

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Metoda penelitian yang digunakan untuk mempelajari destruksi emas dari bijihnya yaitu dengan merendam sampel dalam campuran larutan kalium permanganat-asam klorida dengan variasi konsentrasi dan lama perendaman. Emas yang terlarut dipisahkan dengan cara ekstraksi memakai metilisobutilketon (*MIBK*) dan untuk menentukan kadar emas yang terlarut dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS).

3.1. Pengambilan Sampel

Sampel diambil dari daerah pertambangan emas yang terletak di Pasir Menyan, Desa Kotawaringin, Kecamatan Soreang, Kabupaten Bandung, Jawa Barat.

Pengambilan sampel dilakukan di dalam lubang pertambangan rakyat, dimana lubang tersebut merupakan urat kwarsa dengan arah barat laut-tenggara dengan kemiringan rata - rata 72° ke arah barat.

3.2. Variabel Penelitian

Dalam penelitian ini variabel yang diambil adalah :

1. Variabel yang dikonstantkan

Ukuran sampel, volume larutan, penambahan asam klorida.

2. Variabel bebas

Konsentrasi kalium permanganat dan lama perendaman

3. Variabel yang dinilai

Variabel yang dinilai adalah banyaknya emas yang terlarut.

3.3. Alat-alat

1. Spektrofotometer serapan atom Varian Tectron Atomic Absorption Spectrophotometer model AA 5
2. Neraca metler model AT 200 SNR 11130
3. Furnace
4. Labu takar 500, 100, 50, 25 dan 10 mL
5. Gelas ukur 10 mL
6. Corong pisah
7. Gelas beker

3.4. Bahan-bahan

1. Sampel bijih emas diambil dari daerah pertambangan Soreang
2. Asam klorida (analytical reagent grade)
3. Asam nitrat (analytical reagent grade)

4. Kalium permanganat (analytical reagent grade)
5. Metilisobutylketon (analytical reagent grade)
6. Aurum (III) klorida, digunakan standar khusus untuk AAS.

3.5. Cara Kerja

3.5.1. Penanganan sampel

Sampel dihaluskan sampai ukuran 10 mesh, kemudian dipanaskan pada suhu 110°C selama 1,5 jam, lalu dihaluskan sampai ukuran 325 mesh⁽⁶⁾. Lima ratus gram sampel dipanggang pada suhu 480°C selama 2 jam, kemudian pemangangan dilanjutkan pada suhu 600°C selama 2 jam, setelah selesai sampel dibiarkan sampai dingin.^(16, 17, 18)

3.5.2. Pembuatan larutan standar

A. Pembuatan larutan stok aurum (III) klorida 10 ppm.

Sepuluh mL larutan induk aurum (III) klorida 1000 ppm yang tersedia untuk standar spektrofotometer serapan atom (AAS) dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Sepuluh mL larutan hasil pengenceran ini diencerkan lagi menjadi 100 mL yang kemudian diberi nama larutan stok aurum (III) klorida. Dari larutan stok aurum (III) klorida 10 ppm ini dibuat larutan standar 1, 2, 3, 4 dan 6 ppm.

B. Pembuatan larutan stok kalium permanganat (KMnO_4) 10 % b/v.

Ditimbang 50,5 gram kalium permanganat 99%, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beker 1000 mL. Kalium permanganat ini dilarutkan dengan penambahan akuades sedikit demi sedikit sambil dipanaskan pada suhu 70°C sampai 80°C selama 15 - 30 menit, larutan didinginkan pada suhu kamar sebelum dilakukan penyaringan. Penyaringan dilakukan dengan corong yang dilengkapi dengan glass wool, hasil penyaringan dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL dan dilakukan penambahan akuades sampai tanda batas. Larutan ini disimpan dalam botol berwarna coklat yang bersih, kemudian diberi nama larutan stok kalium permanganat. Dari larutan stok ini dibuat larutan KMnO_4 3, 4, 5, 6 dan 7%

3.5.3. Pelarutan sampel

3.5.3.1. Pelarutan sampel dalam KMnO_4 - HCl

Guna mencari konsentrasi KMnO_4 dan waktu perendaman optimum dilakukan langkah-langkah antara lain.

Optimasi konsentrasi kalium permanganat yang dibutuhkan.

Sepuluh gram sampel yang telah dipanggang, ditimbang dan dimasukkan dalam gelas beker 250 mL. Lima puluh mL kalium permanganat (KMnO_4) dengan variasi konsentrasi 3, 4, 5, 6 dan 7% ditambahkan ke dalam gelas beker, diikuti dengan 20 mL HCl (1:4) v/v. Kemudian gelas beker dibiarkan pada suhu kamar dengan diberi tutup selama 60 menit. Setelah itu ditambahkan 20 mL HCl (1:4) v/v, gelas beker ditutup lagi dan dibiarkan selama 150 menit. Larutan tersebut disaring dengan kertas saring Whatman nomor 40. Hasil pelarutan diekstraksi dengan metilisobutilketon.

Optimasi waktu yang dibutuhkan. Setelah diketahui konsentrasi optimum kalium permanganat, selanjutnya 50 mL kalium permanganat pada konsentrasi optimum ditambahkan ke dalam 10 gram sampel di dalam gelas beker yang telah diberi tutup dan ditambahkan pula 20 mL HCl (1:4) v/v lalu dibiarkan pada suhu kamar selama 60 menit. Setelah dibiarkan selama 60 menit ditambahkan lagi 20 mL HCl (1:4) v/v sebelum dibiarkan menurut variasi waktu dengan lama total pelarutan 90, 120, 150 180 dan 210 menit. Setelah itu disaring dengan kertas Whatman nomor 40 dan hasil pelarutan diekstraksi dengan *MIBK*.

3.5.3.2. Pelarutan sampel dengan aqua regia.

Dalam menentukan banyaknya emas yang terlarut dilakukan dengan membandingkan dengan reagen aqua regia dengan cara sepuluh gram sampel dimasukkan ke dalam gelas beker 250 mL, lalu ditambahkan 88 mL asam klorida pekat dan 12 mL asam nitrat pekat sambil dipanaskan. Pemanasan dilakukan sampai kering dan gelas beker diberi tutup. Dilakukan kembali dengan 100 mL HCl (1:1) v/v, setelah itu larutan disaring dengan kertas Whatman nomor 40 dan hasil pelarutan diekstraksi dengan *MIBK*.⁽¹⁹⁾

3.5.4. Ekstraksi dengan MIBK

Hasil pelarutan baik dalam penentuan optimasi konsentrasi kalium permanganat maupun lama perendaman, volume larutan dijadikan 100 mL. Diambil 20 mL dari larutan tersebut, lalu dimasukkan ke dalam corong pisah 100 mL. Kemudian, diekstraksi dengan menggunakan fasa organik metilisobutilketon sebanyak

5 mL dan pengocokan selama 5 menit. Setelah pelarut organik dipisahkan dengan fasa air, pengulangan ekstraksi dilakukan lagi sebanyak satu kali pengulangan dengan cara seperti di atas.⁽²⁰⁾

3.5.5. Pencucian fasa organik

Untuk menghilangkan gangguan logam-logam lain pada analisa dengan spektrofotometer serapan atom dilakukan pencucian terhadap fasa organik dengan HCl 2%. Langkah-langkah pencucian ini yaitu 10 mL fasa organik hasil ekstraksi emas dimasukkan ke dalam corong pisah 100 mL kemudian ditambah HCl 2% sebanyak 20 mL lalu dikocok selama 5 menit. Pencucian dilakukan sebanyak 4 kali pengulangan dengan cara kerja yang sama dengan pencucian pertama.⁽²¹⁾

3.7.6. Pengukuran dengan AAS

Untuk mengetahui jumlah emas yang terlarut digunakan Varian Tectron Atomic Absorption Spectrophotometer model AA 5 dengan kondisi pengukuran :

1. Panjang gelombang : 242,8 nm
2. Lebar celah : 25 micron
3. Tinggi pembakaran : 13 mm
4. Tekanan
Udara : 15 lb/in² dengan kecepatan aliran 7 liter/menit
Asetilen : 11 lb/in² dengan kecepatan aliran 1,5 liter/menit.