada proses pirometalurgi adalah dengan cara melebur *anode slime* menjadi *dore* diikuti dengan proses pemurnian emas dan perak menggunakan proses hidro-electrometalurgi sedangkan metode lainnya adalah melalui jalur hidrometalurgi murni.

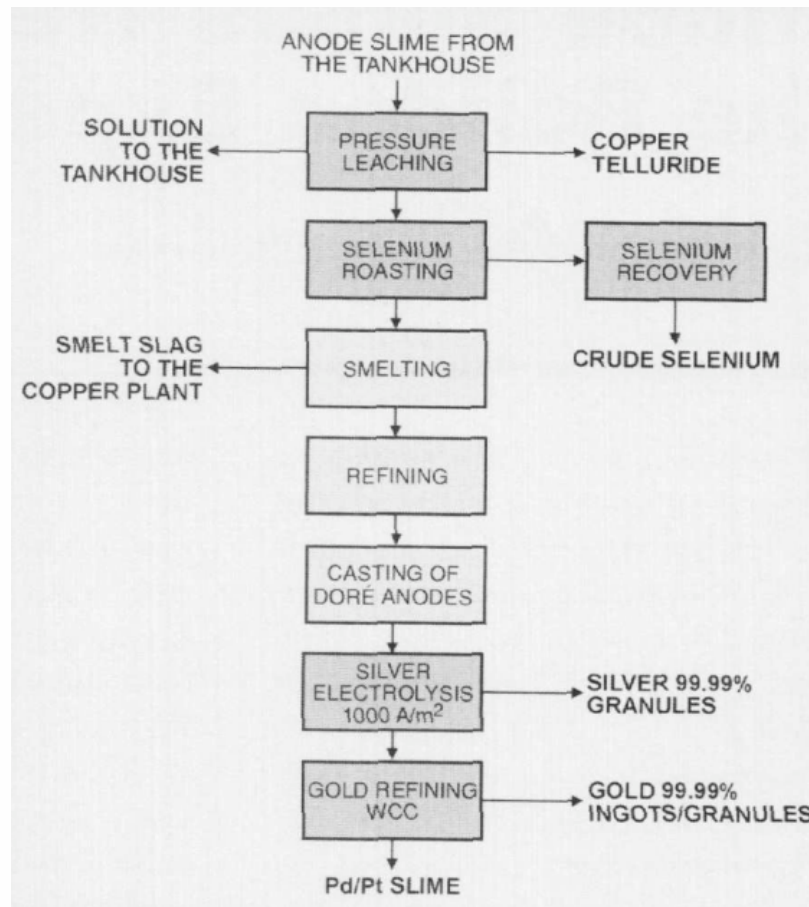
Dalam perkembangannya, sampai dengan saat ini ada 2 (dua) jenis jalur ekstraksi untuk *decopperized anode slime* yaitu dengan teknologi Outotec (pirometalurgi diikuti dengan hidro-electrometalurgi) dan teknologi JE Hoffmann (hidrometalurgi). Keduanya merupakan proses yang aplikatif di industri untuk pengolahan anoda slime dari hasil pengolahan dan pemurnian tembaga.

2.1. Pengolahan *Decopperized Anode Slime* Secara Pirometalurgi

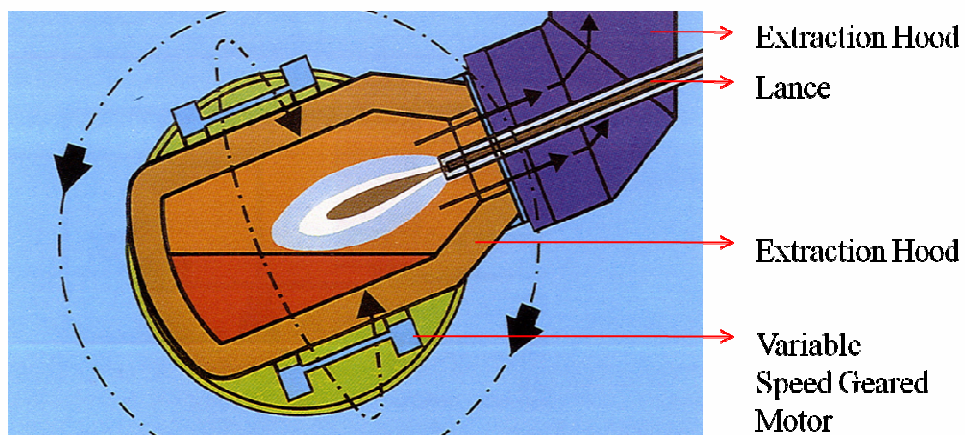
Proses teknologi Outotec (Swedia) terdiri dari proses *decopperizing*, pengeringan, peleburan, reduksi slag dan proses *converting* di dalam Kaldor furnace, casting anoda *dore*, *electrorefining* perak, emas, platinum dan palladium⁽⁴⁾.

Decopperized Anode slime dioksidasi di dalam kaldor furnace atau disebut juga sebagai furnace TBRC (*top blown rotary converter*) dimana oksigen berfungsi sebagai oksidator yang di injeksikan (*blowing*) menggunakan sistem *lance*, sehingga timbal (Pb) akan tereduksi dan menjadi slag (timbal oksida) kemudian dipisahkan (*skimming*). Proses peleburan ini berlangsung pada temperatur sekitar 1200°C (lihat gambar 2.1.).

Logam-logam berharga seperti emas, perak, platina dan paladium akan tertinggal di bagian bawah furnace sebagai *dore bullion* yang siap diolah di pabrik pemurnian (*refinery*). *Dore bullion* ini akan dielektrolisis menggunakan sel elektrolisis perak (sel Moebius), dan emasnya akan dimurnikan di dalam sel elektrolisis emas (sel Wohlwil).



Gambar 2.1. Diagram Alir Proses Smelting dan Refining Decopperized Anode Slime ⁽⁴⁾.



Gambar 2.2. Skematik Kaldor Furnace

2.2. Pengolahan Anode Slime Secara Hidrometalurgi

Pengolahan anode slime secara hidrometalurgi secara umum lebih menguntungkan dibandingkan dengan cara pirometalurgi berdasarkan tabel perbandingan di bawah ini:

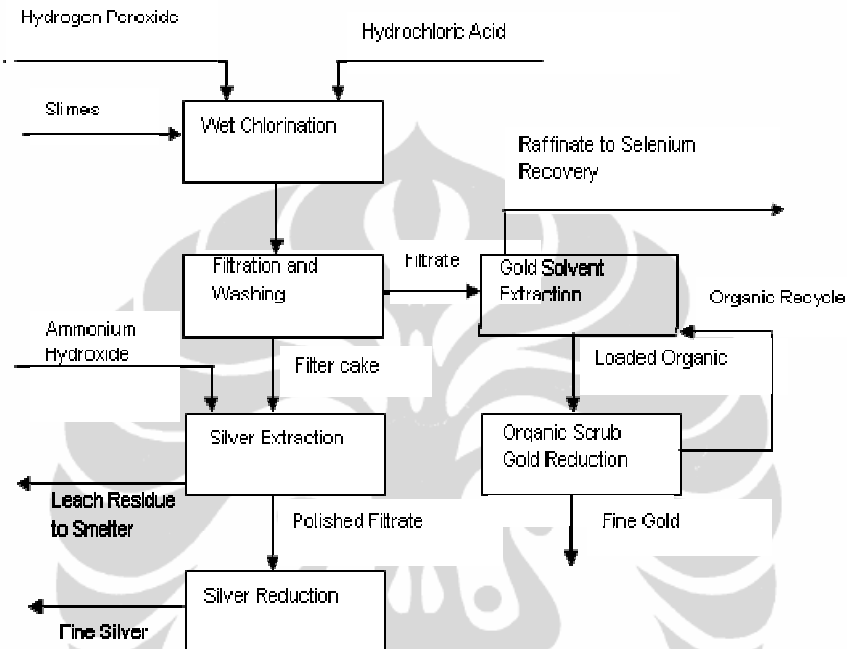
Tabel 2.1. Perbandingan Proses Hidrometalurgi dan Pirometalurgi ⁽¹⁴⁾

Parameter	Hidrometalurgi	Pirometalurgi
Pengolahan untuk material/ore berkadar rendah	Mungkin dengan selective leaching	Tidak cocok
Perolehan (Recovery)	Relatif tinggi	Relatif rendah
Pollutant	Air limbah, solid/slurry residu	Gas dan debu
Kecepatan reaksi	Lebih lambat	Cepat
Skala operasi	Dimungkinkan untuk dilakukan dalam skala kecil, investasi kecil	Tidak ekonomis untuk skala kecil
Biaya Investasi	Umumnya lebih rendah dibandingkan pirometalurgi	Lebih tinggi
Biaya Energi	Lebih rendah	Lebih tinggi
Material Handling	Slurry mudah untuk ditransfer.	Penanganan logam cair, slag, dan matte
Residu	Residu – halus dan kurang stabil	Slag – kasar dan stabil

Beberapa perusahaan yang menggunakan teknologi hidrometalurgi antara lain adalah Mitsubishi Metal Corporation dan Nippon Mining & Metals Co. Ltd yang berlokasi di Jepang.

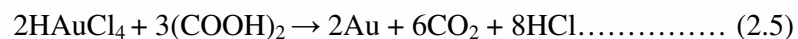
Proses Hoffmann, pada dasarnya pada tahap awal dilakukan proses pelarutan klorida untuk mengekstraksi logam mulia selain perak ke dalam larutan. Pada proses ini, emas, platina dan palladium dilarutkan ke dalam larutan HCl, sedangkan perak akan berubah menjadi perak klorida (AgCl). Sebagai oksidator dapat digunakan gas klorin atau hidrogen peroksida. Proses pelarutan logam mulia ini disebut sebagai pelarutan klorida atau disebut juga dengan *wet chlorination*.

Diagram alir proses hidrometalurgi yang dilakukan adalah seperti digambarkan pada Gambar 2.3. berikut ini :



Gambar 2.3. Proses Pengolahan *Anode Slime* Secara Hidrometalurgi

Dari gambar diatas anode slime dileaching dengan cara *wet chlorination*. Oksidator yang dipakai umumnya adalah gas klor ataupun hidrogen peroksida. Logam emas dipisahkan dengan cara solvent extraction menggunakan media organik DBC (*dibuthyl Carbitol*). Emas ini kemudian diekstrak menggunakan asam oksalat. Reaksi reduksi emas dengan asam oksalat adalah sebagai berikut:



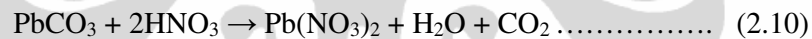
Selenium dan telurium yang tersisa dilarutan akan diendapkan dengan gas sulfur dioksida. Reduksi Se dan Te oleh gas sulfur dioksida mengikuti reaksi:



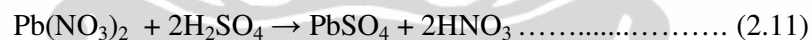
Pada proses *wet chlorination*, selain menyebabkan perak menjadi perak klorida juga menyebabkan timbal sulfat menjadi timbal klorida. Untuk memisahkan timbal dilakukan proses karbonisasi timbal (Pb) dengan menggunakan sodium karbonat (Na_2CO_3), dengan reaksi sebagai berikut :



Selanjutnya timbal (Pb) akan dileaching dari residu dengan penambahan asam nitrat mengikuti reaksi sebagai berikut :

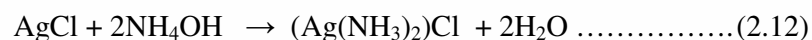


Timbal dapat direcovery dengan menambahkan asam sulfat ⁽⁵⁾. Timbal Sulfat (PbSO_4) akan terpresipitasi dan akan terbentuk kembali asam nitrat sesuai reaksi berikut :



Perak yang masih ada di residu dan masih tercampur dengan timbal dipisahkan dengan pelindian selektif menggunakan amoniak (NH_4OH). Perak yang larut akan diendapkan kembali dengan menggunakan panas dari steam.

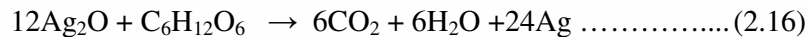
Reaksi pelarutan dari perak klorida mengikuti reaksi sbb:



Reaksi volatilisasi ammonia, mengikuti reaksi sbb:



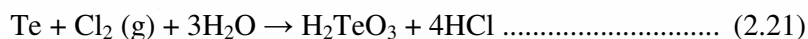
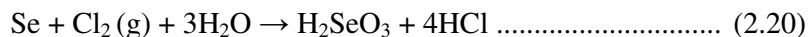
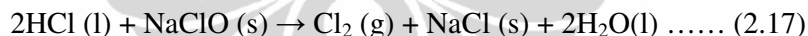
Perak klorida ini selanjutnya direduksi dengan menggunakan gula (*dekstrose*) menjadi perak sponge. Reaksi reaksi reduksinya mengikuti reaksi sbb:



2.3. Proses Leaching

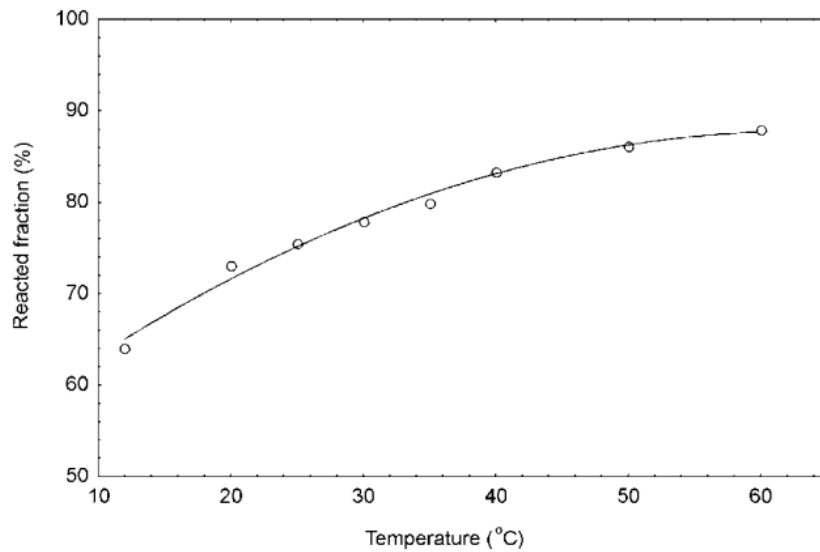
Proses leaching adalah tahapan yang sangat penting terutama dalam menghasilkan recovery metal berharga yang diinginkan. Proses leaching ini umumnya menggunakan gas khlor (Cl_2) yang diinjeksikan ke dalam larutan dalam media asam khlorida sehingga disebut *wet chlorination* (klorinasi basah). Proses leaching ini bisa dilakukan dengan menggunakan oksidator sodium klorat (NaClO_3), sodium hipoklorit (NaClO), dan hydrogen peroksida (H_2O_2).

Proses ekstraksi *decopperized anode slime* dilakukan secara bertahap untuk pemisahan secara selektif senyawa-senyawa logam berharganya. Tahap awal proses adalah dengan metode leaching menggunakan oksidator sodium hipoklorit (NaClO). Gas klorin yang dihasilkan sebagai *oxidizing agent* sudah cukup memberikan kondisi yang tepat untuk melarutkan logam berharga seperti emas, perak dan tembaga⁽¹²⁾. Secara umum reaksi-reaksi yang terjadi dalam proses pelindian dengan gas khlor adalah sebagai berikut :

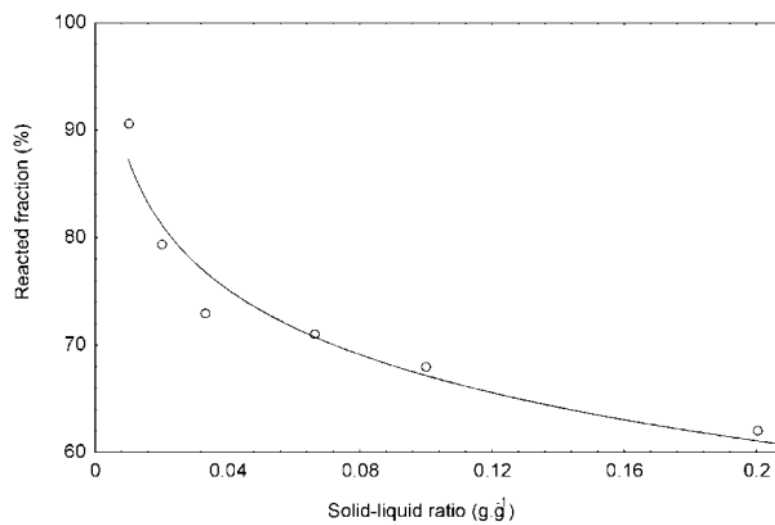


Beberapa penelitian yang dilakukan proses pelindian *decopperized anode slime* dengan menggunakan oksidator gas khlor menunjukkan adanya pengaruh variable temperature, kecepatan agitasi, laju alir gas khlor, rasio solid dan liquid terhadap

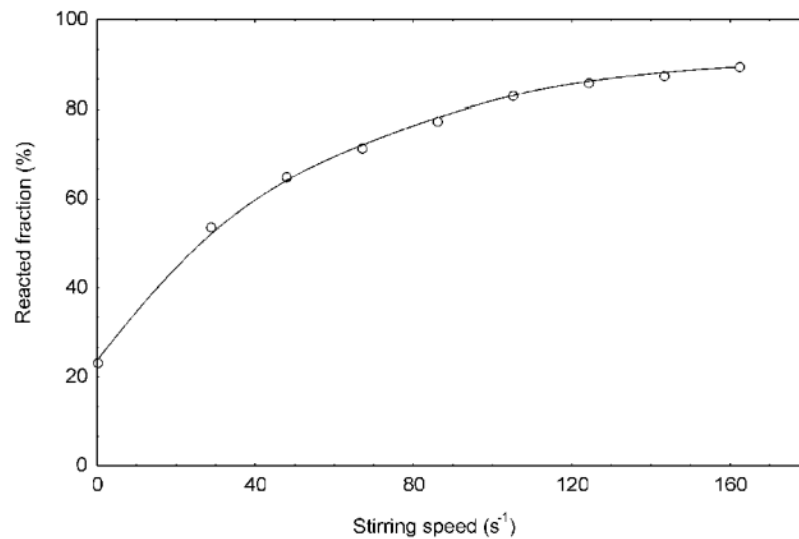
persen ekstraksi emas yang terlarut dalam filtrat dengan proses ini akan menghasilkan recovery emas $>90\%$ ⁽⁵⁾.



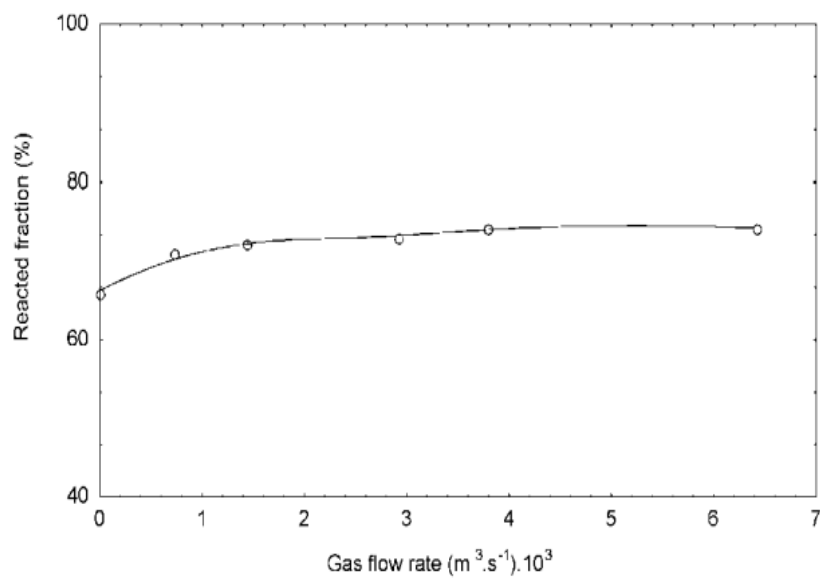
Gambar. 2.4. Pengaruh temperatur pelindian pada fraksi reaksi ⁽⁶⁾



Gambar. 2.5. Pengaruh rasio solid-liquid pada fraksi reaksi ⁽⁶⁾



Gambar. 2.6. Pengaruh kecepatan pengadukan pada fraksi reaksi ⁽⁶⁾



Gambar 2.7. Pengaruh kecepatan aliran gas pada fraksi reaksi ⁽⁶⁾

BAB III METODE PENELITIAN

3.1. Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Satuan Kerja Refining dan Laboratorium Analisis PT Antam, Tbk Unit Bisnis Pengolahan dan Pemurnian Logam Mulia, Jakarta dan pengujian Laboratorium Karakterisasi dan Analisis Nuklir, Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir, Badan Tenaga Nuklir Nasional, Serpong-Tangerang.

3.2. Bahan dan Alur Percobaan

Bahan *decopperized anode slime* yang digunakan sebagai bahan penelitian adalah berasal dari PT Copper Smelting, Gresik. Anode slime adalah produk samping (*by product*) dari proses peleburan dan pemurnian tembaga yang merupakan slime yang terbentuk dari anode tembaga saat proses elektrolisis pemurnian tembaga. Bahan anode slime ini telah mengalami perlakuan *pressured leaching* di dalam autoclave menggunakan media asam sulfat (H_2SO_4) untuk mereduksi tembaga (*decopperized*) di dalam slime tersebut.

Jumlah anode slime yang digunakan adalah sekitar 2700 gram yang merupakan salah satu batch proses di PT Smelting Gresik, sehingga tidak mewakili rata-rata proses keseluruhan. Ukuran serbuk anode slime sekitar 60 mesh (+/- 0,250 mm).

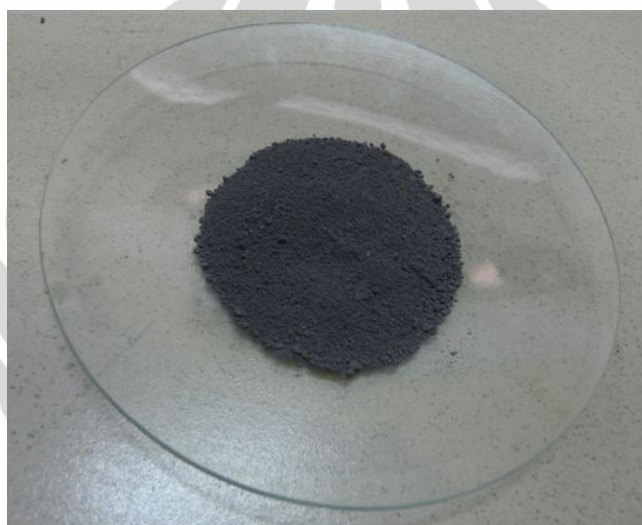
Metode pengambilan contoh dengan metode splitting. Analisa sample dengan beberapa metode, yaitu :

- a. Fire Assay untuk emas dan perak padatan.
- b. AAS untuk analisa emas, perak, palladium, tembaga dan timbal
 - i. XRD untuk raw data analisa kuantitatif.

- c. Komposisi unsur-unsur utama dari anode slime adalah seperti pada tabel 3.1. berikut:

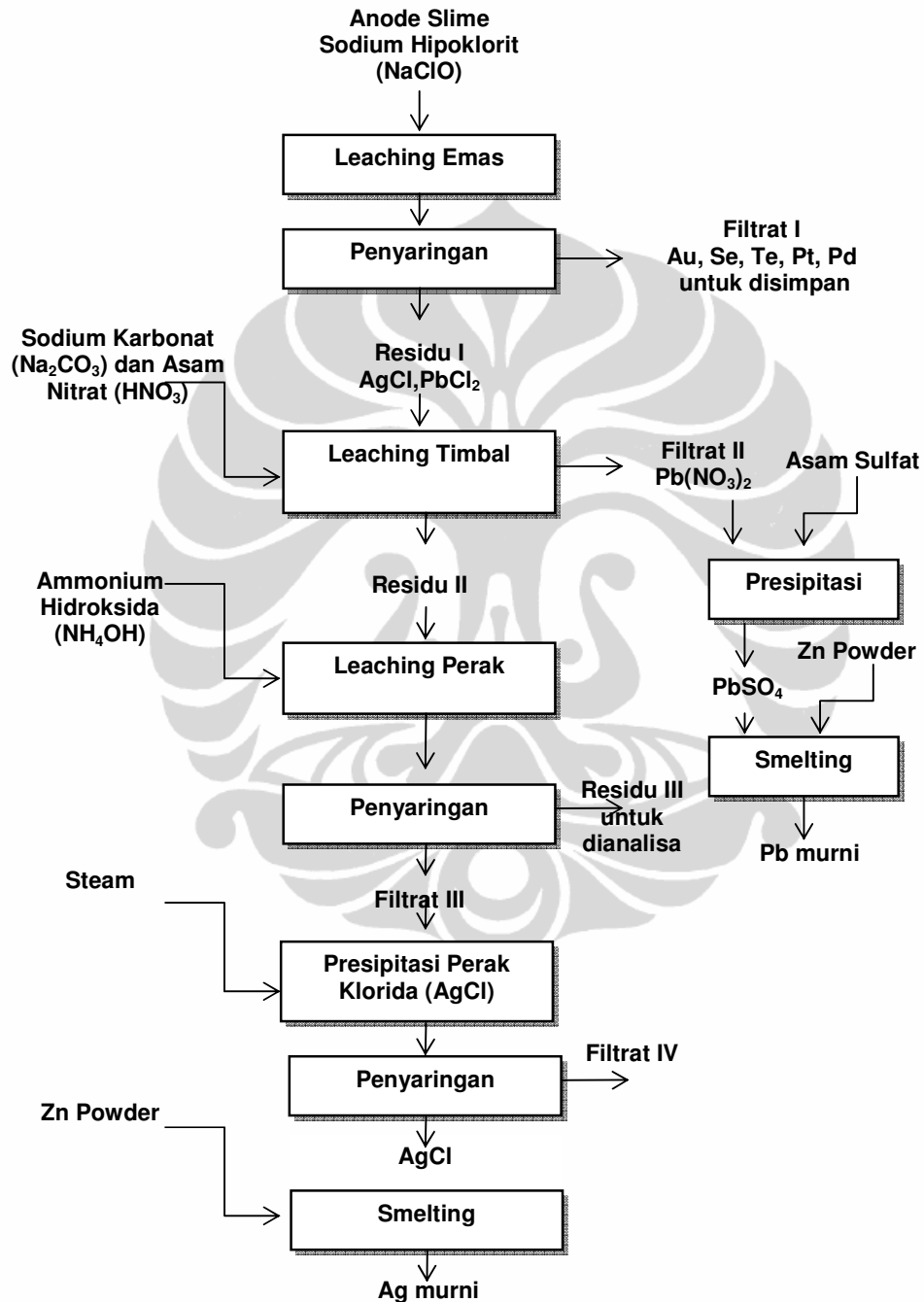
Tabel 3.1. Komposisi Kimia *Decopperized Anode Slime*

Unsur	Au	Ag	Pt	Pd	Se	Cu	Pb
Kadar (%)	0.43	3,78	0.00090	0,0056	6,52	0,39	55,6



Gambar 3.1. Decopperized Anode Slime eks PT Smelter Gresik

Secara umum diagram alir percobaan digambarkan sebagai berikut:



Gambar 3.2. Diagram Alir Percobaan

3.3. Alat dan Bahan

Tabel 3.2. Alat dan Bahan

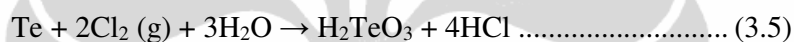
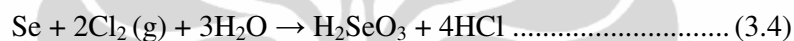
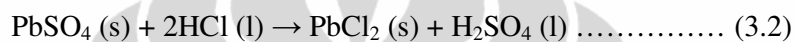
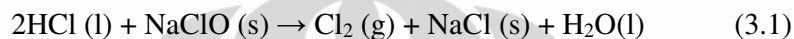
No	Deskripsi	Jumlah
	<u>ALAT</u>	
1	Hot Plate Cimarec, 1500 Watt, dengan control temperature dan stirrer	1
2	Vacuum pump	1
3	Krus A-05 Salamander	1
4	Corong	1
5	Saringan Porcelen (buchner)	1
6	Cawan Keramik	3
7	Botol Semprot	1
8	Kertas Saring	50
9	Sendok Plastik	2
10	Batang Pengaduk	1
11	Kantong Plastik	100
12	Timbangan Metler 2 digit, Kapasitas 1000gr	1
13	Gelas Beaker 5000ml	2
14	Gelas Beaker 1000ml	2
15	Gelas Beaker 100ml	2
16	Gelas Beaker 250ml	2
17	Gelas Ukur 1000ml	1
18	Pipet Pump	1
19	Erlenmeyer 500ml	2
20	Dapur lebur 1200°C	1
21	Thermometer	1
	<u>ALAT PELINDUNG DIRI</u>	
1	Sarung Tangan Ansel	2 pasang
2	Sarung Tangan Katun	2 pasang
3	Masker Asam	1 buah
	<u>BAHAN</u>	
1	HCl 37%	10 liter
2	Sodium Hipoklorit (NaClO)	500 gr
3	NH ₄ OH 25%	1 liter
4	Zink Dust	100 gr
5	HNO ₃ 68%	1 liter

3.4. Prosedur Percobaan

3.4.1. Percobaan Optimasi Leaching Emas

Tujuan: untuk mengamati pengaruh variasi dosis oksidator sodium hipoklorit terhadap ekstraksi emas dan perak (Pt dan Pd jika memungkinkan)

Untuk menghitung kebutuhan sodium hipoklorit secara stoikiometri berdasarkan reaksi- reaksi dibawah ini:



Kebutuhan minimal secara stoikiometri reaksi adalah sebagai berikut:

Tabel 3.3. Kebutuhan Cl_2 untuk Mengoksidasi Slime

Kebutuhan Cl_2 untuk mengoksidasi slime sebanyak 100 gr (Dry Basis)						
No	Unsur	Kadar (%)	Berat (gr)	Berat	Mol	Ekivalen
				Atom / Molekul		Mol Cl_2
1	Cu	0.39	0.39	63.55	0.0061	0.0061
2	Se	5.24	5.24	78.96	0.0664	0.0664
3	Te	0.21	0.21	127.6	0.0016	0.0016
4	Au	0.43	0.43	196.97	0.0022	0.0033
5	Sb	0.19	0.19	121.75	0.0016	0.0016
6	Ag_2Se	5.16	5.16	294.7	0.0175	0.0525
Total Mol Cl_2 yang dibutuhkan						0.1315
Total berat sodium hipoklorit yang dibutuhkan (gr)					9.7908	

Dari Tabel 3.3. diperoleh kebutuhan sodium hipoklorit untuk mengoksidasi 100 gram *decopperized anode slime*, secara stoikiometri adalah 10 gram. Untuk menentukan kebutuhan minimum asam klorida untuk melarutkan 100 gram *decopperized anode slime* tersebut adalah menggunakan perhitungan seperti table berikut ini.

Tabel 3.4. Kebutuhan Asam Klorida Secara Stoikiometri

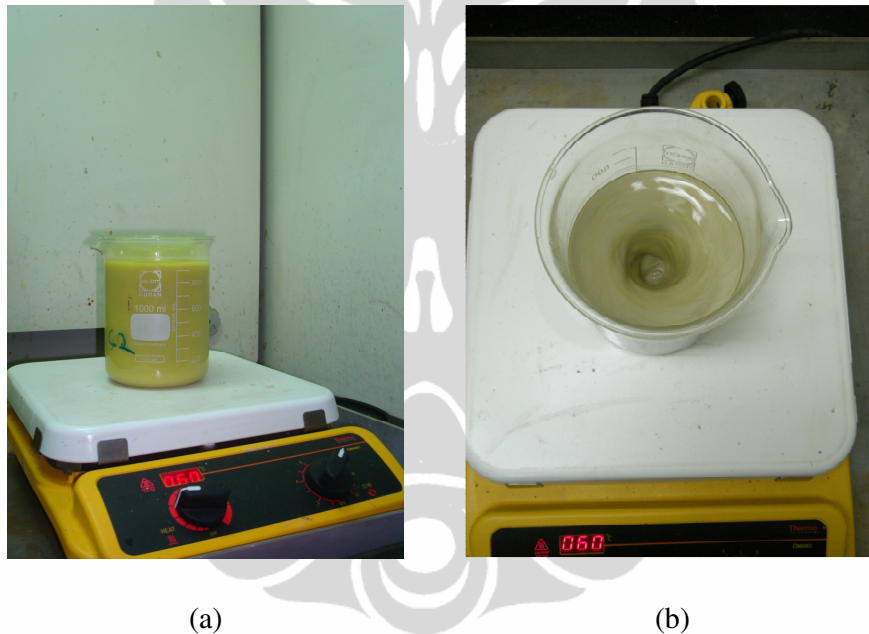
Kebutuhan HCl untuk mengoksidasi slime sebanyak 100 gr (Dry Basis)						
No	Unsur /Senyawa	Kadar (%)	Berat (gr)	Berat	Mol	Ekivalen
				Atom / Molekul		Mol Cl ₂
1	PbSO ₄	81.3	81.3	303.2	0.2680	0.5360
2	Cl ₂	9.34	9.34	71	0.1315	0.2630
Total Mol HCl yang dibutuhkan						0.7990

Dari table 3.4. di atas maka kebutuhan asam klorida minimal adalah 0.7990 mol. Untuk seluruh percobaan ini dibuat konsentrasi tetap yaitu 5M, dengan volume 250 ml, sehingga kandungan HCl-nya sebanyak 1.25 mol yang masih berlebih dari kebutuhan minimum secara stoikiometri.

Prosedur:

1. Timbang *decopperized anode slime* sebanyak 100 gram dan buatlah untuk tujuh kali percobaan.
2. Buatlah larutan HCl 5M dengan mengencerkan larutan HCl 32% (10.2 M) sebanyak 495 ml diencerkan menjadi 1 liter.
3. Setiap batch digunakan 250 ml larutan HCl 5 M.
4. Masukkan larutan HCl 5 M ke dalam gelas beaker 1 liter kemudian masukkan 100 gram *anode slime*. Letakkan beaker pada hot plate dan putarlah magnetic stirrer sampai pada kecepatan tetap yaitu 120 RPM, biarkan teraduk merata.
5. Masukkan sedikit demi sedikit sodium hipoklorit kedalam *slurry*.

6. Jaga temperatur proses pada 60°C dengan menghidupkan hot plate. Biarkan proses berlangsung selama 2 jam dengan kecepatan putaran 120 RPM.
7. Lakukan penyaringan, keringkan residunya, sebagian dari residunya di kirim ke laboratorium untuk dianalisa kadar Au dan Ag-nya sebagian lagi akan dilakukan percobaan lebih lanjut
8. Simpanlah filtratnya dan ukur volumenya, catatlah.



Gambar 3.3. Proses Leaching di atas hot plate (a) proses pengadukan (b).

9. Lakukan beberapa kali percobaan dengan Table 3.5. dibawah ini:

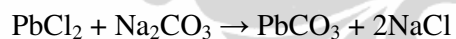
Tabel 3.5. Variasi Parameter Percobaan Leaching Emas

No. Percobaan	Berat Slime (gr)	Sodium Hipoklorit (gr)	Volume HCl (5M) (ml)	Temp °C	Kec. agitasi (rpm)	Residence time (jam)
A1	100	5	250	60	120	2
A2	100	7.5	250	60	120	2
A3	100	10	250	60	120	2
A4	100	15	250	60	120	2
A5	100	20	250	60	120	2
A6	100	30	250	60	120	2
A7	100	45	250	60	120	2

3.2.2. Percobaan Leaching Timbal (Pb)

Tujuan : Percobaan ini untuk melihat pengaruh penambahan Na_2CO_3 terhadap kadar timbal dalam residu, dimana Pb akan membentuk PbCO_3 yang dapat larut dalam Asam Nitrat (HNO_3).

Reaksi yang terjadi :



Dengan kadar PbCl_2 dalam Residu 81.23%, dilakukan perhitungan dengan basis 100gr. Berat PbCl_2 adalah 81,23 gram, atau $81.23/\text{Berat Atom } \text{PbCl}_2 = 81.23/278,1 = 0.244$ mol. Berarti berat minimum Na_2CO_3 yang dibutuhkan untuk mereduksi PbCl_2 adalah $0.244 \text{ mol} \times \text{Berat atom } \text{Na}_2\text{CO}_3 = 0.292 \times 106 = 30$ gram. Untuk percobaan ini dibuat pemakaian Na_2CO_3 dalam jumlah tetap yaitu 30 gram atau memiliki konsentrasi minimum secara stoikiometri.

Ekstraksi Timbal (Pb) dengan leaching menggunakan asam nitrat (HNO₃), dengan reaksi sebagai berikut :



Dengan kadar Pb dalam residu I misalnya 25.28% dilakukan perhitungan dengan basis 100gr. Berat Pb adalah 25,28 gram, atau $25.28/\text{Berat Atom Pb} = 25.28 \text{ gram} / 207,2 = 0.122 \text{ mol}$.

Atau $\text{PbCO}_3 = 0.122 \text{ mol} \times (207.2 + 12 + (3 \times 16)) = 32.59 \text{ gram}$

Berarti HNO₃ minimum yang dibutuhkan adalah $2 \times 0.122 \times (1 + 14 + 48) = 15.73 \text{ gram}$.

Dengan menggunakan HNO₃ 68%, maka kebutuhan HNO₃ minimum adalah:

$100\% / 68\% \times 15.73 = 23.13 \text{ gram}$

Berat Jenis HNO₃ = 1.51 gram/cm³

Atau diperlukan $23.13 \text{ gram} / 1.51 \text{ gram/cm}^3 = 15.31 \text{ ml}$.

Dalam percobaan ini Jumlah HNO₃ dibuat tetap sebanyak 25ml, masih berlebih sehingga kebutuhan minimum reaksi secara stoikiometris.

Komposisi kimia residu :

Tabel 3.6. Komposisi Kimia Elementer Residu I

Unsur	Metode Fire Assay/AAS
	Kadar (%)
Emas (Au)	0.0112
Perak (Ag)	5.82
Tembaga (Cu)	0,0046
Paladium (Pd)	0.0516
Timbal (Pb)	32,28

Tabel 3.7. Komposisi Kimia Residu I

Unsur / Senyawa	Kadar (%)		
	EXPGUI	Manual	Selisih
PbCl ₂	73.79	81.23	7.44
AgCl	24.29	7.73	-16.77
CuCl	1.92	0.0072	-1.9128

Senyawa utama dari residu I berdasarkan hasil karakterisasi adalah :

- Cottunite (PbCl₂)
- Silver Chloride (AgCl)
- Nantokite (CuCl)

Prosedur:

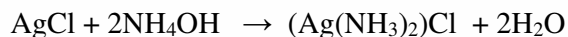
Buatlah kembali residu berdasarkan parameter proses optimum pertama (parameter sampel A4) dan aduklah secara merata. Pisahkan sebanyak 20 gram untuk analisa emas dan perak nya sebagai sample head. Pisahkan sebanyak 10 gram untuk analisa XRD.

1. Siapkan residu sebanyak 100 gr ke dalam beaker 5 liter.
2. Tambahkan Na₂CO₃ sebanyak 50 gram tambahkan aquadest sebanyak 100ml.
3. Letakkan di atas hot plate & aduklah dengan menggunakan magnetic stirrer pada temperature 60°C dan kecepatan putaran = 120 RPM selama 1 jam.
4. Saringlah residu tersebut.
5. Ulangi proses 2 s.d. 4.
6. Siapkan residu hasil proses 5 ke dalam beaker 5 liter.
7. Tambahkan larutan asam nitrat 5M sebanyak 25ml.
8. Saringlah residu tersebut.
9. Ulangi proses 7 s.d. 8
10. Setelah proses berlangsung saringlah residu dan filtrate, serta catat.

3.2.3. Percobaan Leaching AgCl

Tujuan: Percobaan ini dilakukan untuk melihat pengaruh dosis ammonia terhadap recovery perak dan pengaruh waktu leaching terhadap recovery perak.

Untuk melarutkan perak klorida yang ada dalam residu dilakukan reaksi dengan ammonia sbb:



Sample residu II yang digunakan adalah dengan tretament sebanyak 2 kali dengan komposisi sebagai berikut :

Tabel 3.8. Komposisi Kimia Residu II

Unsur	Metode Fire Assay/AAS
	Kadar (%)
Emas (Au)	-
Perak (Ag)	13.92
Tembaga (Cu)	0.0094
Paladium (Pd)	-
Timbal (Pb)	25.28

Untuk melarutkan AgCl, misalkan kita ambil residu 25 gram, dengan kadar Ag = 13.92 %, maka berat AgCl 3.48 gram atau = $3.48/108 = 0.032$ mol. Berarti Berat AgCl = $0.032 \text{ mol}(108 + 35.5) = 4.592$ gram.

Maka NH_4OH (25%) minimum yang dibutuhkan adalah $2 \times 0.032 \times (14+5+16) = 2.24$ gram atau $100\% / 25\% \times 2.31 = 8.96$ gram

Berat jenis ammonia 0.682 gram/cm^3 , Volume NH_4OH yang diperlukan adalah 13.13 ml.

Prosedur:

1. Timbanglah 50 gram residu, masukan dalam beaker 500 ml
2. Buatlah larutan ammonia 25% dan masukan ke dalam beaker.
3. Lakukan variasi percobaan pelarutan AgCl dengan ammonia sesuai table dibawah ini :

Tabel 3.9. Variasi Konsentrasi Ammonium Hidroksida

No	Berat residu (gram)	Ammonium Hidroksida 10% (ml)	Waktu Leaching (menit)	Temp
B1	25	13	60	kamar
B2	25	20	60	kamar
B3	25	30	60	kamar
B4	25	40	60	kamar
B5	25	50	60	kamar

Kemudian dilanjutkan dengan percobaan sesuai Tabel 3.10. di bawah ini :

Tabel 3.10. Variasi Konsentrasi Ammonium Hidroksida dan Waktu Leaching

No	Berat residu (gram)	Ammonium Hidroksida 10% (ml)	Waktu Leaching (menit)	Temp
C1	25	30	30	kamar
C2	25	30	60	kamar
C3	25	30	90	kamar
C4	25	40	120	kamar
C5	25	50	180	kamar

4. Saringlah sampai bersih dan pisahkan residu akhir dengan filtratnya
5. Keringkan residu akhir dan dianalisa kandungan Au, Ag,
6. AgCl yang larut dalam filtrate dipanaskan dengan menggunakan steam, sampai tidak ada lagi yang mengendap
7. Saringlah AgCl murni tersebut dan timbanglah
8. Filtrat akhir untuk disimpan, sedangkan AgCl murni dikeringkan dan ditimbang.



Gambar 3.4. Proses Leaching dalam Lemari Asam

BAB IV

PEMBAHASAN

4.1. Analisa Morfologi Permukaan Partikel

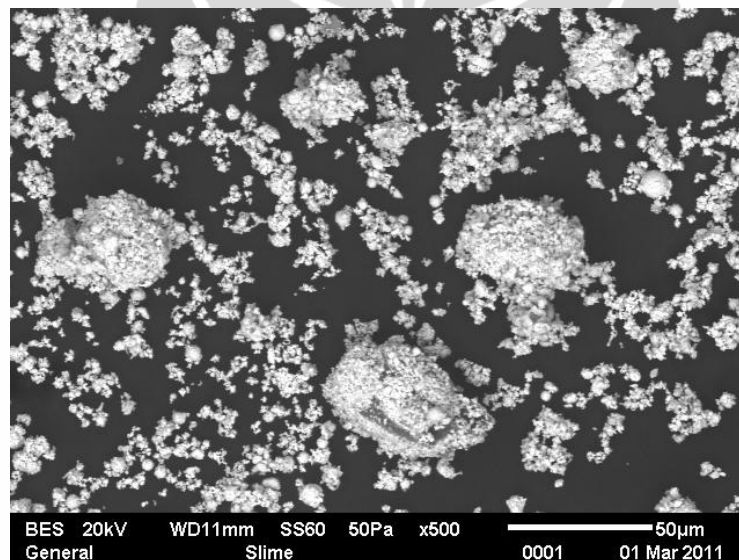
Dalam rangka melakukan identifikasi awal terhadap bahan baku (*raw material*) dilakukan analisa morfologi permukaan partikel. Pengamatan ini menggunakan metode backscatter electron, yang bertujuan untuk mengamati distribusi partikel, ukuran partikel dan homogenitas partikel,

Morfologi permukaan partikel dapat dihasilkan dari pengamatan menggunakan scanning electron microscope. Pengamatan ini didasarkan pada penggunaan berkas elektron yang dapat berinteraksi langsung dengan elektron pada atom sampel di permukaan, sehingga elektron–elektron yang ada di kulit terluar atom pada permukaan sampel terlempar ke luar, kemudian oleh detektor dikumpulkan dan dihasilkan gambar topografi permukaan sampel.

Mekanisme dari interaksi elektron ini terbagi menjadi dua bagian, yaitu elektron sekunder (*seconder electron*) dan elektron terpantul (*backscatter electron*). Elektron sekunder memiliki kerapatan yang tinggi, sehingga memiliki resolusi ruang (*spatial*) yang tinggi dibandingkan dengan signal yang lain yang mungkin timbul akibat interaksi berkas electron ini dengan sample. Karena sensitivitas topografi dan resolusi ruang yang tinggi menyebabkan electron sekunder ini dapat dipakai untuk memperoleh bayangan mikroskopik. Sedangkan electron primer (elektron dari berkas yang datang) berinteraksi dengan inti atom atau satu electron dari atom sample dapat dipantulkan ke suatu arah dengan mengalami sedikit kehilangan energi. Sebagian dari beberapa electron ini terpantul mengarah keluar sample. Elektron terpantul ini lebih energik dibandingkan dengan electron sekunder meskipun sudah terpendam di dalam sample, namun masih dapat dipantulkan. Oleh karena itu bila dibandingkan dengan electron sekunder, signal electron terpantul tidak dapat memberikan informasi tentang topografi sample dan juga resolusi ruang pada sample. Namun

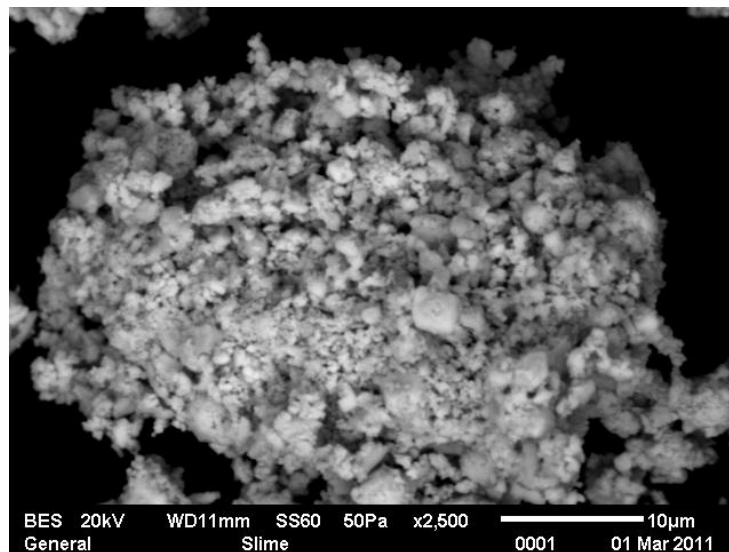
terdapat keuntungan sebagai kompensasi antara satu sama yang lain, yaitu apabila nomor atom dalam sample semakin besar maka besar gaya pantulan inti positifnya lebih besar akibatnya electron terpantul ini dapat memberikan informasi tentang komposisi dari sample. Selain itu kontras warna pada partikel dalam sampel dapat dibedakan berdasarkan perbedaan nomor atom.

Pada Gambar 4.1, Gambar 4.2, dan Gambar 4.3 ditunjukkan morfologi permukaan sampel dasar (raw material) slime yang berturut-turut dengan perbesaran 500 kali, 2500 kali, dan 5000 kali.



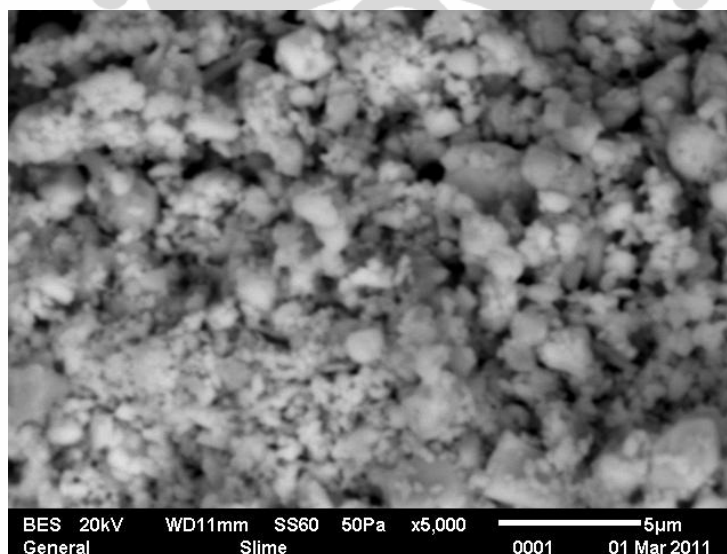
Gambar 4.1. Morfologi permukaan sampel dasar slime perbesaran 500 kali.

Berdasarkan hasil pengamatan pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa sampel dasar (slime) memiliki distribusi partikel relative sangat baik, merata hampir di seluruh permukaan sampel. Hasil ini menggambarkan bahwa fasa yang terbentuk relative uniform di seluruh permukaan sampel yang diharapkan dapat digunakan sebagai acuan untuk proses ekstraksi sampel.



Gambar 4.2. Morfologi permukaan sampel dasar slime perbesaran 2500 kali.

Berdasarkan hasil pengamatan pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa sampel dasar (slime) memiliki homogenitas fasa relative sangat baik, walaupun tampak dalam sampel tersebut diduga terdiri dari lebih dari satu fasa. Hasil ini didasarkan pada pengamatan bentuk partikel yang relative heterogen. Kondisi ini dapat memberikan gambaran sejauhmana mekanisme proses ekstraksi tersebut akan dilakukan.



Gambar 4.3. Morfologi permukaan sampel dasar slime perbesaran 5000 kali.

Berdasarkan hasil pengamatan pada Gambar 4.3 menunjukkan bahwa sampel dasar (slime) memiliki ukuran partikel yang sangat variatif berkisar 500 nm hingga 3 um. Berdasarkan dari pemahaman bahwa ukuran partikel akan berdampak pada percepatan proses kelarutan masing masing fasa, semakin kecil ukuran partikel semakin besar luas permukaan partikel, sehingga mengakibatkan semakin tinggi tingkat kelarutan dari partikel tersebut. Namun pengamatan morfologi partikel ini hanya terbatas pada dugaan awal secara visual tentang proses ekstraksi lebih lanjut. Untuk itu masih diperlukan dukungan data-data lain yang dapat digunakan sebagai bahan referensi baik metode maupun proses ekstraksi selanjutnya.

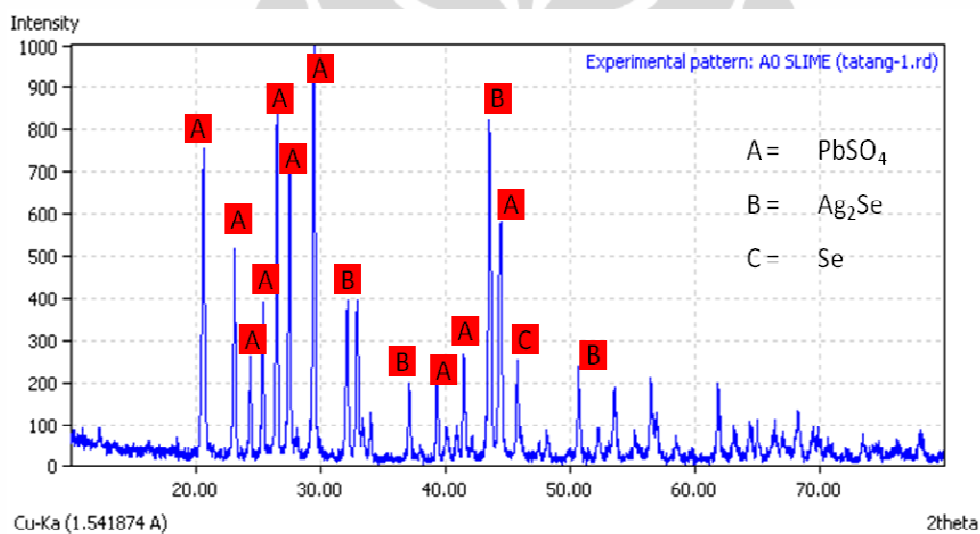
4.2. Karakterisasi Anode Slime

Dalam rangka untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat di dalam *decopperized anode slime* dilakukan analisa elementer dengan metode Fire Assay dan AAS. Hasil analisa tersebut adalah seperti table dibawah ini :

Tabel 4.1. Komposisi Kimia *Decopperized Anode Slime*

No	Elemen	Satuan	Kadar	Metode Analisa	Laboratorium
1	Au	%	0.43	Fire Assay	PT Antam
2	Ag	%	3.78	Fire Assay	PT Antam
3	Pt	%	0.0009	AAS	PT Antam
4	Pd	%	0.0056	AAS	PT Antam
5	Cu	%	0.39	AAS	Alex Stewart
6	Fe	%	0.020	AAS	Alex Stewart
7	As	%	1.22	AAS	Alex Stewart
8	Sb	%	0.19	AAS	Alex Stewart
9	Te	%	0.21	AAS	Alex Stewart
10	S	%	8.58	AAS	Alex Stewart
11	Se	%	6.62	AAS	Alex Stewart
12	Pb	%	55.60	AAS	Alex Stewart
13	Bi	%	2.74	AAS	Alex Stewart
14	Ni	%	<0.01	AAS	Alex Stewart

Berdasarkan data di atas maka unsur yang dominan adalah timbal (Pb) sebanyak 55.60% dan selenium sebanyak 6.62%. Sedangkan unsur-unsur logam mulia seperti emas dan perak relatif dalam jumlah yang kecil yaitu emas sebanyak 0,43% dan perak sebanyak 3,78%. Untuk mengetahui senyawa apa saja yang terkandung di dalamnya diperlukan analisa XRD. Berikut ini adalah hasil analisa XRD yang dilakukan.



Gambar 4.4. Profil Difraksi Sinar-X Anode Slime

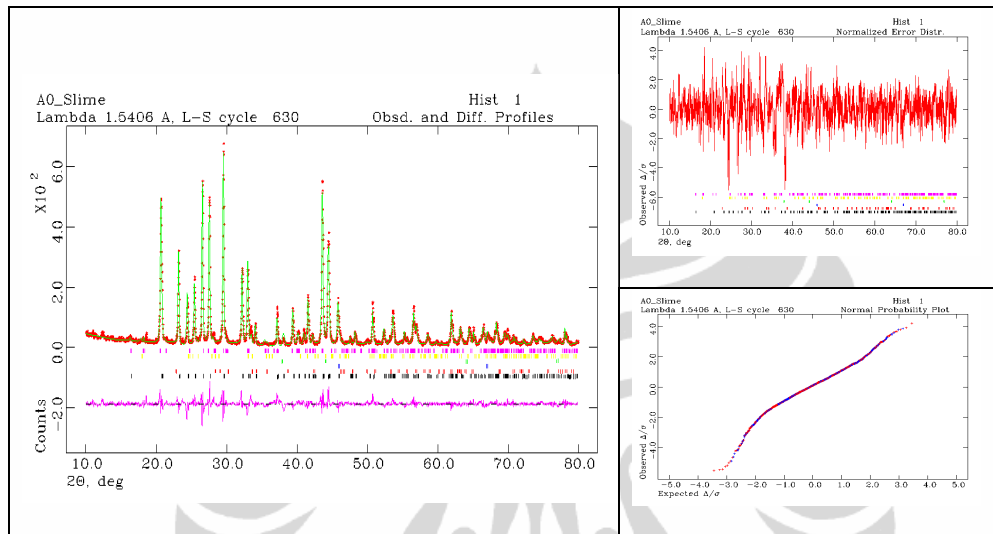
Tabel 4.2. Puncak-puncak Difraksi Anode Slime

No.	Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]	FWHM [$^{\circ}2\text{Th.}$]
1	12.3194	7.185	1.9	0.472
2	20.6487	4.302	77.5	0.236
3	23.1545	3.841	44.2	0.236
4	24.3928	3.649	15.3	0.315
5	25.4112	3.505	31.9	0.236
6	26.5512	3.357	81.9	0.236
7	27.5343	3.240	78.4	0.236

8	28.1200	3.173	5.0	0.236
9	29.5229	3.026	100.0	0.236
10	32.1958	2.780	40.3	0.197
11	32.9983	2.715	40.5	0.197
12	33.4570	2.678	8.5	0.197
13	34.0750	2.631	10.9	0.197
14	37.1663	2.419	17.4	0.236
15	38.0612	2.364	2.5	0.236
16	39.3688	2.289	19.5	0.197
17	40.1490	2.246	6.5	0.354
18	40.9640	2.203	7.5	0.236
19	41.5423	2.174	25.7	0.197
20	43.5797	2.077	89.2	0.236
21	44.4332	2.039	55.7	0.236
22	45.8124	1.981	20.2	0.236
23	47.5264	1.913	4.2	0.236
24	48.1901	1.888	6.3	0.236
25	50.7061	1.800	22.1	0.236
26	52.3313	1.748	7.2	0.236
27	53.5930	1.710	17.9	0.315
28	55.2382	1.663	5.8	0.236
29	56.5411	1.628	18.3	0.236
30	57.0119	1.615	9.0	0.236
31	58.5760	1.576	5.1	0.315
32	61.9517	1.498	14.5	0.315
33	63.2004	1.471	7.3	0.394
34	64.4427	1.446	9.2	0.197
35	65.1185	1.433	5.5	0.236
36	66.4820	1.406	8.5	0.236
37	67.0988	1.395	5.4	0.236
38	68.3515	1.372	11.1	0.197
39	69.9781	1.344	5.0	0.236
40	72.1958	1.309	1.9	0.472
41	73.5123	1.288	5.2	0.315
42	74.5412	1.273	3.5	0.472
43	76.2609	1.249	3.7	0.630
44	78.0333	1.224	6.4	0.480

Pengolahan data hasil XRD di dapat kondisi sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Factor R} & \quad wRp = 17.63 \\ & \quad Rp = 12.87 \\ \chi^2 \text{ (chi-squared)} & = 1.270 \end{aligned}$$



Gambar 4.5. Refinement Pola Difraksi Sinar-X Sampel A-0 Slime

Tabel 4.3. Fraksi Massa Anode Slime

No.	Fasa	Fraksi Massa (% wt)		
		EXPGUI	Manual	Selisih
1.	PbSO ₄	85.26	81.26	-4%
2.	Ag ₂ Se	5.78	5.16	-0.62%
3.	Se	2.81	2.26	-0.55
4.	CuSe ₂	1.99	3.48	+1.49
5.	Au	1.15	0.43	-0.72
6.	BiAsO ₄	1.11	9.15	4.98

Analisis Fasa menunjukkan bahwa sampel *decopperized anode slime* (A0-Slime) merupakan sampel mineral yang mengandung fasa Anglesite (PbSO₄), fasa Naumannite (Ag₂Se) dan fasa Selenium (Se).

Beberapa senyawa yang terlihat puncak difraksinya adalah :

1. PbSO_4
2. Ag_2Se
3. Se

Secara hitungan stoikiometri senyawa yang ada adalah sebagai berikut:

Basis perhitungan adalah 100 gram sampel anode slime yang terdiri dari:

- Pb = 55,6 gram , Berat Atom Pb = 207,2 atau sama dengan Pb = $55.6/207,2$ atau Pb = 0.268 mol
Sulfur = 8.58 gram, Berat Atom S = 32, berat mol S = $8.58/32 = 0,268$ mol
Jadi PbSO_4 sebanyak = 0.268 mol = 0.268 x Masa Rumus = 0.268 x $(207.2+32+64) = 81,26$ gram atau 81,26 %
- Berat Ag = 3.78 gram , Berat Atom Ag = 107.8, Berat mol = $3.78/107.8 = 0.03507$ mol, sehingga membutuhkan Se sebanyak $=0.03507/2$ mol membentuk Ag_2Se . Total berat Ag_2Se yang ada adalah $0.03507/2 \times (107.8 \times 2 + 78.96) = 5,16$ gram = 5,16%
- Berat Se yang tidak terikat dengan Ag maupun Cu adalah = $6,62 - 1,38 = 5.24$ gram = 5,24 %

Keberadaan selenium di dalam anode sebelum dielektrolisis biasanya dalam bentuk Cu_2Se . Tembaga selenida ini secara progresif akan digantikan oleh ion perak yang terdapat di dalam elektrolit. Hasilnya adalah akan terbentuk slime berupa AgCuSe dan Ag_2Se . Bismuth sangat sulit untuk dioksidasi sehingga sangat sulit untuk larut. Bismuth sering terdapat dalam bentuk arsenat, BiAsO_4 ⁽⁹⁾.

Komposisi anode slime dapat disimpulkan sebagaimana pada tabel 4.4, berikut:

Tabel 4.4. Komposisi Kimia Anode Slime Setelah Kalkulasi Ulang

No	Elemen	Satuan	Kadar	Metode Analisa	Laboratorium
1	Au	%	0.43	Fire Assay	PT Antam
2	Ag ₂ Se	%	5.16	Fire Assay	PT Antam
3	Pt	%	0.0009	AAS	PT Antam
4	Pd	%	0,0056	AAS	PT Antam
5	Cu	%	0.39	AAS	PT Antam
6	Fe	%	0.020	AAS	Alex Stewart
7	As	%	1.22	AAS	Alex Stewart
8	Sb	%	0.19	AAS	Alex Stewart
9	Te	%	0.21	AAS	Alex Stewart
10	Se	%	5,24	AAS	Alex Stewart
11	PbSO ₄	%	81.26	AAS	Alex Stewart
12	Bi	%	2.74	AAS	Alex Stewart
13	Ni	%	0.01	AAS	Alex Stewart

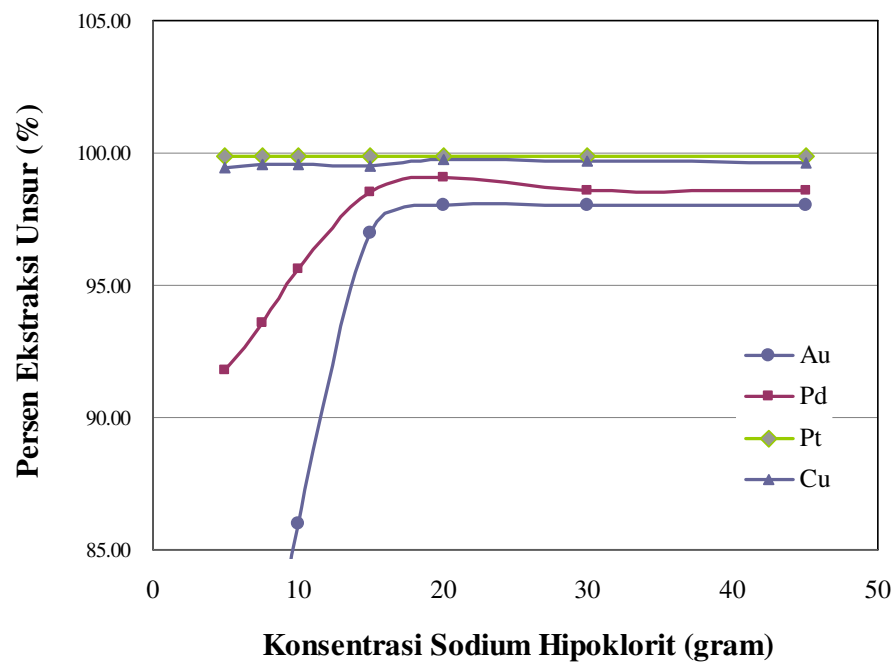
4.3. Pengaruh Konsentrasi Sodium Hipoklorit Terhadap Porsen Ekstraksi Emas, Palladium, Platina dan Tembaga

Pada proses leaching dengan menggunakan sample A ini diharapkan seluruh logam seperti Au, Se, Te, Pt, Pd dan Cu akan larut menjadi filtrat, sedangkan Ag dan Pb diharapkan akan diendapkan menjadi senyawa klorida AgCl dan PbCl₂. Pada penelitian ini pengamatan dilakukan pada 4 (empat) unsur yaitu emas, palladium, platina dan tembaga.

Tabel 4.5. Hasil Percobaan Optimasi Leaching Emas

No. Sampel	Sodium Hipoklorit (gr)	Persen Ekstraksi (%)			
		Emas (Au)	Paladium (Pd)	Platina (Pt)	Tembaga (Cu)
A1	5	70.45	91.82	>99.9	99.42
A2	7.5	77.45	93.59	>99.9	99.58
A3	10	85.96	95.64	>99.9	99.55
A4	15	98.00	99.10	>99.9	99.74
A5	20	98.00	98.85	>99.9	99.51
A6	30	98.00	98.59	>99.9	99.69
A7	45	98.00	98.59	>99.9	99.65

Pengaruh konsentrasi oksidator sodium hipoklorit terhadap ekstraksi emas, palladium, platina dan tembaga dapat dilihat pada gambar 4.6.



Gambar 4.6. Pengaruh Oksidator Sodium Hipoklorit Terhadap Persen Ekstraksi Emas, Palladium, Platina dan Tembaga

Titik optimum proses ekstraksi emas diperoleh pada konsentrasi sodium hipoklorit 15 gram yang menghasilkan persen ekstraksi emas sebanyak 98,00%.

Sedangkan penambahan konsentrasi sodium hipoklorit yang lebih besar dari 15 gram tidak menunjukkan adanya perubahan terhadap kenaikan persen ekstraksi emas tersebut, hal ini kemungkinan sebagian emas terbawa ke dalam residu.

Kenaikan konsentrasi oksidator sodium hipoklorit juga menunjukkan pengaruh terhadap tingkat ekstraksi palladium dan tembaga. Kondisi optimum diperoleh pada konsentrasi yang sama yaitu pada konsentrasi 15 gram dengan persen ekstraksi sebesar 99,10% dan 99,74%. Sedangkan untuk menghitung tingkat ekstraksi platina diperoleh kondisi bahwa di dalam residu tidak terdeteksi adanya unsur tersebut. Berdasarkan kondisi ini dapat diprediksi bahwa platina dapat diekstraksi >99.9% pada semua variabel konsentrasi oksidator sodium hipoklorit.

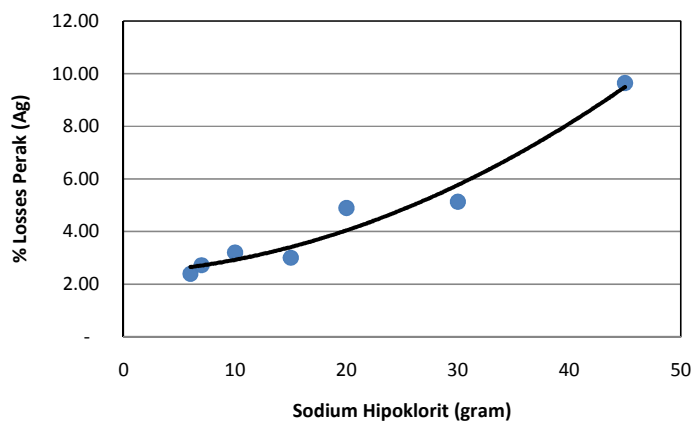
4.4. Pengaruh Variable konsentrasi Sodium Hipoklorit Terhadap Losses Perak

Pada proses ekstraksi leaching dengan sodium hipoklorit ini, pada prinsipnya tidak diinginkan perak akan terlarut ke dalam larutan (filtrat).

Tabel 4.6. Pengaruh Konsentrasi Sodium Hipoklorit Terhadap Losses Perak

No. Sampel	Sodium Hipoklorit	% Losses Ag
A1	5	2.39
A2	7.5	2.72
A3	10	3.20
A4	15	3.00
A5	20	4.89
A6	30	5.13
A7	45	9.64

Pada penambahan konsentrasi oksidator sodium hipoklorit terjadi kenaikan losses perak, hal ini kemungkinan terjadi karena adanya kenaikan kelarutan perak (Ag) dalam HCl, sehingga perak terlarut ke dalam filtrat.



Gambar 4.7. Pengaruh Oksidator Sodium Hipoklorit Terhadap Persen Losses Perak

4.5. Karakterisasi Residu Hasil Leaching Emas dengan Oksidator Sodium Hipoklorit

Berdasarkan hasil analisa Fire Assay dan AAS diperoleh hasil analisa terhadap residu I sebagai berikut :

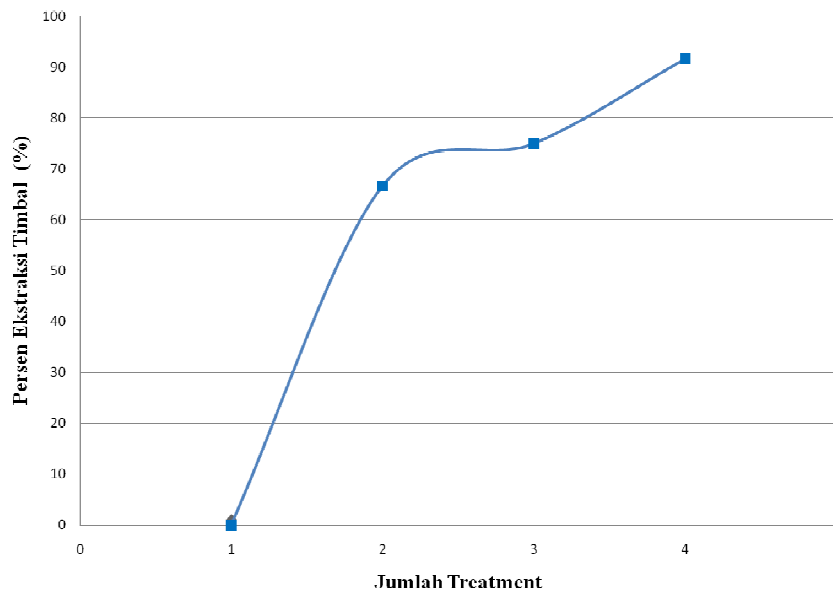
Tabel 4.7. Komposisi Kimia Residu I Leaching Sodium Hipoklorit

Sampel	Komposisi Kimia (% Berat)		
	Ag	Cu	Pb
Residu I	5.66	0,0046	32.28

Komposisi kimia yang diperkirakan pada residu adalah terdiri dari AgCl dan PbCl₂, namun dari hasil analisa terlihat bahwa masih ada sejumlah kecil unsur tembaga (Cu) yang turut mengendap dalam residu, kemungkinan kelarutan CuCl akan berkurang seiring dengan penurunan temperatur.

4.6. Pengaruh Leaching Sodium Karbonat (Na_2CO_3) dan HNO_3 Terhadap Ekstraksi Timbal (Pb) dalam Residu.

Sebelum dilakukan proses leaching timbal (Pb) secara khusus, terlebih dahulu dilakukan uji leaching pendahuluan (*pre-test leaching*) yaitu selective leaching perak (Ag) menggunakan NH_4OH secara langsung terhadap residu hasil leaching NaClO atau Residu I. Hasil pre-test leaching tersebut menunjukkan hasil ekstraksi perak yang tidak efektif. Kondisi ini kemungkinan dikarenakan keberadaan senyawa PbCl_2 yang tinggi akan mengganggu proses pelarutan bagi AgCl . Dengan demikian untuk proses selective leaching AgCl dengan menggunakan NH_4OH diperlukan proses leaching terhadap timbal (Pb) terlebih dahulu terhadap Residu I, agar diperoleh proses ekstraksi perak yang efektif.



Gambar 4.8. Pengaruh Jumlah Treatment (Leaching Na_2CO_3 dan HNO_3) Terhadap Persen Ekstraksi Timbal

Pada Gambar 4.8. terlihat bahwa pengaruh leaching menggunakan Na_2CO_3 dan HNO_3 sangat efektif untuk menurunkan kandungan timbal (Pb) dalam residu.

Treatment yang dilakukan 1 (satu) kali terlihat belum efektif, sedangkan treatment yang dilakukan selanjutnya menunjukkan proses ekstraksi yang lebih efektif. Proses ekstraksi timbal diperoleh sebesar 91,67% pada treatment sebanyak 3 kali. Pada proses ini diperlukan proses pembilasan dengan air panas agar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dapat dipisahkan secara efektif.

Tabel 4.8. Komposisi Residu II (Leaching Na_2CO_3 dan HNO_3) dengan Treatment 3 Kali.

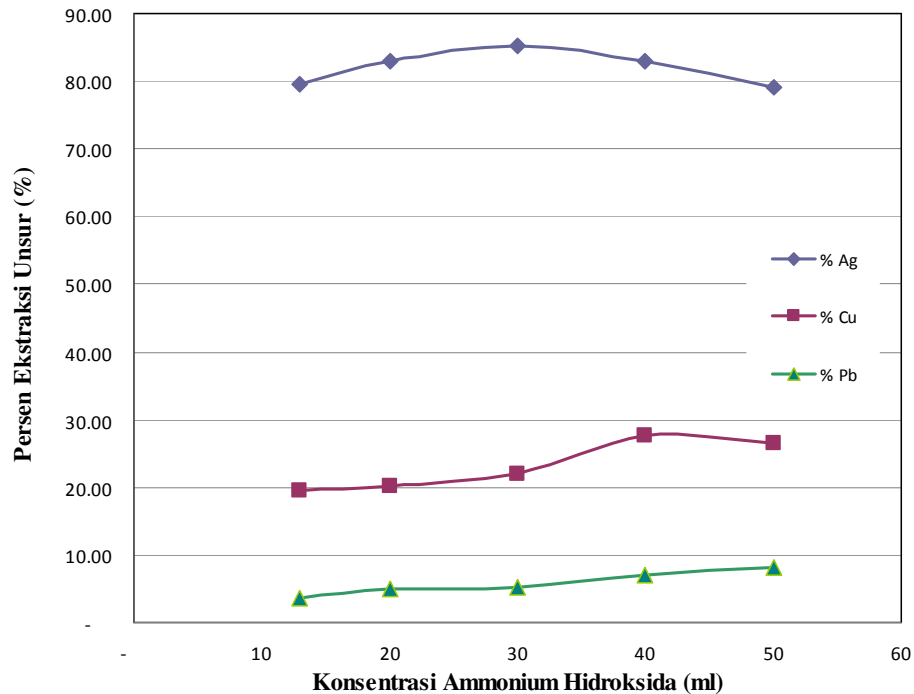
Sampel	Komposisi Kimia (% Berat)		
	Ag	Cu	Pb
Residu II	13.92	0,0094	25.28

4.7. Pengaruh Konsentrasi Amonium Hidroksida Terhadap Ekstraksi Perak

Setelah dilakukan proses leaching terhadap senyawa timbal maka konstituen utama dari residu adalah AgCl , selanjutnya dilakukan proses pelarutan selektif untuk AgCl tersebut dengan menggunakan ammonium hidroksida (NH_4OH). Pada proses ini diharapkan seluruh senyawa AgCl akan membentuk senyawa kompleks sedangkan sejumlah kecil PbCl_2 dan CuCl tidak larut dalam NH_4OH , sehingga kedua senyawa ini akan tertinggal sebagai residu.

Tabel 4.9. Pengaruh Konsentrasi Ammonium Hidroksida Terhadap Ekstraksi Perak

No. Sampel	Ammonium Hidroksida (ml)	% Ekstraksi Perak
B1	13	79.60
B2	20	83.05
B3	30	85.21
B4	40	82.88
B5	50	79.18



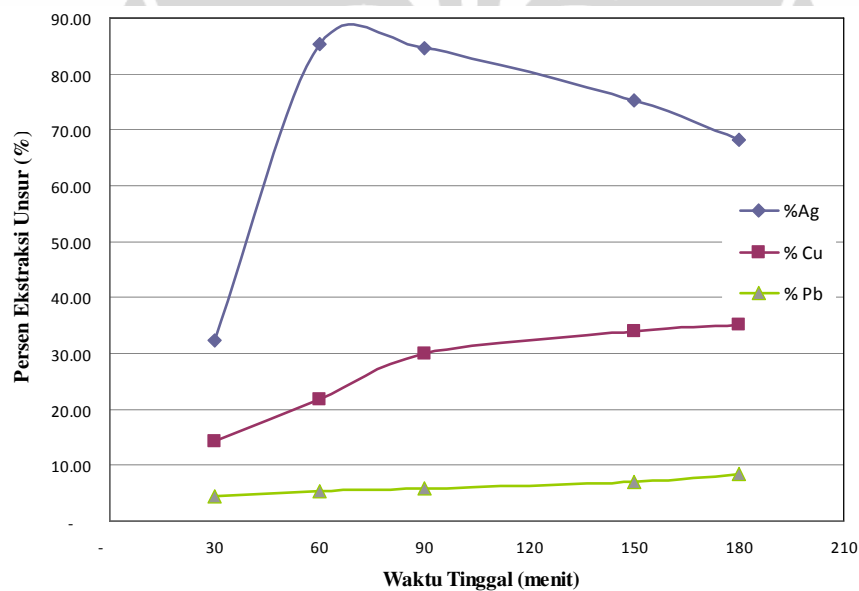
Gambar 4.9. Pengaruh konsentrasi ammonium hidroksida terhadap persen ekstraksi perak

Pada gambar 4.9. pada kondisi awal terlihat bahwa dengan kenaikan konsentrasi berpengaruh pada kelarutan AgCl , demikian halnya untuk PbCl_2 dan CuCl . Titik optimum ekstraksi perak diperoleh pada konsentrasi ammonium hidroksida 30 ml yang menghasilkan persen ekstraksi perak (Ag) sebesar 83,21%. Penambahan konsentrasi >30ml menunjukkan tidak ada pengaruh terhadap kenaikan persen ekstraksi, tetapi cenderung menurun, diperkirakan kenaikan konsentrasi dapat menurunkan kelarutan dari AgCl ketika membentuk senyawa kompleks. Sedangkan bagi unsur Cu dan Pb dengan meningkatnya konsentrasi ammonium hidroksida menunjukkan kenaikan tingkat ekstraksi. Kemungkinan kenaikan konsentrasi ammonium hidroksida akan meningkatkan kelarutan PbCl_2 dan CuCl .

4.8. Pengaruh Waktu Tinggal Terhadap Persen Ekstraksi Perak

Tabel 4.10. Pengaruh Waktu Tinggal Terhadap Persen Ekstraksi Perak

No. Sampel	Ammnium Hidroksida (ml)	Waktu Leaching (menit)	% Ekstraksi Perak
C1	30	30	32.42%
C2	30	60	85.21%
C3	30	90	84.57%
C4	40	120	75.33%
C5	50	180	68.20%

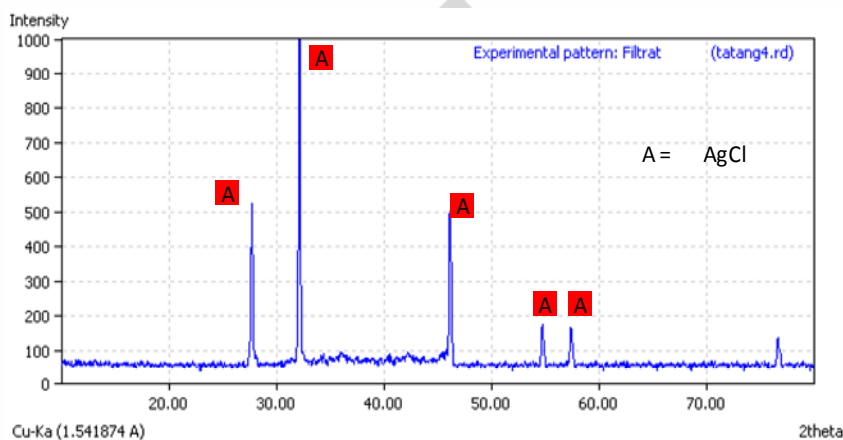


Gambar 4.10. Pengaruh Waktu Tinggal Terhadap Persen Ekstraksi Perak

Pengaruh waktu tinggal terhadap persen ekstraksi perak yang optimum diperoleh waktu tinggal selama 60 menit. Pada sample C1 dan C2 terlihat adanya kecenderungan dengan penambahan konsentrasi ammonium hidroksida akan meningkatkan persen ekstraksi tetapi lama waktu tinggal tidak mempengaruhi tingkat ekstraksi perak tersebut. Sedangkan lama waktu tinggal menunjukkan ada kecenderungan menaikkan kelarutan terhadap Cu dan Pb dalam larutan.

4.9. Karakterisasi Presipitat AgCl Hasil Volatilisasi Ammonium Hidroksida dengan Pemanasan Steam

Komposisi kimia dari senyawa yang terbentuk pada saat *selective leaching* diprediksi adalah AgCl yang membentuk senyawa kompleks dengan ammonium hidroksida yang dapat larut yaitu $(\text{Ag}(\text{NH}_3)_2)\text{Cl}$, sedangkan senyawa PbCl_2 dan CuCl tidak larut dalam ammonium hidroksida.



Gambar 4.11. Profil Difraksi Sinar-X Anode Slime

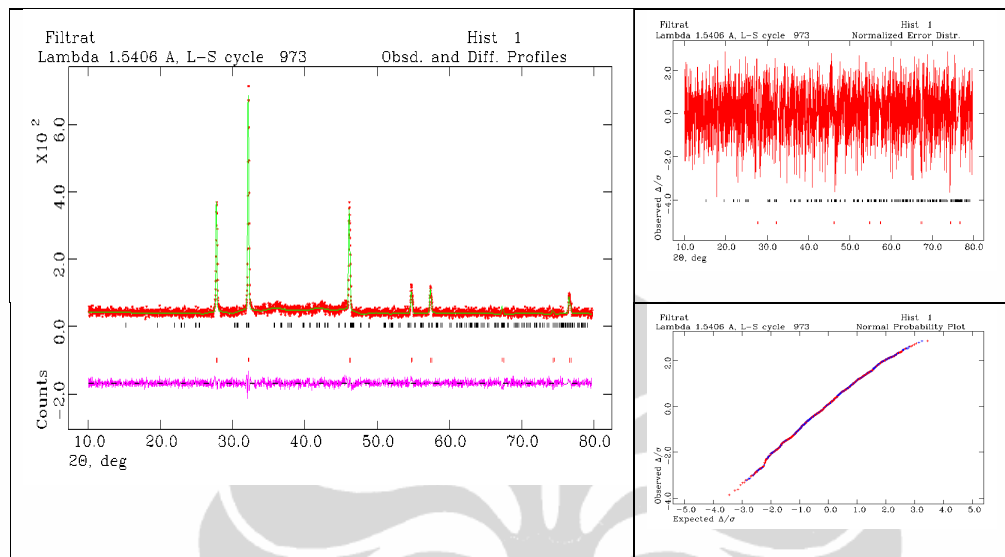
Tabel 4.11. Puncak-puncak Difraksi Anode Slime

No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]
1	27.7374	3.216	48.6	0.157
2	32.1378	2.785	100.0	0.157
3	36.0401	2.492	3.8	0.945
4	46.1012	1.969	48.7	0.157
5	54.6729	1.679	13.8	0.197
6	57.3339	1.607	13.2	0.138
7	76.5275	1.244	7.6	0.192

Pengolahan data hasil XRD di dapat kondisi sebagai berikut :

$$\begin{aligned} \text{Factor R} \quad wRp &= 15.09 \\ \text{Rp} &= 11.81 \end{aligned}$$

$$\chi^2 \text{ (chi-squared)} = 1.117$$



Gambar 4.12. *Refinement* Pola Difraksi Sinar-X Sampel Eks Filtrat

Tabel 4.12. Fraksi Massa Presipitate Eks Filtrat

No.	Nama Senyawa	Fasa	Acuan	Fraksi Massa
1	Silver Chloride	AgCl	ICDD- 96-901-1681	99.98
2	Cottunite	PbCl ₂	ICDD- 96-900-9196	< 1

4.10. Recovery Perak Secara Keseluruhan

Pada percobaan leaching *decopperized anode slime* ini dapat diambil kesimpulan persen ekstraksi emas, platina, palladium dan tembaga pada proses optimum pada konsentrasi sodium hipoklorit 15 gram atau pada 0.256M. Residu I hasil leaching setelah dipre-treatment menggunakan sodium karbonat dan asam nitrat, menunjukkan trend semakin sering treatment yang dilakukan semakin efektif pemisahan senyawa PbCl. Residu II yang merupakan sisa dari pelarutan ini memiliki senyawa utama AgCl. Selective leaching kemudian dilakukan terhadap residu II karena AgCl memiliki kelarutan yang baik di dalam larutan

ammonium hidroksida. Senyawa kompleks yang terjadi dipisahkan melalui penyaringan yang memiliki kandungan AgCl > 99%. Larutan yang kaya AgCl ini kemudian dipanaskan dengan steam untuk proses volatisasi NH₄OH, sehingga yang tertinggal adalah serbuk AgCl. Serbuk AgCl tersebut selanjutnya direduksi dengan menggunakan Zn Powder (Zink Dust) dan diperoleh perak dengan kemurnian 98,11%.

Kinerja proses ekstraksi yang direpresentasikan dengan tingkat recovery perak secara keseluruhan, dihitung dengan persen ekstraksi pada tiap tahapan, sebagaimana tabel dibawah ini:

Tabel 4.13. Recovery Perak Berdasarkan Proses Leaching

No	Proses	Ekstraksi Ag (%)
1	Leaching NaClO	97.00
2	Leaching Na ₂ CO ₃ + HNO ₃	95.15
3	Leaching NH ₄ OH	85.21
4	Total Direct Recovery Ag	78.64

Dari table 4.13 di atas *direct recovery* perak (Ag) proses secara keseluruhan adalah 78.64%.

Tabel 4.14. Komposisi Kimia Perak Hasil Reduksi Dengan Zn Powder

Sampel	Komposisi Kimia				
	%		Ppm		
	Au	Ag	Pb	Cu	Zn
Ag Metal Hasil Reduksi	0.22	98.11	1062	744	180

4.11. Proses Ekstraksi Timbal

Pada tahapan proses ekstraksi timbal dengan menggunakan Na_2CO_3 dan HNO_3 , filtrate hasil leaching yang kaya akan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, selanjutnya dilakukan proses presipitasi dengan menggunakan asam sulfat H_2SO_4 , sehingga dihasilkan PbSO_4 . Timbal sulfat ini direduksi secara pirometalurgi dengan menggunakan Zn powder, diperoleh logam timbal (Pb) dengan kemurnian 99,48%.

Tabel 4.15. Komposisi Kimia Timbal Hasil Reduksi Dengan Zn Powder

Sampel	Komposisi Kimia (% Berat)				
	Au	Ag	Pb	Cu	Zn
Pb Metal Hasil Reduksi	-	0.059	99.48	-	0.3

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

1. Proses leaching *decopperized anode slime* dengan menggunakan oksidator sodium hipoklorit (NaClO), berlangsung cukup efektif untuk mengekstraksi emas, tembaga, platina dan palladium. Kondisi optimum diperoleh pada kondisi konsentrasi sodium hipoklorit 15 gram (0.256M) yang menghasilkan persen ekstraksi emas sebanyak 98,00 %.
2. Proses pelarutan selektif timbal (Pb) menggunakan soda ash (Na_2CO_3) dan Asam Nitrat (HNO_3) cukup efektif untuk memisahkan timbal (Pb) dan perlu dilakukan berulang-ulang agar proses pelarutan Pb lebih maksimal. Pada frekuensi treatment sebanyak 3 kali diperoleh persen ekstraksi timbal sebesar 91,67%.
3. Proses recovery perak dengan pelarutan selektif dengan menggunakan ammonium hidroksida (NH_4OH) terhadap residu cukup efektif untuk melarutkan AgCl , dengan diperoleh kondisi konsentrasi ammonium hidroksida optimum sebanyak 30 ml dengan persen ekstraksi perak (Ag) = 85,21%, sedangkan waktu tinggal optimum diperoleh pada waktu 60 menit.
4. Hasil reduksi AgCl dengan menggunakan Zink Dust, diperoleh logam perak (Ag) dengan kemurnian 98,11%. Sedangkan proses reduksi PbSO_4 dengan Zn Dust diperoleh kemurnian Pb sebesar 99,48%.

5.2 Saran

1. Penelitian ini masih merupakan tahap awal sehingga perlu banyak penelitian lanjutan terutama untuk mengekstrak :
 - a. Logam berharga (*precious metal*) lainnya yaitu platina dan paladium yang memang kadarnya dalam ppm (part per million)
 - b. Logam yang mempunyai nilai jual lainnya seperti timbal, selenium, telurium dan bismuth.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengambil logam platina dan paladium yang ada didalam larutan. Pengambilan ini bisa dilakukan dengan solvent extraction karena bisa mengambil logam dalam konsentrasi yang sangat rendah (dalam ppm). Untuk meningkatkan konsentrasi platina dan paladium dalam filtrat, bisa dilakukan percobaan melakukan pelindian dengan filtrat yang sudah dipergunakan, sehingga dapat meminimalisir limbah cair.
3. Dengan telah diundangkannya UU Minerba No. 4 Tahun 2009, dan diterbitkannya Permen ESDM mengenai larangan mengekspor ore dan by product, diharapkan dapat memicu penelitian pada pengolahan anode slime ini yang akan menghasilkan kontribusi yang kongkrit dalam pembangunan bangsa Indonesia

DAFTAR REFERENSI

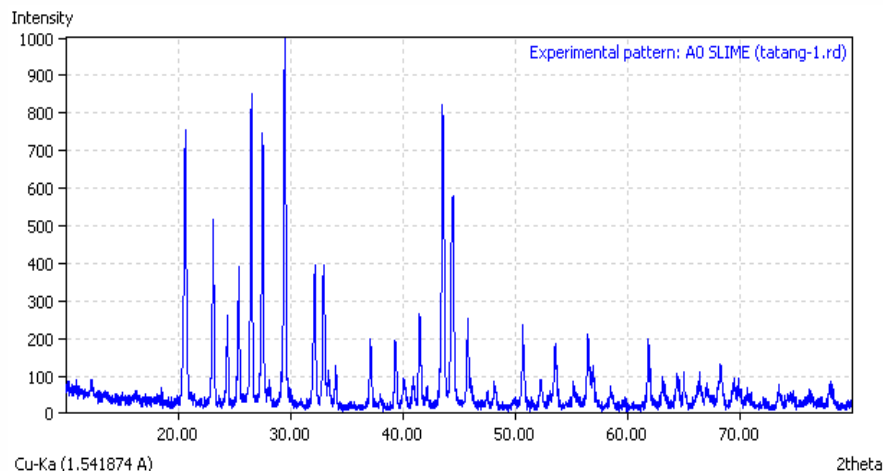
1. Abdollahy, Mahmoud, Shafaei, Seid Ziadin, *Optimized Leaching Conditions for Selenium from Sar-Cheshmeh Copper Anode Slime*, Iran J.Chem & Chem. Engineering Vol. 23 N0.2, 2004.
2. A.M Amer, *Processing Of Copper Anode-Slimes For Extraction Of Metal Values*, Physicochemical Problems of Mineral Processing, 36 (2002) 123-134.
3. Aviciena, Abdul Hadi, “*Studi Optimasi Khlorinasi Basah dari Anode Slime Ex PT Smelting Gresik Dengan Oksidator Sodium Klorat dan Hidrogen Peroksida Dalam Media Asam Klorida*” Universitas Indonesia, 2007.
4. Bjorn M Ludvigsson; Stig R Larsson, *Anode Slimes Treatment: The Boliden Experience*, JOM; Apr 2003; 55, 4; Abi/Inform Trade & Industry Page. 41.
5. Bunyamin Donmez, Fatih Sevim, and Sabri Colak , *A Study on Recovery of Gold from Decopperized Anode Slime*, WILEY-VCH Verlag GmbH, 2001
6. Bunyamin Donmez A, Zafer Ekinci, Cafer Celik, Sabri Colak; *Optimisation Of The Chlorination Of Gold In Decopperized Anode Slime In Aqueous Medium*, Ataturk University, Turkey, 1998
7. GFMS Limited, *Gold Survey 2011*, Published April 2011.
8. James E Hoffmann, *Hydrometallurgical Options in the Processing of Electrolitic Refinery Slimes*, Proceedings of EMC, 2001.
9. Jonas Backstrom, *Copper, Nickel and Tellurium Yields During Leaching of Anode Slimes*, Lulea University of Technology, Sweden, 2010.
10. J. Vifials, C. Nunez,t, O Herreros, *Kinetics Of The Aqueous Chlorination Of Gold In Suspended Particles*, Elsevier, Hydrometallurgy 38 (1995) 125-147.
11. Koichi Arai, Sumiko Sanuki, Norio Minami, & Satosi Sunada, *Silver recovery From Oxidative Leaching Residu of Copper Anode Slime*, Materials Transactions, JIM Vol 30. No. 3 (1989) pp. 165-174
12. Luis Gonzaga Santos Sobral, Gabrielle Nogueira Bard *Extraction Of Gold, Silver And Copper From The Copper Electrorefining Anode Slime: Separation Of The Metals*, REWAS 2008

13. Marja Riekkola-Vanhanen, *Finnish Expert Report On Best Available Techniques In Copper Production And By-Production Of Precious Metals*, Finish Environment Institute, Helsinki 1991.
14. M. Zaki Mubarak, Dr., Department of Metallurgical Engineering, (FTTM)-ITB, Lecture Notes , MG-4111, *Hydro-Electrometallurgy*, 2010
15. O. G. Gromov, G. B. Kunshina, A. P. Kuz'min, E. P. Lokshin, and V. T. Kalinnikov *Extraction of Metal Silver from Its Poorly Soluble Salts*, Institute of Chemistry and Technology of Rare Elements and Mineral Raw Materials, Kola National Center, Russian Academy of Sciences, Apatity, Russia, 1996.
16. R. Radulescu, A. Filcenco-Olteanu, E. Panțuru, L. Grigoras, *New Hydrometallurgical Process for Gold Recovery*, *Chem. Bull. "POLITEHNICA" Univ. (Timisoara)*, Volume 53(67), 1-2, 2008
17. Songsasen, Apisit and Poowanathai, Niti, *Recovery of Silver as Silver Nitrate from Waste Silver Chloride in Quantitative Analysis Laboratory*, Department of Chemistry, Faculty of Science, Kasetsart University, Bangkok 10900, Thailand
18. Sunandar PS-PME Indonesia, <http://www.pmeindonesia.com/news/?catId=1&newsId=3552>
19. World Bank Group, *Pollution Prevention And Abatement Handbook*, Project Guidelines: Industry Sector Guidelines, 1998.

LAMPIRAN A

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Decopperized Anode Slime

Profil difraksi sinar-x sampel A0_Slime (Decopperized Anode Slime)

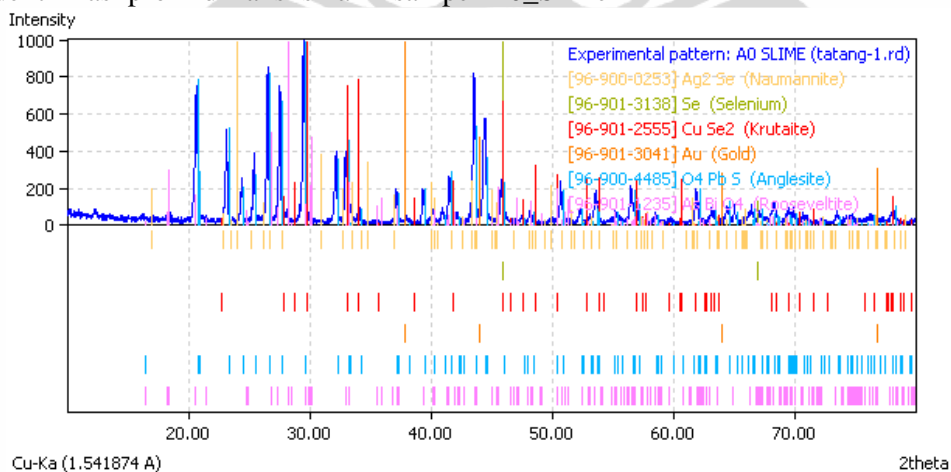


Analisis peaks sample A0_Slime (Decopperized Anode Slime)

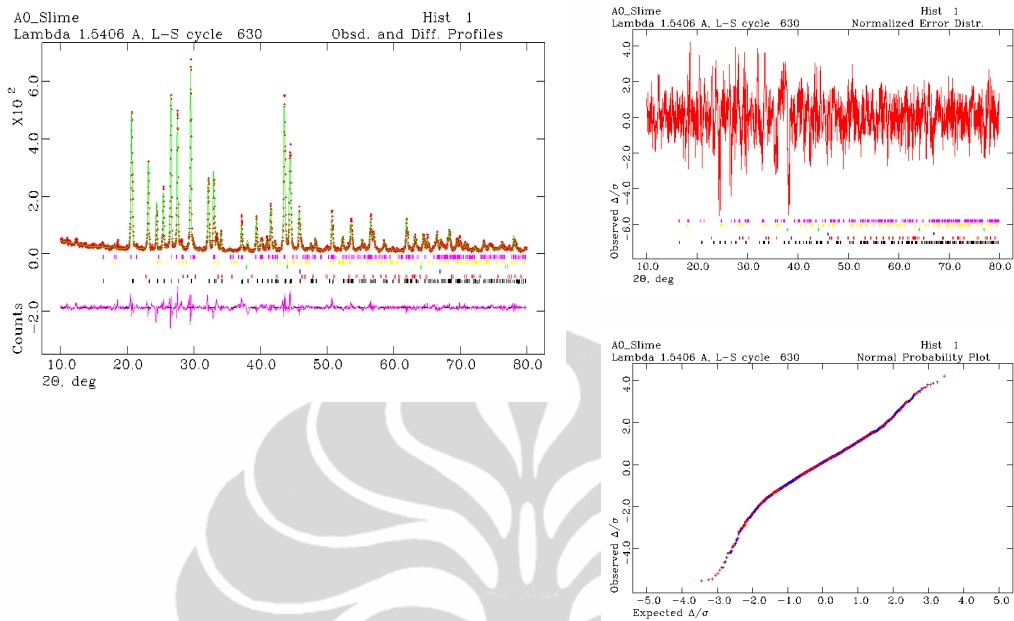
No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr.[cts]	Height [cts]
1	12.3194	7.18487	1.91	0.4723	5.42	35	11.62
2	20.6487	4.30161	77.51	0.2362	109.63	19	470.58
3	23.1545	3.84146	44.22	0.2362	62.54	18	268.46
4	24.3928	3.64917	15.33	0.3149	28.9	17	93.05
5	25.4112	3.5052	31.9	0.2362	45.12	16	193.69
6	26.5512	3.35723	81.88	0.2362	115.81	15	497.14
7	27.5343	3.23955	78.38	0.2362	110.87	15	475.92
8	28.12	3.17339	5.03	0.2362	7.11	14	30.54
9	29.5229	3.02571	100	0.2362	141.44	13	607.16
10	32.1958	2.78036	40.27	0.1968	47.47	12	244.5
11	32.9983	2.71456	40.51	0.1968	47.74	12	245.93
12	33.457	2.67838	8.5	0.1968	10.01	12	51.58
13	34.075	2.6312	10.89	0.1968	12.84	12	66.14
14	37.1663	2.41915	17.39	0.2362	24.6	12	105.61
15	38.0612	2.3643	2.47	0.2362	3.49	12	14.98
16	39.3688	2.28874	19.51	0.1968	23	12	118.47
17	40.149	2.24605	6.51	0.3542	13.82	12	39.54
18	40.964	2.20323	7.46	0.2362	10.56	12	45.32

19	41.5423	2.17388	25.66	0.1968	30.24	12	155.79
20	43.5797	2.07686	89.18	0.2362	126.14	12	541.47
21	44.4332	2.03893	55.66	0.2362	78.73	12	337.96
22	45.8124	1.9807	20.15	0.2362	28.5	12	122.35
23	47.5264	1.9132	4.17	0.2362	5.9	12	25.35
24	48.1901	1.88839	6.28	0.2362	8.89	11	38.14
25	50.7061	1.80044	22.11	0.2362	31.28	11	134.26
26	52.3313	1.74828	7.21	0.2362	10.2	11	43.77
27	53.593	1.71007	17.88	0.3149	33.72	10	108.57
28	55.2382	1.66297	5.8	0.2362	8.21	10	35.24
29	56.5411	1.6277	18.3	0.2362	25.88	9	111.11
30	57.0119	1.61537	8.99	0.2362	12.71	9	54.58
31	58.576	1.57592	5.06	0.3149	9.54	9	30.7
32	61.9517	1.49791	14.46	0.3149	27.27	10	87.78
33	63.2004	1.47129	7.31	0.3936	17.24	10	44.39
34	64.4427	1.44589	9.2	0.1968	10.84	10	55.86
35	65.1185	1.43251	5.51	0.2362	7.79	10	33.43
36	66.482	1.4064	8.52	0.2362	12.06	10	51.75
37	67.0988	1.39497	5.39	0.2362	7.62	10	32.72
38	68.3515	1.37243	11.05	0.1968	13.03	10	67.1
39	69.9781	1.34445	5.04	0.2362	7.13	10	30.63
40	72.1958	1.30852	1.93	0.4723	5.46	10	11.72
41	73.5123	1.28831	5.22	0.3149	9.84	10	31.69
42	74.5412	1.27306	3.52	0.4723	9.97	9	21.39
43	76.2609	1.24857	3.72	0.6298	14.03	9	22.58
44	78.0333	1.22358	6.37	0.48	24.74	10	38.65

Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel A0_Slime



Refinement profil difraksi sinar-x sampel A0_Slime



Fraksi massa :

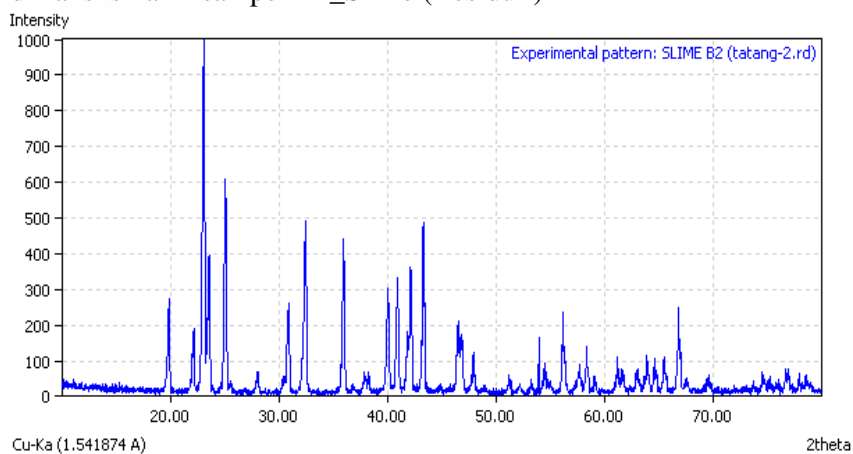
No. No.	Nama Senyawa Name of Compound	Fasa Phase	Acuan Ref.	Fraksi Massa Mass Fraction (% wt)
1.	Anglesite	PbSO ₄	ICDD- 96-900- 4485	85.26
2.	Naumannite	Ag ₂ Se	ICDD-96-900-0253	5.78
3.	Selenium	Se	ICDD- 96-901- 3138	2.81
4.	Krutaite	CuSe ₂	ICDD- 96-901- 2555	1.99
5.	Gold	Au	ICDD- 96-901- 3041	1.15
6.	Rooseveltite	BiAsO ₄	ICDD-96-901-1235	1.11

Sampel A0_Slime		
Fasa PbSO ₄ (Ref. Jacobsen S. D.)		
Grup ruang (space group) : P b n m (62) dan Sistem kristal : Orthorombic Parameter kisi : $a = 6.9623(2) \text{ \AA}$, $b = 8.4826(3) \text{ \AA}$ dan $c = 5.4032(2) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = 319.11(2) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 5.882 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Fasa CuSe ₂ (Ref. Kjekshus A.)		
Grup ruang (space group) : P n n m (58) dan Sistem kristal : Orthorombic Parameter kisi : $a = 5.077(2) \text{ \AA}$, $b = 6.126(2) \text{ \AA}$ dan $c = 3.651(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 90^\circ$ $V = 113.60(5) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 6.510 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Fasa Se (Ref. Akahama Y.)		
Grup ruang (space group) : I m -3 m (229) dan Sistem kristal : Cubic Parameter kisi : $a = 2.794(1) \text{ \AA}$, $b = 2.794(1) \text{ \AA}$ dan $c = 2.794(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 90^\circ$ $V = 21.8(1) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 12.022 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Fasa Au (Ref. Suh I.-K.)		
Grup ruang (space group) : F m -3 m (225) dan Sistem kristal : Cubic Parameter kisi : $a = 4.110(7) \text{ \AA}$, $b = 4.110(7) \text{ \AA}$ dan $c = 4.110(7) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = 69.4(6) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 18.834 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Fasa Ag ₂ Se (Ref. Wiegers G.A.)		
Grup ruang (space group) : P 21 21 21 (19) dan Sistem kristal : Orthorombic Parameter kisi : $a = 4.225(5) \text{ \AA}$, $b = 7.05(1) \text{ \AA}$ dan $c = 6.89(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = 205.3(4) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 9.532 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Fasa BiAsO ₄ (Ref. Malmros G.)		
Grup ruang (space group) : P 1 21/n 1 (14) dan Sistem kristal : Monoclinic Parameter kisi : $a = 6.906(5) \text{ \AA}$, $b = 7.183(4) \text{ \AA}$ dan $c = 6.733(4) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 104.92(6)^\circ$ dan $\gamma = 90^\circ$ $V = 322.8(2) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 5.617 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Factor R	$wRp = 17.63$ $Rp = 12.87$	χ^2 (chi-squared) = 1.270

LAMPIRAN B

Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Residu I

Profil difraksi sinar-x sampel B1_Slime (Residu I)

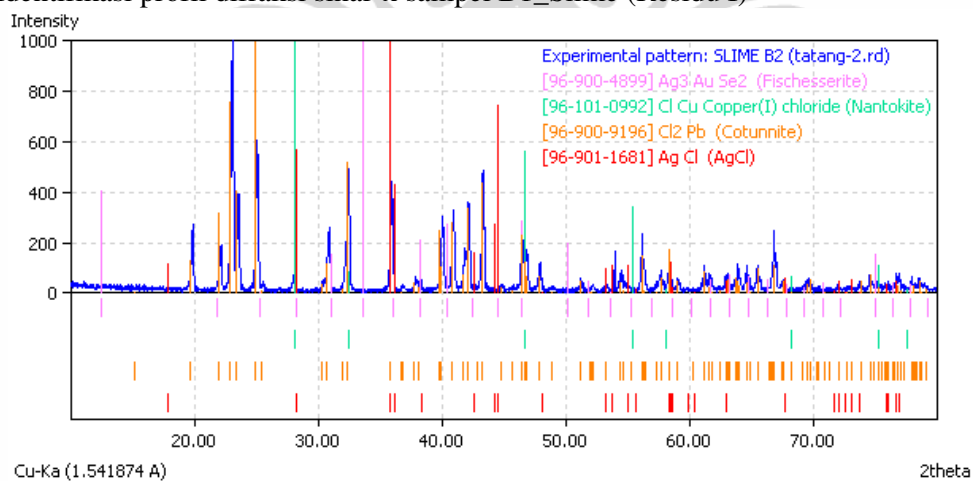


Analisis peaks sample B1_Slime (Residu I)

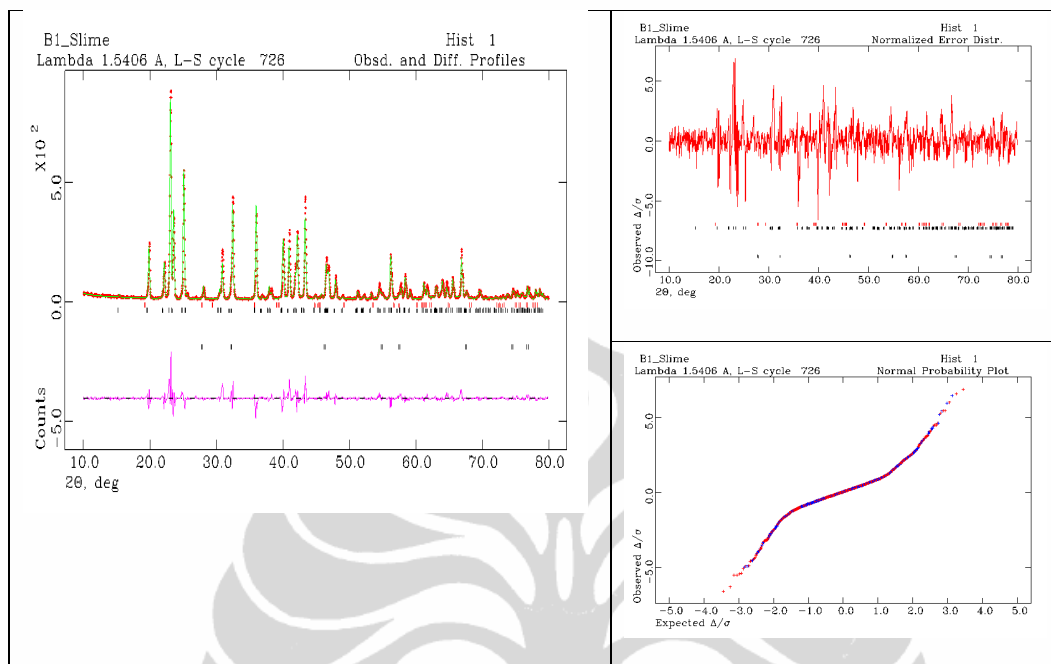
No.	Pos. [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]	FWHM [°2Th.]	Area [cts*°2Th.]	Backgr.[cts]	Height [cts]
1	19.8679	4.46887	24.51	0.2362	49.69	12	213.32
2	22.2056	4.00342	18.06	0.2362	36.6	12	157.13
3	23.1352	3.84462	100	0.2362	202.71	11	870.15
4	23.6165	3.76734	38.54	0.1968	65.11	11	335.39
5	25.1107	3.54646	61.43	0.2362	124.53	11	534.54
6	28.083	3.17749	5.43	0.2362	11.01	10	47.24
7	30.9119	2.89285	23.48	0.2362	47.6	10	204.34
8	32.4948	2.75546	49.03	0.1968	82.83	9	426.66
9	35.9812	2.49606	40.89	0.1968	69.07	9	355.81
10	36.9007	2.43595	1.79	0.2755	4.23	8	15.57
11	37.9111	2.37332	4.94	0.2362	10.01	8	42.97
12	40.1105	2.24812	28.37	0.2362	57.5	8	246.84
13	40.9676	2.20304	33.88	0.2362	68.68	7	294.8
14	42.2028	2.14138	30.43	0.551	143.95	7	264.83
15	43.3574	2.08699	50.21	0.1968	84.81	7	436.88
16	44.904	2.01864	2.39	0.3149	6.46	6	20.81
17	46.5332	1.95169	19.42	0.2362	39.36	6	168.98
18	47.9534	1.89715	10.78	0.2362	21.84	5	93.76

19	49.0148	1.85853	2.09	0.3149	5.64	5	18.16
20	51.2348	1.78309	4.27	0.1968	7.21	5	37.11
21	52.2001	1.75237	2.4	0.2362	4.87	5	20.89
22	53.3267	1.71798	3.19	0.2362	6.47	6	27.79
23	54.4811	1.68427	7.81	0.1968	13.19	6	67.96
24	56.2501	1.63543	17.59	0.3149	47.55	6.01	153.07
25	57.7277	1.59704	7.93	0.1968	13.4	7	69.04
26	58.3814	1.5807	12.66	0.1968	21.38	7	110.15
27	59.1466	1.56207	4.23	0.3149	11.44	7	36.84
28	61.2109	1.51424	7	0.2362	14.2	7	60.94
29	61.738	1.50258	5.78	0.2362	11.71	7	50.28
30	63.0563	1.4743	6.13	0.3149	16.56	8	53.31
31	64.0053	1.45471	8.61	0.2362	17.45	8	74.93
32	64.6818	1.44112	7.53	0.2362	15.27	8	65.54
33	65.5718	1.4237	8.45	0.2362	17.12	8	73.49
34	66.8885	1.39884	20.04	0.3149	54.16	8	174.36
35	67.6325	1.38525	3.62	0.3149	9.79	8	31.53
36	69.5883	1.35103	3.7	0.3936	12.48	8	32.15
37	73.7772	1.28434	2.54	0.2362	5.16	7	22.14
38	74.6348	1.27169	4.37	0.3149	11.8	7	37.99
39	75.2321	1.26307	3.38	0.2362	6.86	7	29.44
40	75.9572	1.25281	2.62	0.3149	7.09	7	22.82
41	76.8597	1.24033	4.63	0.3149	12.5	7	40.26
42	78.0053	1.22496	4.13	0.2362	8.37	7	35.95
43	78.6348	1.21572	4.16	0.288	13.9	7	36.2

Identifikasi profil difraksi sinar-x sampel B1_Slime (Residu I)



Refinement profil difraksi sinar-x sampel B1_Slime (Residu I)



Fraksi massa :

No. No.	Nama Senyawa <i>Name of Compound</i>	Fasa <i>Phase</i>	Acuan <i>Ref.</i>	Fraksi Massa <i>Mass Fraction (% wt)</i>
1.	Cottunite	PbCl ₂	ICDD- 96-900- 9196	86.11
2.	Nantokite	CuCl	ICDD- 96-101- 0992	5.53
3.	Silver Chloride	AgCl	ICDD- 96-901- 1681	8.36

Sampel B2_Slime	
Fasa PbCl ₂ (Ref. Wyckoff)	
Grup ruang (space group) : P b n m (62) dan Sistem kristal : Orthorombic Parameter kisi : $a = 9.0465(3) \text{ \AA}$, $b = 7.6238(3) \text{ \AA}$ dan $c = 4.5370(2) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ $V = 312.91(2) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 5.485 \text{ gram.cm}^{-3}$	
Fasa CuCl (Ref. Wyckoff)	
Grup ruang (space group) : F -4 3 m (216) dan Sistem kristal : Cubic Parameter kisi : $a = 5.570(1) \text{ \AA}$, $b = 5.570(1) \text{ \AA}$ dan $c = 5.570(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 90^\circ$ $V = 172.8(1) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 3.804 \text{ gram.cm}^{-3}$	

Fasa AgCl (Ref. Hull S.)		
Grup ruang (space group) : C m c m (63) dan Sistem kristal : Orthorombic Parameter kisi : $a = 3.467(9) \text{ \AA}$, $b = 9.78(5) \text{ \AA}$ dan $c = 4.13(1) \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 90^\circ$ $V = 140.1(6) \text{ \AA}^3$ dan $\rho = 6.774 \text{ gram.cm}^{-3}$		
Factor R	$wRp = 18.38$ $Rp = 14.39$	χ^2 (chi-squared) = 1.365

LAMPIRAN C

Contoh Perhitungan Persen Ekstraksi

Pada penentuan persen ekstraksi proses leaching (jumlah logam yang dapat direcovery) pada konsentrasi NaClO (Sodium Hipoklorit) 15 gram, ditetapkan sebagai berikut :

- Kadar emas dalam 100 gram *decopperized anode slime* adalah 0,43 gram.
- Setelah dilakukan leaching dihasilkan residu sebanyak 64,70 gram dengan Kadar emas 0,01%, maka emas murni yang terdapat di dalam residu, adalah: $64,70 \times 0,01\% = 0,00647$ gram.
- Maka emas yang ada dalam larutan (filtrat) adalah:
 $0,43 - 0,00647 = 0,42353$ gram.
- Persen ekstraksi emas pada proses leaching dengan NaClO adalah:
 $0,4235 / 0,43 = 98,50\%$