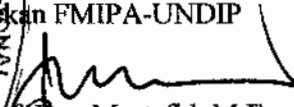


## HALAMAN PENGESAHAN LAPORAN PENELITIAN DOSEN MUDA

---

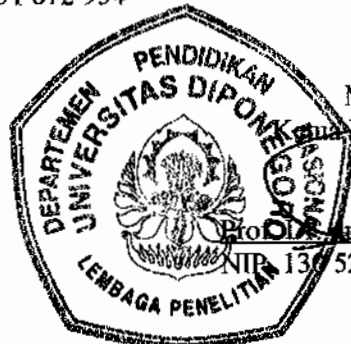
1. a. Judul Penelitian : DAUR-ULANG PERAK BUANGAN DALAM LIMBAH LABORATORIUM KIMIA DAN FOTOGRAFI
  - b. Bidang Ilmu : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
  - c. Kategori Penelitian : I (Pengembangan IPTEKS)
  2. Ketua Peneliti :
    - a. Nama Lengkap & Gelar : Drs. WH Rahmanto, M.Si.
    - b. Jenis Kelamin : Laki-laki
    - c. Gol/Pangkat/NIP : III-c/Penata Tk. I/131 672 954
    - d. Jabatan Fungsional : Lektor
    - e. Jabatan Struktural : ---
    - f. Fakultas/Jurusan : MIPA/Kimia
    - g. Pusat Penelitian : Lembaga Penelitian (LEMLIT) UNDIP, Semarang
  3. Jumlah Anggota Peneliti : 2 (dua) orang
    - a. Nama Anggota Peneliti I : Drs. Mudji Triatmo, M.Si
    - b. Nama Anggota Peneliti II : Drs. Gunawan, M.Si
  4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Energetika & Elektrokimia, Jurusan Kimia - FMIPA UNDIP, Semarang
  5. Kerjasama dg. Institusi Lain : Tidak ada
  6. Lama Penelitian : 8 (Delapan) bulan
  7. Biaya Penelitian :
    - a. Sumber dari Depdiknas : Rp. 6.000.000,-
    - b. Sumber Lain : Tidak ada
    - Jumlah : Rp. 6.000.000,- (Enam juta rupiah)
- 




Mengetahui  
Dekan FMIPA-UNDIP  
  
Prof. Drs. Mustafid, M.Eng., Ph.D.  
NIP. 131 672 954

Semarang, Oktober 2002

Ketua Penelitian,  
  
Drs. WH Rahmanto, M.Si  
NIP. 130 877 409

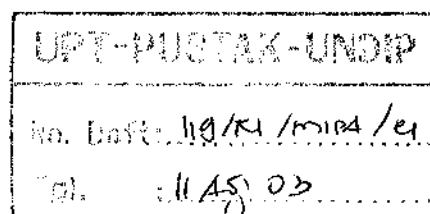


Menyetujui  
LEMLIT-UNDIP  
  
Prof. J. Riwanto, Sp.Bd.  
NIP. 130 529 454

SISTEMATIKA LAPORAN AKHIR  
HASIL PENELITIAN DOSEN MUDA

HALAMAN

SAMPUL DALAM .....	i
LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN .....	ii
SISTEMATIKA LAPORAN AKHIR HASIL PENELITIAN DOSEN MUDA .....	iii
RINGKASAN & SUMMARY .....	iv
KATA PENGANTAR .....	viii
DAFTAR TABEL .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	x
I PENDAHULUAN .....	1
II TINJAUAN PUSTAKA .....	3
III TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN .....	10
IV METODE PENELITIAN .....	12
V HASIL DAN PEMBAHASAN .....	17
VI KESIMPULAN .....	29
DAFTAR PUSTAKA .....	30
LAMPIRAN .....	31



## DAUR-ULANG PERAK BUANGAN DALAM LIMBAH LABORATORIUM KIMIA DAN FOTOGRAFI

(W. H. Rahmanto, Mudji Triatmo, Gunawan)

Penelitian ini merupakan kelanjutan dari penelitian kami sebelumnya, yakni penanganan air limbah fotografi "Rontgen" RSUD Kariadi. Kami telah mengendapkan perak dalam limbah berdasarkan metode elektrolisis langsung, di bawah pengaturan potensial listrik eksternal dan kondisi pH. Akan tetapi, hasilnya masih belum memuaskan, hanya memberikan efisiensi rata-rata 57,10 % dan kemurnian perak 83,44 %. Lapisan tipis menyerupai bubuk dengan warna bervariasi dari hitam kecoklat-coklatan sampai abu-abu teramati pada permukaan katode. Matriks tiosulfat nampaknya merupakan faktor yang bertanggungjawab terhadap kualitas hasil pengendapan.

Masalah dapat diatasi melalui pengujian eksperimental kami sekarang. Pada tahap pertama ion-ion perak(I) dibebaskan dari pengaruh matriks tiosulfat menggunakan asam klorida untuk mengendapkan perak sebagai garam klorida yang tak larut dalam air. Pada tahap kedua, endapan perak klorida dilarutkan dalam larutan amonia, menghasilkan kompleks kationik perak diamina, dilanjutkan dengan elektrolisis di bawah kontrol potensial listrik eksternal dan kondisi pH.

Penelitian eksperimental dilaksanakan dengan tujuan menguji validitas (1) pembebasan perak dari pengaruh matriks tiosulfat melalui pengendapan sebagai perak klorida yang tak larut dalam air dan (2) pengendapan elektrolitik perak dari larutan kompleks diamine yang diharapkan lebih baik dibanding pengendapan dari larutan ionik bukan-kompleks amina.

Melalui salah satu eksperimen di laboratorium, air limbah Kariadi berisi perak ionik dielektrolisis langsung tanpa perlakuan sebelumnya, di bawah potensial 800 – 1.600 mV selama 1 jam. Sel elektrolisis dikonstruksikan dari gelas piala 250 mL dan sepasang karbon yang diambil dari baterai (ukuran UM-1/D) buangan. Salah satu batang karbon difungsikan sebagai anode inert. Pencatu daya listrik skala laboratorium dilengkapi dengan tambahan rangkaian pengatur arus dan potensial sebelum digunakan. Limbah model dielektrolisis dengan cara serupa selama 2 jam di bawah variasi potensial 800 – 2.600 mV. Dua kelompok limbah model berikutnya dielektrolisis terpisah, masing-masing selama 1 dan 2 jam, setelah pengendapan dan pelarutan kembali terlebih. Elektrolisis dijalankan dengan rentang kondisi pH 9,0 – 10,0 dan variasi potensial 800 – 2.600 mV. Larutan stok yang berfungsi sebagai limbah model dibuat dengan cara melarutkan 31,50 g perak nitrat ke dalam akuabides memakai labu takar 250 mL supaya menghasilkan larutan dengan konsentrasi  $[Ag^+]$  sebesar 80 g/L.

Hasil eksperimen menunjukkan efisiensi elektrolisis rata-rata setinggi 84,58 % (elektrolisis 1 jam) dan 82,46 % (elektrolisis 2 jam) dengan kemurnian perak rata-rata 91,27 %. Penelitian eksperimental sebelumnya hanya memberikan efisiensi rata-rata setinggi 57,10 % dengan kemurnian rata-rata 83,44 %. Hasil samping berupa oksida atau mungkin hidroksida perak dengan variasi warna dari hitam kecoklat-coklatan sampai abu-abu masih teramati muncul di permukaan katode begitu pH dinaikkan sampai melebihi 10,0 dan diturunkan sampai di bawah 6,0. Kondisi pH dan potensial listrik eksternal merupakan masalah kunci yang harus diatasi melalui upaya eksperimental lanjut.

Riset eksperimental sedang diimplementasikan ke dalam perkuliahan elektrokimia berbasis riset dan tugas akhir mahasiswa untuk membekali mereka dengan kemampuan mengkonstruksikan konsep-konsep elektrokimia, via keterlibatan dalam menyelesaikan masalah energi dan lingkungan bertopik induk pembuatan baterai. Hasil-hasil penelitian eksperimental kami berfungsi sebagai referensi data dan titik awal bagi inkuiri mahasiswa.

(Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Diponegoro Semarang)

## **OUTCAST SILVER RECYCLING FROM THE PHOTOGRAPHIC AND CHEMICAL LABORATORY WASTE**

(W. H. Rahmanto, Mudji Triatmo, Gunawan)

This work is a carry-over of our previous experimental effort on silver recycling from Kariadi Hospital "Rontgen" photographic wastewater. We have electrolytically deposited the silver from wastewater directly by using electrolysis cell under the controlled external electric potential and pH condition. However, our experimental results still not yet satisfied; provide 57,10 % in efficiency and 83,44 % in purity only. Varied brownish-black to gray powdered film was observed as additional products other than metallic silver deposit. Presumably, the thiosulfate matrices were the responsible factor affecting product quality.

Through the current experimental examinations, the problems have been overcome. The silver(I) ions was liberated from thiosulfate matrices first, using hydrochloric acid to precipitate the ionic silver as water insoluble chloride salt. Second stage is dissolving silver chloride in ammonia solution, provide the cationic complex of diamine silver, followed by electrolysis under the controlled external electric potential and pH condition.

The objectives of our current experimental research is establishing the validity of (1) ionic silver extracting from waste thiosulfate matrices via and precipitating as water insoluble silver chloride and (2) better silver electrodeposition from diamine complex solution as compared than non-complex one.

In one of the laboratory experiment, silver-contained Kariadi wastewater has been electrolyzed, under the 800 – 1,600 mV of external electric potential during 1 hr, directly without any pre-treatment. Electrolytic cell was constructed from 250 mL beaker glass. Two carbon rod extracted from discarded (UM-1/D sized) battery was used as an electrode pair, one of them act as inert anode. Laboratory regulated power supply was equipped with extra voltage and current regulating circuit before used. The silver-contained wastewater model was electrolyzed in similar manner during 2 hr under the 800 – 2,600 mV variations in other laboratory work. The second silver-contained wastewater laboratory model was electrolyzed after extracting ionic silver and dissolving one as water soluble silver(I) diamine complex. Electrolysis was carried out during 2 hr under the 9.0 – 10.0 range of pH and applied potential of 800 – 2,600 mV. Stock solution of waste model was prepared by dissolving 31.50 g silver nitrate in aquadest, using 250 mL volumetric flask, providing 80 g/L of  $[Ag^+]$  content.

The experimental results give an current efficiency average of 84.58 % (1 hr electrolysis) and 82.46 % (2 hr electrolysis) with 91.27 % of silver purity. Our previous experimental work reporting 57.10 % in average current efficiency and 83.44 % in average silver purity. The oxide or hydroxide of silver has been observed as brownish black and gray side products appeared at the silver deposit surfaces as pH increased above 10.0 and decreased below 6.0. The pH condition and external electric potential was the key problems should be further overcome in advanced experimental work.

The experimental research is implementing now in the research-based electrochemistry course and our student's final task to giving rise their capability in electrochemical concepts construction by engaging them in either energy and environmental problems solving under preparing batteries master topic. Our experimental results act as data reference and starting points for the student's inquiry.

(Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Diponegoro University Semarang)

UPT-POSTAK UNDIP

## **KATA PENGANTAR**

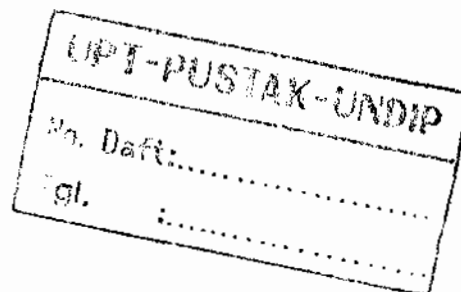
Alhamdulillah, meskipun dengan susah-payah, namun penelitian yang seharusnya dilaksanakan selama 10 bulan ini pada akhirnya dapat diselesaikan dalam waktu 4,5 bulan. Kerja ekstra keras terpaksa harus dikerahkan, mengingat kami sebagai peneliti hanya mendapat kesempatan meneliti dari pertengahan Juni 2002 sampai akhir bulan September 2002 saja. Dengan demikian, wajarlah kalau pembatasan waktu lebih singkat dari semestinya membuat penelitian ini menjadi sangat tidak sempurna, jauh dari harapan. Akan tetapi, kami para peneliti masih memiliki harapan untuk memperbaikinya, karena penelitian ini kami implementasikan ke dalam matakuliah Elektrokimia II berbasis riset dan Tugas Akhir mahasiswa S1 Kimia – MIPA Universitas Diponegoro. Dengan demikian kami tidak terlalu terkekang oleh batasan waktu lagi.

Bagaimanapun juga, keberhasilan penelitian ini bukan merupakan hasil karya sendiri. Banyak pihak telah berperan dalam menopang kelancaran penelitian sampai tersusunnya laporan, baik secara langsung maupun tidak. Kami harus mengucapkan terima kasih kepada semua pihak tersebut atas semua dukungan dan bantuannya, terutama kepada Pimpinan dan Sivitas Akademika Fakultas Matematika & Ilmu Pengetahuan Alam, Pimpinan dan karyawan Lembaga Penelitian Universitas Diponegoro Semarang, dan Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi – Departemen Pendidikan Nasional melalui Bagian Proyek Peningkatan Kualitas Sumberdaya Manusia.

Penulis/Peneliti

## DAFTAR TABEL

	HALAMAN
Tabel 1. Endapan senyawa perak yang mungkin terbentuk .....	18
Tabel 2. Rangkuman hasil-hasil pengendapan perak melalui elektrolisis. ....	19
Tabel 3. Berat endapan pada katode setelah elektrolisis berlangsung selama 1 jam .....	21
Tabel 4. Berat endapan pada katode setelah elektrolisis selama 2 jam .....	23
Tabel 5. Perbandingan berat Ag yang terendapkan melalui elektrolisis 1 dan 2 jam .....	26
Tabel 6. Tingkat kemurnian Ag standar dan hasil perlakuan limbah model .....	27





## DAFTAR GAMBAR

	HALAMAN
Gambar 1. Diagram kebergantungan performansi sel terhadap berbagai variabel .....	9
Gambar 2. Sel elektrolisis terbuat dari gelas piala 250 mL .....	14
Gambar 3. Kurva hubungan antara berat endapan Ag pada katode dengan potensial listrik terpasang $E_{app}$ .....	22
Gambar 4. Kurva hubungan antara berat endapan Ag pada katode dengan potensial listrik terpasang $E_{app}$ .....	24
Gambar 5. Ketaatan sistem elektrolisis terhadap hukum Faraday .....	25

## BAB I PENDAHULUAN

Perak nitrat merupakan salah satu bahan penting bagi berbagai keperluan di laboratorium kimia Perguruan Tinggi maupun industri. Garam tersebut memberikan manfaat besar bagi kepentingan pengujian analitik, fotografi, pelapisan logam, maupun produksi garam-garam perak penting lainnya (Ozmetin dkk, 1998). Untuk kepentingan tersebut, perak nitrat harus berderajat reagen (G.R.) dengan tingkat kemurnian yang tinggi dan mesti disintesis dari perak metalik dengan tingkat kemurnian yang tinggi pula. Sayang sekali, harga kedua macam bahan tersebut teramat mahal. Menurut kalatog Aldrich (Anonim, 2000), perak serbuk berharga \$14.06 per gram, sementara perak nitrat berkualitas reagen bernilai US \$17.10 per gram.

Pada sisi lain, berbagai laboratorium analitik-kimiawi maupun fotografi justru membuang perak ionik dalam jumlah cukup besar. Berdasarkan taksiran kasar, laboratorium kimia di FMIPA-UNDIP dan RSUP Dr. Kariadi Semarang saja membuang tak kurang dari 5,5 kg limbah perak per tahun (Sumardjo dkk 1997, Sumardjo dkk 1998, Wuryanti dkk 2000, Hastuti dkk 1999, dan Widiyanto & Rahmanto 1999). Belum terhitung untuk berbagai laboratorium dan tempat-tempat pencucian film lainnya. Dengan demikian, kedua tempat tersebut saja telah membuang perak senilai tak kurang dari \$77,330,00 atau Rp 773.300.000,00 (bila didasarkan pada nilai mata uang sebesar Rp 10.000,00 per dolar). Selain berpotensi mencemari lingkungan, limbah buangan tersebut juga berpotensi besar sebagai tambang perak.

Andaikata perak ionik dalam limbah dapat diambil kembali dan dikonversikan ke bentuk logamnya melalui metode sederhana namun efisien, maka harta karun senilai tidak kurang dari Rp 773.300.000,00 per kota besar per tahun dapat ditambang kembali.

Pengolahan perak buangan laboratorium kimia telah diusulkan oleh Murphy dkk (1991). Murphy mengusulkan pemakaian zink, tembaga, formaldehida, benzaldehida, dan dekstrosa sebagai agen pereduksi perak. Akan tetapi, Murphy hanya memusatkan perhatiannya pada limbah perak sebagai endapan klorida. Metode yang diusulkan tidak menjangkau perak ionik kompleks di dalam limbah cair, khususnya dalam buangan pencucian film foto Rontgen.

Pengambilan kembali perak ionik dari dalam limbah film foto Rontgen RSUP Dr. Kariadi Semarang telah kami lakukan (Rahmanto dkk, 1999) melalui proses pengendapan

elektrolitik langsung, namun hasilnya masih kurang memuaskan. Rendemen pengendapan perak metalik baru mencapai  $\pm 57,10\%$ , sementara endapan masih belum semengkilap yang diharapkan. Warna endapan bervariasi dari abu-abu hingga kecoklat-coklatan, mencerminkan bahwa produk perak belum mencapai tingkat kemurnian yang tinggi. Endapan merupakan campuran antara perak metalik dengan oksida, hidroksida, dan sulfidanya. Uji spektrofotometrik menunjukkan bahwa kemurnian endapan perak hanyalah  $83,44\%$ .

### **Masalah**

Yang menjadi masalah pokok bagi rendahnya rendemen dan kemurnian endapan perak tersebut di atas ialah masuknya faktor interferensi matriks tiosulfat sewaktu pengendapan elektrolitik dilakukan. Ion-ion tiosulfat berasal dari bahan pencuci film, yang buangnya ber-campur menjadi satu dengan perak ionik. Keberadaan ion-ion tiosulfat menghalangi konsumsi muatan listrik oleh ion perak, sehingga tidak seluruh muatan listrik yang dialirkan ke dalam sel elektrolitik dimanfaatkan untuk mengendapkan perak ionik menjadi perak metalik. Efisiensi pun kurang dari  $100\%$ . Sebagian muatan listrik dikonsumsi oleh ion-ion tiosulfat yang bertindak sebagai ligan pengompleks perak, mengakibatkan terjadinya dekomposisi tiosulfat. Hasil dekomposisi bereaksi dengan ion perak menghasilkan campuran oksida, hidroksida, dan sulfida perak yang memburamkan warna endapan. Perak pun tidak dapat diperoleh dalam keadaan  $100\%$  murni. Akibatnya, perak metalik yang dihasilkan tidak dapat dipergunakan sebagai bahan sintesis perak nitrat berkualitas reagen (G.R).

Masalah tersebut di atas diatasi melalui pemisahan ion perak dari matriks tiosulfat terlebih dahulu, berdasarkan metode pertukaran ligan pengompleks. Tiosulfat ditukar dengan ligan amoniak, setelah pengendapan perak sebagai garam klorida dilakukan lebih dahulu diikuti dengan pemisahan dan pelarutan endapan ke dalam fasa amoniak. Barulah kemudian perak ionik dalam bentuk kompleks amoniakal diendapkan kembali sebagai perak metalik melalui proses reduksi elektrolitik. Dihipotesiskan bahwa (1) pemisahan perak ionik dari gangguan matriks tiosulfat dalam fasa limbah melalui pengendapan sebagai garam perak klorida, dan (2) pengendapan elektrolitik ion-ion perak dalam larutan kompleks amoniakal dapat dilakukan secara sempurna, menghasilkan endapan perak dengan rendemen dan tingkat kemurnian mendekati  $100\%$ .