

## PEMANFAATAN MAGNETIT Mg/Al-NO<sub>3</sub> HIDROTALSIT SEBAGAI ADSORBEN [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> DALAM LARUTAN HASIL PELINDIAN PRINTED CIRCUIT BOARD DENGAN BANTUAN GELOMBANG MIKRO

*Utilization of Magnetite Mg/Al-NO<sub>3</sub> Hydrotalcite as Adsorbent of [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> in Microwave-Assisted Leaching Solution of Printed Circuit Board*

**Rahmiani\*, Sri Juari Santosa, Bambang Rusdiarso**

Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,  
Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, Indonesia. 55281

\*Penulis korespondensi. Email : rahmiani\_rahim@yahoo.com

### Intisari

Telah dilakukan sintesis magnetit Mg/Al-NO<sub>3</sub> hidrotalsit (MHt) dan dipelajari aplikasinya sebagai adsorben [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>. Sintesis dilakukan dengan menambahkan Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dan Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> dengan perbandingan molar Mg<sup>2+</sup>/Al<sup>3+</sup> 2:1, serta NaOH 1 M ke dalam magnetit hingga pH 10. MHt hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer infra merah (FTIR), difraksi sinar-X (XRD) dan Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX). Sampel emas dipersiapkan dari larutan standar HAuCl<sub>4</sub> dan hasil pelindian dari limbah perangkat elektronik printed circuit boards (PCB). Pelindian diawali dengan pelepasan logam Cu menggunakan campuran H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30 %-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6 M (3:1 v/v) menggunakan oven gelombang mikro 800 Watt. Hasil penelitian menunjukkan bahwa MHt bersifat magnetik dan dapat diaplikasikan sebagai adsorben [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>. Jumlah logam Cu yang terlepas sebesar 15,07 x 10<sup>3</sup> mg/L dalam waktu 5 detik. Tahap selanjutnya dilakukan pelindian logam menggunakan aqua regia dengan waktu pelindian optimum 5 detik menggunakan gelombang mikro 800 Watt dan jumlah logam Au yang terlepas sebesar 52,8 mg/L. Kapasitas adsorpsi MHt untuk [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> dalam larutan hasil pelindian PCB sebesar 6,51 mg/g dan dalam larutan murni sebesar 13,90 mg/g.

*Kata kunci: Mg/Al-NO<sub>3</sub> hidrotalsit, magnetit, printed circuit boards, gelombang mikro, ion [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>, adsorpsi, desorpsi.*

### ABSTRACT

Magnetite Mg/Al-NO<sub>3</sub> Hydrotalcite (MHt) has been synthesized and its application as adsorbent of [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> has been studied. The synthesis was conducted by adding Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> and Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> that contain Mg<sup>2+</sup>/Al<sup>3+</sup> molar ratio (2:1) and NaOH 1 M into magnetite until pH 10. MHt was characterized by Fourier Transform Infra Red (FTIR) spectroscopy, X-ray Diffraction (XRD), and Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX). Gold sample was prepared from pure HAuCl<sub>4</sub> and leached solution from Printed Circuit Boards (PCB) waste. The leaching process was initiated by releasing Cu metal using mixed solution of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6 M with volume ratio 3:1. The released Cu was 15,07 mg/L by using microwave 800 Watt for 5 seconds. Leaching of Au metal then conducted via aqua regia with optimum leaching time was 5 seconds using microwave 800 watt, and then number of released Au were 52.8 mg/L. The application of MHT as adsorbent was studied by examining the effect of pH, adsorption kinetics, addition of Cu<sup>2+</sup> as competitor and reusing of MHT. Desorption of [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> from MHT by using OH<sup>-</sup> ion as anion exchanger was studied to analyze the possibility of obtaining back the [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> ion. The result showed that MHt has

magnetic properties and could be applied as adsorbent of  $[\text{AuCl}_4]^-$ . The optimum adsorption of  $[\text{AuCl}_4]^-$  by MHT adsorbent was optimum at pH 3, the kinetics model followed the pseudo-second order with adsorption rate from  $[\text{AuCl}_4]^-$  solution and contained  $\text{Cu}^{2+}$  ion competitor with volume ratio 1:1 were  $1.2563 \times 10^{-2}$  g/mg minute and  $1.2248 \times 10^{-2}$  g/mg minute, respectively. The MHT's adsorption capacity for  $[\text{AuCl}_4]^-$  in leached solution of PCB was 6.51 mg/g and for pure solution was 13.90 mg/g. Reusing of MHT to adsorb  $[\text{AuCl}_4]^-$  gave lower adsorption capacity, namely 12.32; 1.84 and 0.33 mg/g respectively for the 1<sup>st</sup>, 2<sup>nd</sup> and 3<sup>rd</sup> cycle. The characterization results of FTIR and XRD indicate that MHT has structural damage after reused as much as three times of cycle.

**Keywords:** Mg/Al- $\text{NO}_3$  hydrotalcite, magnetite, printed circuit boards, microwave ion  $[\text{AuCl}_4]^-$ , adsorption, desorption.

## 1. Pendahuluan

Emas merupakan suatu logam yang sangat berharga karena merupakan logam bernilai ekonomi tinggi. Sejak jaman dahulu emas telah dimanfaatkan untuk berbagai keperluan manusia seperti pelengkap budaya religius, lambang kekuasaan dan berbagai bentuk perhiasan. Seiring dengan kemajuan teknologi, eksplorasi emas terus meningkat. Penggunaan emas semakin diperluas pada peralatan elektronik, sensor, penyimpan informasi dan katalis karena mudah ditempa dalam berbagai bentuk dan ukuran dibandingkan logam yang lain (Wang et al, 2009). Penggunaan emas pada peralatan elektronik dapat ditemukan pada *Printed Circuit Board* (PCB) komputer dan *handphone*, *Processor*, *Random Acces Memory* (RAM), *mother-board/ main board*, *hard disk*, soket-soket dan *chip* memori komputer (Huang et al, 2009). Penggunaan emas dinilai penting karena mempunyai konduktivitas listrik yang sangat baik dan resisten terhadap korosi tinggi dibandingkan logam lain (Parajuli et al, 2007).

Peningkatan produksi dan inovasi teknologi elektronik berakibat pada peningkatan jumlah sampah elektronik atau *Waste Electric and Electronic Equipment* (WEEE). Setiap tahun 20-50 juta ton limbah elektronik dan listrik dihasilkan di dunia. Limbah jenis ini terus meningkat sedikitnya 3-5% per tahun (Gramatyka et al, 2007). Peningkatan jumlah limbah elektronik ini tidak hanya berdampak negatif pada lingkungan tetapi juga salah satu penyebab pengurangan jumlah emas di alam akibat penggunaan secara terus menerus sebagai komponen dalam penyusunan perangkat elektronik. Pengolahan limbah elektronik sangat diperlukan untuk mengurangi tingkat pencemaran dan memperoleh keuntungan secara ekonomi melalui daur ulang. Secara umum di dalam sampah elektronik seperti *Printed Circuit Boards* (PCBs) terkandung banyak komponen seperti material resin organik, gelas dan logam. Logam yang terkandung dalam limbah tersebut antara lain Cu, Sn, Fe, Pb, Au, Ag dan Pd (Birloaga et al, 2013).

*Recovery* emas sangat perlu dilakukan untuk memperoleh kembali logam berharga yang terkandung dalam PCB. *Double oxidizing-acid leaching* merupakan salah satu metode alternatif dalam melarutkan logam yang terkandung di dalam PCB. Metode pelindian ini dilakukan dengan menggunakan pelarut  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  untuk melarutkan logam selain emas dalam PCB (Birloaga et al, 2013). Logam emas yang tidak larut selanjutnya diinteraksikan dengan aqua regia untuk memperoleh larutan  $\text{HAuCl}_4$  dari sumber sekundernya yang perlu dipisahkan selanjutnya dari larutan. *Recovery* emas dari PCB dengan metode *double oxidizing-acid leaching* telah dilakukan melalui metode maserasi seperti yang dilakukan oleh Alfanaar (2014). Namun, metode ini membutuhkan waktu

selama 3 hari dalam proses pelindian. Oleh karena itu, perlu digunakan metode lain yang lebih cepat dan efektif. Salah satu metode yang dapat dilakukan adalah dengan menggunakan gelombang mikro. Metode pelindian dengan bantuan gelombang mikro sangat menguntungkan karena waktu yang digunakan lebih singkat, pemanasannya bersifat selektif pada sampel dan proses pemanasannya dapat dikontrol dengan mudah.

Metode adsorpsi merupakan metode yang cukup efektif untuk memisahkan emas dari larutan karena mudah dioperasikan, sederhana, murah, dapat dikerjakan pada konsentrasi rendah, kapasitas besar dan ramah lingkungan. Hal tersebut menjadi pertimbangan dalam penggunaannya dalam *recovery* emas dalam beberapa penelitian sebelumnya. Hidrotalsit merupakan salah satu material yang berpotensi untuk digunakan sebagai adsorben emas dari limbah elektronik. Hidrotalsit atau disebut juga *Layer Double Hydroxides* (LDH) merupakan salah satu mineral lempung yang murah, mudah disintesis, mempunyai kemampuan pertukaran anion dan luas permukaan yang besar. Bejoy (2001) telah menggunakan hidrotalsit dalam bidang kesehatan karena permukaan hidrotalsit yang bermuatan positif dapat digunakan dalam menyerap pepsin yang bermuatan negatif di dalam tubuh manusia. Hidrotalsit juga memiliki banyak aplikasi yang lain di antaranya sebagai katalis, penukar anion, adsorben, *stabilizer* dan penangkap anion (Kloprogge et al, 2004). Permukaan hidrotalsit yang bermuatan positif dan adanya kemampuan pertukaran anion pada struktur hidrotalsit dapat diterapkan pada adsorpsi ion  $[\text{AuCl}_4]^-$  yang memiliki muatan negatif. Penerapan Mg-Al-NO<sub>3</sub> hidrotalsit untuk adsorpsi emas melalui mekanisme pertukaran ion telah dilakukan oleh Ikhsan (2011) dan Wihadi (2012).

Untuk memperoleh hidrotalsit dengan kemampuan adsorpsi yang efektif dan kemudahan dalam memisahkannya dari larutan, perlu dilakukan modifikasi terhadap adsorben tersebut. Pada penelitian ini modifikasi dilakukan dengan menginteraksikan magnetit pada hidrotalsit. Magnetit merupakan golongan besi oksida yang memiliki ukuran partikel kecil, luas permukaan besar, efektif dalam mentrasfer massa dan memiliki sifat feromagnetik sehingga mudah ditarik oleh magnet eksternal (Handayani, 2013).

## 2. Metode Penelitian

### 2.1 Alat penelitian

Peralatan penunjang yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas standar, buret 50 mL, neraca analitik (Mettler Toledo Al-204), mortar dan alu, *magnetic stirrer*, ayakan fischer 200 mesh (75 µm), *syringe*, *shaker* (Velp Scientifica AM4), Oven (Fischer Scientific model 655F), oven gelombang mikro 800 watt (Machovka), teflon hidrotermal, penyaring Buchner dan pH meter (Horiba pH-meter F-52).

Peralatan analisis yang digunakan dalam penelitian ini adalah *X-ray Fluorescence* (XRF, Philips analytical tipe minimal 4) untuk mengidentifikasi komposisi kandungan logam pada sampel PCB, spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR, Shimadzu Prestige-21) untuk mengidentifikasi gugus fungsi material, difraktometer *X-Ray Diffraction* (XRD, Rigaku Multiflex 600), dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX, JEOL JSM-6510LA) untuk mengamati morfologi material, spektrofotometer serapan atom (AAS, Analytik Jena Contr AA 300) untuk menganalisis konsentrasi larutan.

### 2.2 Bahan penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain PCB komputer keluaran tahun 2000 dan bahan kimia produksi Merck dengan kemurnian analisis meliputi feri klorida

heksa hidrat ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), fero sulfat hepta hidrat ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ), aluminium nitrat ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), magnesium Nitrat ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), tembaga(II) klorida dihidrat ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ), larutan ammonium hidroksida ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ), asam klorida ( $\text{HCl}$ ), larutan standar Cu 1000 ppm, larutan Au standar 1000 ppm, larutan standar Fe 1000 ppm, aquades, dan gas nitrogen ( $\text{N}_2$ ).

## 2.3 Prosedur Kerja

### 2.3.1 Sintesis dan karakterisasi magnetit Mg/Al- $\text{NO}_3$ hidrotalsit (MHT)

Sintesis MHT dilakukan dengan menggunakan metode kopresipitasi. Sebanyak 6,40 g  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  dan 4,7 g  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 50 mL akuades bebas  $\text{CO}_2$  sehingga dihasilkan larutan yang mengandung  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Al}^{3+}$  dengan perbandingan mol 2:1. Sebanyak 0,325 g magnetit hasil sintesis dilarutkan ke dalam 25 mL akuades bebas  $\text{CO}_2$  kemudian dititrasi dengan 50 ml larutan yang mengandung  $\text{Mg}^{2+}$  dan  $\text{Al}^{3+}$  serta larutan  $\text{NaOH}$  1 M. Pengadukan dilakukan selama proses titrasi sambil dialirkan gas  $\text{N}_2$  hingga dicapai pH 10.. Larutan tersebut selanjutnya dihidrotermal pada temperatur 120 °C selama 5 jam, selanjutnya didinginkan hingga proses pengendapannya sempurna. Endapan dipisahkan dari larutannya menggunakan penyaring *Buchner*. Endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades bebas  $\text{CO}_2$  hingga pH netral. Endapan koloid yang masih mengandung air tersebut selanjutnya dikeringkan dalam oven pada temperatur 80 °C selama 12 jam. Padatan yang diperoleh digerus pada lumpang porselen dan diayak dengan ayakan *Fischer* 200 mesh. Karakterisasi padatan hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan XRD, FTIR dan SEM-EDX.

### 2.3.2 Optimasi pelindian logam Cu dari PCB

Sebanyak 0,6 g kepingan PCB dan 6 mL larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%- $\text{H}_2\text{SO}_4$  6 M (3:1 v/v) dimasukkan ke dalam teflon hidrotermal. Selanjutnya, teflon hidrotermal dipanaskan dalam gelombang mikro (proses pelindian) dengan variasi waktu 0, 5, 10, 15 dan 30 detik. Kandungan logam Cu yang diperoleh dari hasil pelindian dianalisis dengan AAS. Kondisi yang menghasilkan pelindian Cu terbanyak kemudian diulangi lima kali.

### 2.3.3 Pelindian logam emas dari PCB

Sebanyak 1 g PCB hasil pelindian dan 10 mL aquaregia dimasukkan ke dalam gelas beaker 50 mL dan ditutup dengan plastik *wrap*. Selanjutnya, pelindian dilakukan dengan menggunakan radiasi gelombang mikro dengan variasi waktu 0, 5, 10, 15 dan 30 detik dan daya 800 Watt. Kandungan logam Au yang diperoleh dari hasil pelindian dianalisis dengan AAS.

### 2.3.4 Karakterisasi MHT setelah adsorpsi

Sebanyak 0,01 g MHT digunakan untuk mengadsorpsi 10 mL larutan  $[\text{AuCl}_4]^-$  pada kondisi pH, waktu dan kondisi optimum. Selanjutnya adsorben dipisahkan dari filtratnya dengan menggunakan magnet eksternal. Endapan sisa penyaringan dikeringkan pada suhu 80 °C selama 2 jam. Padatan yang telah kering dikarakterisasi dengan spektrofotometer infra merah dan difraktometer sinar-X.

### 2.3.5 Kajian adsorpsi $[\text{AuCl}_4]^-$ hasil pelindian pada MHT

Sebanyak 10 mL larutan  $[\text{AuCl}_4]^-$  hasil pelindian dengan konsentrasi 25 ppm diatur keasamannya pada pH 3. Selanjutnya, larutan tersebut dimasukkan ke dalam botol *vial* kemudian ditambahkan 10 mg MHT. Larutan digojok pada waktu optimum yang diperoleh dari data adsorpsi larutan standar  $[\text{AuCl}_4]^-$  kemudian dipisahkan dengan menggunakan magnet eksternal. Konsentrasi  $[\text{AuCl}_4]^-$  dalam larutan diukur dengan AAS.

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Karakterisasi Kandungan Logam dalam PCB

PCB dipreparasi dengan pra-eksperimen untuk memisahkan komponen timah dan plastik pada komponen luarnya melalui proses pembakaran. PCB yang telah terpisah dari plastik dan timah selanjutnya dipotong dengan ukuran 5 mm<sup>2</sup>. Kandungan logam pada PCB tersebut selanjutnya dianalisis dengan XRF dan hasilnya ditunjukkan pada Tabel 1.

Hasil dari XRF pada Tabel 1 menunjukkan bahwa kandungan logam utama dalam PCB adalah Cu yaitu sebesar 32,2%. Hal ini sejalan dengan penelitian Birloaga (2013) yang melaporkan bahwa Cu merupakan logam terbanyak dalam PCB dengan konsentrasi Cu yang diperoleh sebesar 30,57%. Penurunan kandungan logam Cu setelah dilakukan pelindian dari 32,2% menjadi 16,7% menunjukkan bahwa proses pelindian dengan menggunakan asam oksidator ganda H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6 M dengan perbandingan volume 3:1 dapat digunakan dalam melarutkan logam Cu. Keberadaan logam Au dalam PCB tidak terdeteksi pada hasil XRF baik sebelum dan setelah pelindian dilakukan. Hal ini mengindikasikan bahwa konsentrasi Au dalam PCB yang dianalisis sangat kecil sehingga perlu analisis lain untuk mendeteksi keberadaan Au ya itu AAS.

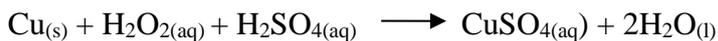
Tabel 1. Persentase kandungan logam dalam PCB

Logam	Konsentrasi (%)	
	Sebelum pelindian	Setelah pelindian
Al	1,90	2,60
Si	2,60	4,50
P	0,10	0,09
Ca	1,60	3,80
Ti	0,90	0,85
Fe	0,29	0,64
Ni	0,13	1,07
Cu	32,20	16,70
As	1,82	0,04
Br	13,70	21,20
Mo	11,90	11,40
Sn	8,16	13,70
Ba	28,80	16,19
Pb	9,54	4,70

#### 3.2 Kajian Pelindian Logam pada PCB dengan Asam Oksidator Ganda

##### 3.2.1 Pelindian logam Cu dari PCB

Terlepasnya logam Cu dari PCB diindikasikan dengan perubahan warna larutan menjadi warna biru prusi di dalam larutan yang diprediksi sebagai kompleks [Cu(H<sub>2</sub>O)<sub>6</sub>]<sup>2+</sup> (Alfanaar, 2014). Reaksi pelepasan logam Cu dengan asam oksidator H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebagai berikut:

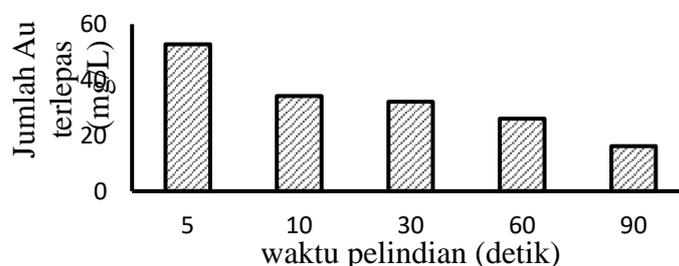


Pelepasan Cu terbanyak diperoleh pada waktu pelindian 5 detik yakni sebesar 15,07 x 10<sup>3</sup> mg/L. Secara keseluruhan dapat dikatakan bahwa jumlah pelepasan Cu terbanyak diperoleh pada waktu terendah yaitu 5 detik. Hal ini dimungkinkan karena pada waktu detik terendah optimasi pelindian dengan menggunakan asam oksidator lebih besar mengingat bahwa pada penggunaan gelombang mikro menghasilkan energi panas. Semakin lama waktu pelindian maka energi panas yang dihasilkan akan semakin besar pula. Asam oksidator H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

yang digunakan pada pelindian ini merupakan asam oksidator yang sangat mudah teroksidasi yang ditandai dengan pembentukan gas. Dengan demikian, semakin lama waktu pelindian maka gas yang dihasilkan akan semakin banyak sehingga kemampuan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dalam melepaskan logam Cu dari PCB akan berkurang.

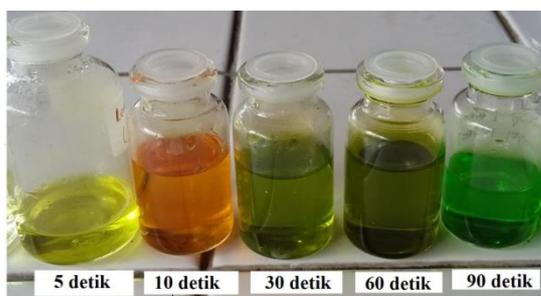
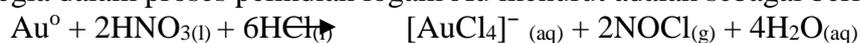
### 3.2.2 Pelindian logam Au dari PCB

Pelindian logam Au dari PCB dilakukan dengan menggunakan asam oksidator akua regia yang terdiri dari HCl pekat dan HNO<sub>3</sub> pekat dengan perbandingan volume 3:1. HNO<sub>3</sub> merupakan oksidator yang mengoksidasi Au(0) menjadi Au(III) sedangkan HCl merupakan penyedia ion klorida sebagai ligan pengompleks Au(III) dalam pembentukan [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>. Pelindian logam Au dengan menggunakan gelombang mikro membutuhkan waktu lebih singkat dalam melarutkan logam emas dibandingkan dengan metode maserasi<sup>[1]</sup>. Hasil analisis jumlah logam Au pada PCB yang terlarut ketika dilakukan pelindian ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh waktu pelindian terhadap pelepasan logam Au pada PCB sintesis

Gambar 1. menunjukkan bahwa pelindian logam Au terbanyak dengan menggunakan gelombang mikro terjadi pada waktu 5 detik yaitu sebesar 52,8 mg/L. Data menunjukkan bahwa semakin lama waktu pelindian maka jumlah logam Au yang terlepas dari PCB semakin sedikit. Pelindian logam dengan bantuan gelombang mikro membutuhkan waktu yang lebih singkat jika dibandingkan dengan metode perendaman. Alfanaar (2014) membutuhkan waktu 3 hari untuk memperoleh logam emas dari PCB. Hal ini dikarenakan gelombang mikro menghasilkan gelombang mikro yang dapat mempercepat terjadinya reaksi. Atom-atom yang menerima radiasi gelombang mikro akan berputar secara cepat dan menyebabkan tumbukan antar partikel lebih cepat terjadi. Metode pelindian dengan gelombang mikro lebih efisien dibandingkan dengan metode pemanasan biasa dan metode maserasi. Larutan hasil pelindian ditunjukkan pada Gambar 2. Adapun reaksi yang terjadi pada akua regia dalam proses pelindian logam Au menurut adalah sebagai berikut:

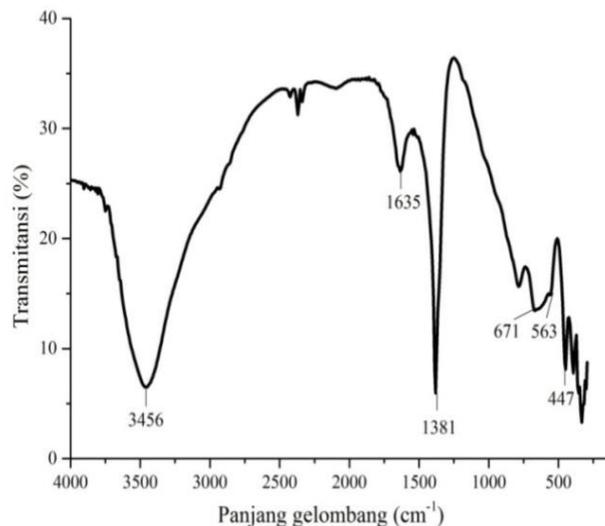


Gambar 2. Larutan hasil pelindian Au pada berbagai variasi waktu sintesis

### 3.2 Karakterisasi Magnetit Mg/Al-NO<sub>3</sub> Hidrotalsit (MHT)

#### 3.2.1 Karakterisasi MHT hasil sintesis dengan FTIR

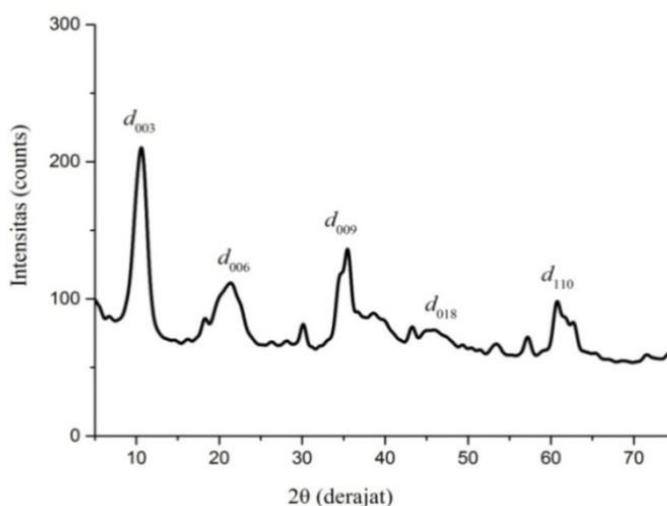
Hasil karakterisasi MHT menggunakan FTIR ditunjukkan pada Gambar 3. Gambar 3 menunjukkan bahwa adanya serapan kuat dan melebar pada bilangan gelombang 3456 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi ulur dari gugus hidroksi (OH<sup>-</sup>) dari gugus M-OH (Al-OH, Mg-OH dan Fe-OH) pada permukaan MHT dan dari molekul H<sub>2</sub>O yang mengisi daerah antar lapisnya. Adanya molekul air pada daerah antar lapis juga diperkuat dengan kemunculan serapan pada bilangan gelombang 1635 cm<sup>-1</sup> yang merupakan vibrasi tekuk OH. Kemunculan pita serapan yang relatif kuat pada panjang gelombang 1381 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetris dari anion nitrat (N=O). Selain itu, vibrasi tekuk dari NO<sub>3</sub> juga ditunjukkan oleh serapan pada panjang gelombang 671 cm<sup>-1</sup>. Hal ini menunjukkan bahwa anion NO<sub>3</sub><sup>-</sup> yang mengisi daerah antar lapis MHT berhasil disintesis dan tidak terdapat ion CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> yang muncul pada bilangan gelombang 1359-1369 cm<sup>-1</sup> (Kloprogge et al, 2004). Terbentuknya ikatan Mg-O-Al dikonfirmasi dengan munculnya serapan pada panjang gelombang 447 cm<sup>-1</sup>. Munculnya serapan pada panjang gelombang 563 cm<sup>-1</sup> menunjukkan terbentuknya ikatan Al-OH atau Mg-OH.



Gambar 3. Spektra IR MHT hasil sintesis

#### 3.3 3.2.2 Karakterisasi MHT hasil sintesis dengan XRD

Pada difraktogram padatan MHT (Gambar 4) terdapat tiga puncak utama karakteristik yang ditunjukkan oleh bidang basal spacing  $d_{003}$ ,  $d_{006}$  dan  $d_{009}$  yang memiliki intensitas relatif tinggi pada sudut difraksi ( $2\theta$ ): 10,66; 19,99 dan 35,56° yang bersesuaian dengan harga  $d$  sebesar 8,29; 4,43 dan 2,52 Å. Data ini dibandingkan dengan data JCPDS (Joint Committee Diffraction Standard) untuk mengetahui kesesuaian MHT yang berhasil disintesis. Kemiripan data JCPDS dengan MHT hasil sintesis ditemukan pada JCPDS No.14-191 dengan harga basal spacing  $d_{003} = 7,69$ ,  $d_{006} = 3,88$  dan  $d_{009} = 2,58$  Å dan JCPDS No.41-1428 dengan harga basal spacing  $d_{003} = 7,84$ ,  $d_{006} = 3,91$  dan  $d_{009} = 2,51$ . Kedua data JCPS ini merupakan standar hidrotalsit dengan rumus Mg<sub>6</sub>Al<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>(OH)<sub>16</sub>.4H<sub>2</sub>O.

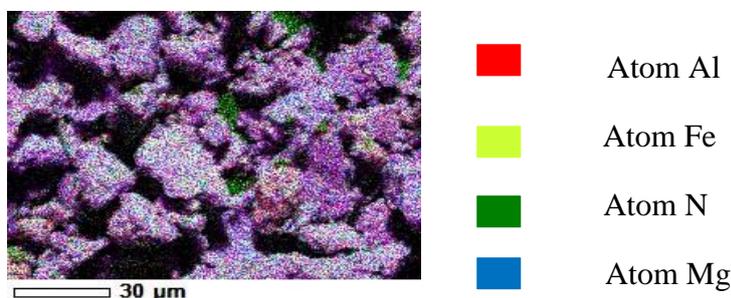


Gambar 4. Difraktogram MHT hasil *sintesis*

### 3.2.3 Karakterisasi MHT menggunakan SEM-EDX

Karakterisasi menggunakan SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui komposisi atom penyusun MHT. Hasil analisis menunjukkan bahwa semua atom utama penyusun material terdeteksi berada di dalam sampel. Persentase masing-masing atom adalah Fe 3,83%; N 7,17%; Al 7,03%, Mg 14,61% dan O 57,84%. Data tersebut menunjukkan keberadaan atom O dengan persentase mayoritas disusul oleh Mg, N, Al dan Fe. Adanya nanopartikel Fe dalam jumlah yang kecil dalam sampel mengindikasikan bahwa material MHT telah berhasil disintesis.

Gambar 5 menunjukkan bahwa permukaan hidrotalsit didominasi oleh logam Al dan Mg yang membentuk lapisan hidrotalsit yang ditandai dengan munculnya warna keunguan pada hasil pemetaan sebagai akibat dari perpaduan warna merah yang mewakili logam Al dan warna biru yang mewakili logam Mg. Keberadaan atom N yang mewakili anion nitrat hanya sebagian kecil saja yang teramati pada permukaan MHT. Hal ini memperkuat bahwa keberadaan anion nitrat berada di dalam daerah antar lapis. Gambar 5 menunjukkan bahwa keberadaan atom Fe yang mewakili magnetit tersebar merata pada material MHT akan tetapi hanya sedikit saja yang dijumpai pada permukaan MHT. Hal tersebut mengindikasikan bahwa magnetit yang telah didispersikan pada Ht berada di dalam daerah antar lapis MHT.



Gambar 5. Pemetaan dari material MHT

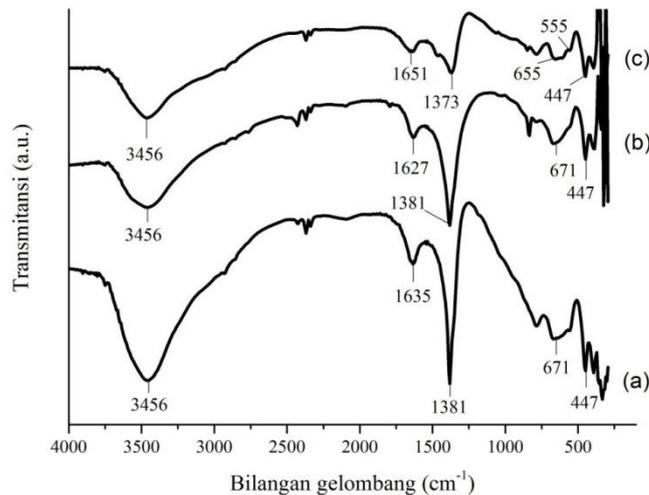
### 3.4 Kajian Adsorpsi $[\text{AuCl}_4]^-$ Hasil Pelindian PCB

Kapasitas adsorpsi  $[\text{AuCl}_4]^-$  dari larutan hasil pelindian PCB lebih rendah jika dibandingkan dengan kapasitas adsorpsi pada larutan emas standar yaitu sebesar 42,85%

sedangkan pada larutan emas standar sebesar 62,84% . Hal ini dimungkinkan karena penambahan NaOH pada larutan hasil pelindian ketika mengatur pH larutan menjadi pH 3 membentuk garam NaCl. Pembentukan garam yang ditunjukkan dengan endapan putih ini disebabkan oleh penambahan NaOH yang sangat banyak karena pH larutan hasil pelindian sangat asam (pH = -1,13). Pembentukan garam NaCl ini diprediksi mengurangi jumlah ion  $\text{Cl}^-$  yang dibutuhkan dalam membentuk kompleks  $[\text{AuCl}_4]^-$  sehingga konsentrasi  $[\text{AuCl}_4]^-$  dalam larutan lebih sedikit karena terjadinya reaksi persaingan  $\text{Cl}^-$  dalam membentuk NaCl dengan  $[\text{AuCl}_4]^-$ .

### 3.5 Karakterisasi MHT Setelah Adsorpsi $[\text{AuCl}_4]^-$ hasil pelindian PCB dan Setelah Desorpsi Kembali $[\text{AuCl}_4]^-$ dari MHT

Gambar 6 menunjukkan spektra FTIR MHT setelah adsorpsi dan desorpsi  $[\text{AuCl}_4]^-$  hasil pelindian PCB. Perubahan spektra inframerah ditunjukkan dengan adanya penurunan intensitas pada daerah serapan  $3456\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan pengurangan vibrasi ulur gugus hidroksi pada permukaan MHT dan dari molekul  $\text{H}_2\text{O}$  yang terdapat di daerah antar lapisnya. Pengurangan pita serapan anion penyeimbang nitrat juga terjadi pada daerah serapan  $1381$  dan  $671\text{ cm}^{-1}$  sebagai serapan karakteristik pada vibrasi ulur  $\text{N}=\text{O}$  dan  $\text{NO}_3^-$  berturut-turut. Pengurangan pita serapan yang terjadi pada MHT setelah adsorpsi diinterpretasikan sebagai pengurangan anion nitrat pada daerah antar lapis MHT. Hal tersebut diindikasikan sebagai akibat dari pengusiran anion  $\text{NO}_3^-$  karena keberadaan ion  $[\text{AuCl}_4]^-$  yang sudah maksimum teradsorpsi pada permukaan MHT. Pergeseran bilangan gelombang setelah desorpsi pada daerah serapan  $1381$  menjadi  $1373\text{ cm}^{-1}$  dan  $671$  menjadi  $655\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya adanya pertukaran ion antara ion nitrat dengan hidroksida sebagai agen pendesorpsi.

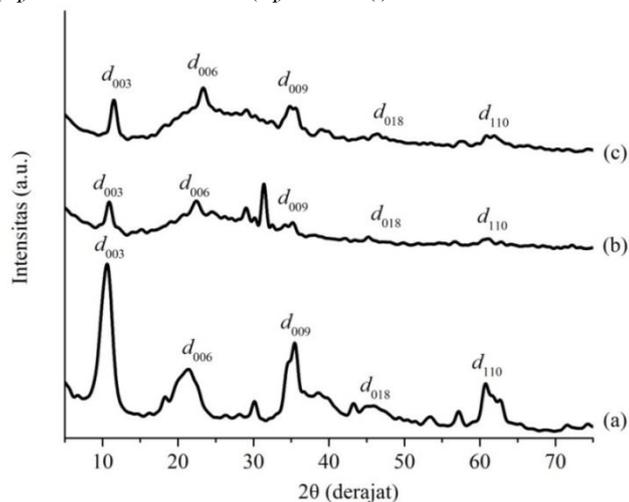


Gambar 6 Karakteristik IR MHT (a) Sebelum adsorpsi (b) setelah adsorpsi  $[\text{AuCl}_4]^-$  hasil pelindian PCB (c) setelah desorpsi  $[\text{AuCl}_4]^-$  hasil pelindian PCB

### 3.6 Karakterisasi MHT setelah adsorpsi-desorpsi ion $[\text{AuCl}_4]^-$ hasil pelindian PCB dengan difraktometer sinar-X

Hasil karakterisasi padatan MHT setelah adsorpsi dan desorpsi larutan  $[\text{AuCl}_4]^-$  hasil pelindian PCB ditunjukkan pada Gambar 7. Profil difraktogram MHT setelah adsorpsi ion  $[\text{AuCl}_4]^-$  hasil pelindian PCB menunjukkan adanya keberadaan puncak yang sangat tinggi pada sudut difraksi ( $2\theta$ )  $31,82^\circ$  yang bersesuaian dengan harga  $d=2,84\text{ \AA}$ . Puncak ini merupakan puncak dari garam NaCl yang bersesuaian dengan data JCPDS No. 00-001-

0993. Garam NaCl tersebut muncul sebagai hasil reaksi antara aqua regia sebagai pelarut logam Au dari PCB dengan NaOH yang digunakan dalam mengatur pH larutan menjadi pH 3. NaOH yang ditambahkan ke dalam larutan emas cukup banyak mengingat aqua regia yang digunakan merupakan campuran dari asam pekat HCl dan HNO<sub>3</sub>. Adapun reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Gambar 7 Difraktogram MHT (a) sebelum adsorpsi, (b) setelah adsorpsi dan (c) setelah desorpsi larutan [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> hasil pelindian PCB

Karakterisasi pada Gambar 7 tidak menunjukkan adanya puncak karakteristik emas. Hal ini dimungkinkan sedikitnya [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> yang teradsorpsi. Selain itu Au dalam larutan masih dalam bentuk ion Au(III) bukan Au(0) mengingat bahwa tidak ada agen pereduksi yang digunakan pada penelitian ini. Dengan demikian, puncak karakterisasi Au(0) tidak muncul pada hasil XRD. Pada difraktogram hasil adsorpsi terlihat bahwa intensitas puncak dari kristal MHT mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena garam NaCl yang terbentuk menutupi MHT sehingga kristalinitasnya menurun.

#### 4. Kesimpulan

Pelepasan logam pada proses pelindian logam Cu dengan menggunakan asam oksidator ganda H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 6 M dan logam Au menggunakan aqua regia dari limbah PCB optimum terjadi pada waktu 5 detik dengan menggunakan gelombang mikro 800 Watt. Kapasitas adsorpsi [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> dari larutan hasil pelindian PCB lebih rendah jika dibandingkan dengan kapasitas adsorpsi pada larutan emas standar yaitu sebesar 42,85% sedangkan pada larutan emas standar sebesar 62,84%

#### Daftar Pustaka

- Alfanaar, R., 2014, Studi Adsorpsi dan Desorpsi Reduktif pada Pembentukan Nanopartikel Emas dari Printed Circuit Boards, *Tesis*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Al-Harashseh dan Kingman, S. W., 2004. Microwave-assisted leaching a review, *Hydrometallurgy*, 73, 189-203.
- Bejoy, N., 2001, Hydrotalcite: The Clay that Cures, *Resonance*, 6, 57-61.
- Birloaga, I., De Michelis, I., Ferella, F., Buzatu, M., and Vegliò, F., 2013, Study on The Influence of Various Factors in The Hydrometallurgical Processing of Waste Printed Circuit Boards for Copper and Gold Recovery, *Waste Manage.*, 33, 935-941.

- Gramatyka, P., Nowesielki, R., and Sakiewicz P., 2007. Recycling of Waste Electrical and Electronic Equipment. *J. Achievements Mater. Manufacturing Engineering*, 20, 535-538
- Handayani, N. W. D., 2013, Sintesis Magnetit Mg/Al-NO<sub>3</sub> Hidrotalsit (UMHT) dengan bantuan metode sonokimia dan aplikasinya sebagai adsorben [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>, *Skripsi*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Huang, K., Guo, J., and Xu, Z., 2009, Recycling of Waste Printed Circuit Boards: A Review of Current Technologies and Treatment Status in China. *J. Hazard. Mater.*, 164, 399-408.
- Ikhsan, N. A., 2011, Kajian Adsorpsi-Desorpsi [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup> pada Mg /Al Hidrotalsit, *Tesis*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Kloprogge, J. T., Hickey, L., and Frost, R. L., 2004, The Effects of Synthesis pH and Hydrothermal Treatment on the Formation of Zinc, *Journal of Solid State Chemistry*, 177, 4047
- Parajuli, D., Adhikari, Chaitanya, R., Kawakita, H., Kajiyama, K., and Ohto, K., 2007, Persimmon Peel Gel for the Selective Recovery of Gold, *Hidrometallurgy*, 87, 133-139.
- Wang, S., Qian, K., Bi, X., and Huang, W., 2009, Influence of Speciation of Aqueous H<sub>2</sub>AuCl<sub>4</sub> on the Synthesis, Structure, and Property of Au Colloids, *J. Phys. Chem.*, 340, 6505-6510.
- Wihadi, M. N. K., 2014, Hidrotalsit Mg-Al-NO<sub>3</sub> Sebagai Adsorben Untuk Pungut Ulang Logam Emas Dari Larutan [AuCl<sub>4</sub>]<sup>-</sup>, *Tesis*, Jurusan Kimia FMIPA UGM, Yogyakarta.