

STUDY OF THE GOLD EKSTRACTION USING TETRA *N*-BUTIL AMMONIUM CHLORIDE-CHLOROFORM

Studi Ekstraksi Emas Menggunakan Tetra *n*-Butil Amonium Klorida-Kloroform

YULI PUSPITO RINI

Faculty of Education, Lambung Mangkurat University, Banjarmasin

AGUS KUNCAKA, NGATIDJO HADIPRANOTO

Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, GMU, Yogyakarta

ABSTRACT

The existence of the AuCl_4^- ion in the solution as the function of pH before performing the extraction of gold in the system of tetra *N*-butylammonium chloride (TBACl) -chloroform has been studied. The experimental data showed that AuCl_4^- ion was hydrolyzed at pH 5 – 10 and, an amorf dark-brown precipitate was appeared at pH 11 - 14. Amount of gold in the solution at pH 14 before extraction was around 70%.

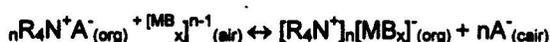
Study of the extraction has been carried out by investigating the influence of pH and TBACl concentration on the extraction efficiency. The experimental result indicated that TBACl was very efficient extractant for the extraction of gold from aqueous halide with the efficiency higher than 99%. The extraction of Gold in the TBACl-chloroform was effective at pH 0-4 with minimum concentration of TBACl 10^{-3} M, and the calculated K_{eks} (extraction constant) was 5.07×10^{-4} .

Key words: Extraction, extraction efficiency, extraction constant.

PENDAHULUAN

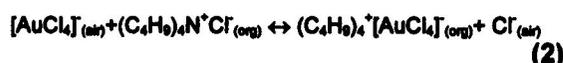
Ekstraksi pelarut merupakan salah satu metode pemisahan yang sederhana dan populer, karena pemisahan ini dapat dilakukan baik dalam tingkat makro maupun mikro serta tidak memerlukan alat yang canggih kecuali corong pemisah [6], oleh karena itu metode ini masih dikembangkan baik dalam skala laboratorium maupun dalam skala industri [2,5].

Sistem ekstraksi dengan amina telah dipelajari secara luas dan telah dilaporkan oleh banyak peneliti. Bagian yang terpenting yang ada kaitannya dengan penelitian ini adalah studi tentang halida amonium kuaterner. Tetra *N*-butilamonium klorida (TBACl) adalah salah satu ekstrakтан yang termasuk golongan garam-garam amonium kuaterner (R_4N^+). Good, dkk (1970) melaporkan bahwa haloda amonium kuaterner sebagai ekstrakтан pada ekstraksi ion logam dari media halida berair akan lebih efisien daripada amina sekunder dan tersier. Hal ini disebabkan karena mekanisme reaksinya adalah asosiasi ion atau penukar ion yang menghasilkan spesi netral, di mana senyawa-senyawa amonium kuaterner akan sebanding dengan muatan kompleks logam anion. Mekanisme ekstraksi digambarkan sebagai berikut:



(1)

Bila ion AuCl_4^- diekstraksi dengan amonium kuaterner pada kondisi tertentu, yang antara lain konsentrasi reaktan, keasaman media reaksi, temperatur dan waktu ekstraksi yang sesuai, maka akan terjadi pertukaran anion di dalam larutan, di mana anion Cl^- pada TBACl didistribusikan oleh anion AuCl_4^- membentuk tetra *N*-butilamonium-tetrakloroaurat (III) dalam fasa organik seperti yang digambarkan dalam persamaan di bawah ini:



(2)

Secara umum ekstraksi logam dengan garam amonium kuaterner sebagai penukar anion reaksinya dapat dituliskan sebagai berikut:



(3)

Perbandingan distribusinya (D) adalah:

$$D = \frac{[\text{R}_4\text{N}^+\text{Y}^-(\text{org})]}{[\text{Y}^-(\text{air})]}$$

(4)

Konstanta ekstraksi (K_{eks}) adalah:

$$K_{\text{eks}} = \frac{[\text{R}_4\text{N}^+\text{Y}^-(\text{org})][\text{X}^-]}{[\text{Y}^-(\text{air})][\text{R}_4\text{N}^+\text{X}^-(\text{org})]}$$

(5)

Dengan mensubstitusikan persamaan (4) ke dalam persamaan (5) maka akan diperoleh persamaan sebagai berikut:

$$K_{\text{eks}} = D \frac{[X^-]_{(\text{air})}}{[R_4N^+X^-]_{(\text{org})}} \quad (6)$$

atau

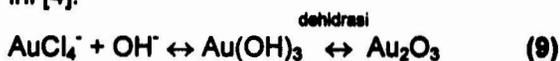
$$D = K_{\text{eks}} \frac{[R_4N^+X^-]_{(\text{org})}}{[X^-]_{(\text{air})}} \quad (7)$$

Bila diambil harga logaritmanya maka persamaan (7) menjadi sebagai berikut:

$$\log D = \log K_{\text{eks}} + \log [R_4N^+X^-]_{(\text{org})} - \log [X^-]_{(\text{air})} \quad (8)$$

Dari persamaan (8) dapat dipelajari hubungan log D versus log $[R_4N^+X^-]_{(\text{org})}$ pada $[X^-]_{(\text{air})}$ tetap, dimana harga slope yang dihasilkan menunjukkan banyaknya molekul $[R_4N^+X^-]_{(\text{org})}$ yang berkaitan dengan kompleks logam anion membentuk kompleks logam tidak bermuatan. Sedangkan dari grafik hubungan log D versus log $[X^-]_{(\text{air})}$ pada konsentrasi ligan $[R_4N^+X^-]_{(\text{org})}$ konstan, harga slope yang dihasilkan menunjukkan banyaknya jumlah anion yang berasosiasi membentuk kompleks netral [7,8].

Dalam penelitian ini menggunakan sampel kristal $(AuCl_4)3H_2O$ dari Merck, dimana dalam lingkungan asam klorida akan membentuk $AuCl_4^-$ yang stabil. Tetapi dalam lingkungan basa akan membentuk $Au(OH)_3$ yang selanjutnya akan mengalami dehidrasi membentuk oksida emas Au_2O_3 seperti yang digambarkan dalam persamaan reaksi berikut ini [4]:



Oleh karena itu perlu dilakukan optimasi guna mengetahui pH optimum emas dalam larutan, disamping itu pada waktu ekstraksi emas dengan garam tetra *N*-butilamonium, pada suasana basa akan terbentuk $R_4N^+OH^-$ dalam larutan sehingga efisiensi ekstraksi menjadi rendah. Oleh karena itu, perlu dilakukan optimasi untuk mengetahui pengaruh pH terhadap prosentase ekstraksi emas dengan garam tetra *N*-butilamonium.

Prosentase ekstraksi (%E) adalah perbandingan konsentrasi zat hasil ekstraksi dengan konsentrasi zat mula-mula, dikalikan 100%.

$$\%E = \frac{[S]_o \cdot V_o}{[S]_o \cdot V_o + [S]_a \cdot V_a} \times 100\% \quad (10)$$

dalam hal ini,

%E = prosentase ekstraksi (%)

$[S]_o$ = solut fasa organik (mol/l)

$[S]_a$ = solut fasa air (mol/l)

V_o = volume fasa organik (ml)

V_a = volume fasa air (ml)

EKSPERIMEN

Penentuan konsentrasi emas awal

Dibuat sederet larutan emas yang volumenya masing-masing 10 ml dengan konsentrasi 50 ppm dan ditempatkan dalam gelas piala (diketahui pH awal larutan emas 2,5). Larutan emas tersebut diatur pHnya dari 0 hingga 14 dengan menggunakan alat pH meter.

Untuk membuat pH yang lebih rendah (0, 1 dan 2) larutan ditetesi sedikit demi sedikit dengan HCl pekat 0,1M atau 5M, disesuaikan dengan kondisi pH larutan dan batas pH yang diinginkan. Untuk membuat pH yang lebih besar (3, 4, 5 ...) ke dalam larutan ditetesi sedikit demi sedikit larutan NaOH 0,1M atau yang lebih pekat (misalnya 1, 3, 5 M) disesuaikan dengan kondisi pH larutan dan batas pH yang diinginkan. Volume larutan asam atau basa yang ditambahkan diusahakan seminimum mungkin. Kemudian larutan yang telah diatur pHnya, dianalisis kandungan emasnya dengan AAS guna menentukan konsentrasi awal larutan emas.

Penentuan pH optimum

Sederet larutan emas yang volumenya masing-masing 10 ml dengan konsentrasi 50 ppm diatur pHnya (0, 1, 2, 3, ... 14). Kemudian tiap-tiap volume ditambah 10 ml larutan TBACl 0,1M. Larutan diaduk dengan pengaduk magnet secara serentak dengan kecepatan yang sama (400 rpm) selama 15 menit, selanjutnya larutan dipisahkan dengan menggunakan corong pisah. Fasa airnya dianalisis dengan AAS untuk mengetahui konsentrasi emas yang masih tertinggal.

Konsentrasi emas yang ada dalam fasa organik dapat diketahui dengan mengurangi konsentrasi emas awal dengan konsentrasi emas dalam fasa air.

Penentuan konsentrasi TBACl optimum

Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi TBACl pada ekstraksi emas dilakukan percobaan, dengan membuat sederet larutan TBACl yang konsentrasinya bervariasi. Variasi konsentrasi TBACl tersebut (10^{-5} , 10^{-4} , 10^{-3} dan 10^{-2}) dibuat dengan cara mengencerkan larutan induk dengan kloroform. Disamping itu, sederet larutan emas dibuat dalam erlenmeyer masing-masing dengan volume 10 ml dan konsentrasi 50 ppm, pada pH optimum 1, kemudian larutan tersebut diekstraksi dengan 10 ml

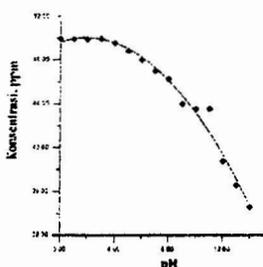
larutan TBACl dengan konsentrasi yang bervariasi. Ekstraksi dilakukan dengan cara mengaduk secara serentak dengan pengaduk magnet selama 15 menit dengan kecepatan yang sama. Selanjutnya masukkan campuran larutan ke dalam corong pisah dan didiamkan hingga timbul dua lapisan cairan. Kedua lapisan dipisahkan, emas yang tertinggal dalam fasa air dianalisis dengan AAS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh pH terhadap konsentrasi emas

Dari hasil pengamatan menunjukkan bahwa ternyata pH mempunyai pengaruh yang cukup besar terhadap konsentrasi emas (lihat Gambar 1). Dengan adanya perubahan harga pH, maka konsentrasi emas yang mula-mula 50 ppm mengalami perubahan, semakin tinggi pH maka konsentrasi emas di dalam larutan menjadi semakin berkurang/menurun. Konsentrasi emas relatif stabil pada pH sekitar 0-4, pada pH di atas 4 larutan emas berubah warna dari kuning jernih menjadi tidak berwarna, sedangkan pada pH 11-14 larutan tidak lagi berwarna jernih, melainkan jernih kehitaman atau kecoklatan karena terbentuknya endapan oksida emas.

Cotton dan Wilkinson (1988) mengemukakan bahwa penambahan basa pada larutan AuCl_4^- menghasilkan suatu endapan $\text{Au}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ yang berwarna coklat dan amorf.



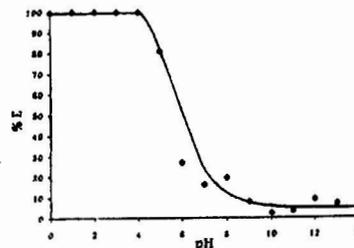
Gambar 1. Pengaruh pH terhadap konsentrasi emas

Hal ini berarti bahwa apabila penambahan basa ke dalam larutan emas konsentrasinya semakin besar, maka akan terbentuk endapan oksida emas dalam jumlah yang semakin besar pula, sehingga pada pH 14 konsentrasi emas di dalam larutan menjadi $\pm 30\%$ lebih rendah bila dibanding konsentrasi emas awal.

Ekstraksi emas dengan TBACl-kloroform

Dari hasil penelitian menunjukkan bahwa pada pH 0-4 prosentase ekstraksi yang diperoleh adalah maksimal (lihat Gambar 2),

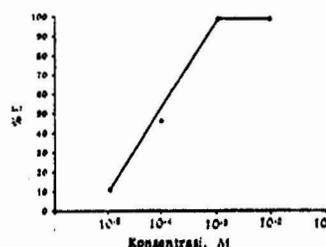
sedangkan pada pH yang lebih tinggi, persentase ekstraksi menurun dengan tajam.



Gambar 2. Pengaruh pH terhadap persentase ekstraksi (%E) pada ekstraksi emas dengan TBACl-kloroform.

Hal ini disebabkan karena pada suasana alkalis ion AuCl_4^- di dalam larutan terhidrolisis menjadi $\text{Au}(\text{OH})_3$ yang tidak terekstrak ke dalam TBACl-kloroform. Selain itu kemungkinan terjadi juga kompetisi antara ion AuCl_4^- yang masih tersisa dengan ion OH^- dalam usahanya untuk berikatan dengan R_4N^+ , sehingga pada pH tinggi yang terekstrak ke dalam fasa organik bukan $\text{R}_4\text{N}^+(\text{AuCl}_4^-)$, melainkan $\text{R}_4\text{N}^+\text{OH}^-$.

Selain mempelajari pengaruh pH, dipelajari juga pengaruh konsentrasi ekstrak terhadap efisiensi ekstraksi. Dari hasil pengamatan (lihat Gambar 3), semakin besar konsentrasi TBACl maka akan semakin besar pula efisiensi ekstraksinya. Hal ini berarti semakin banyak emas yang terekstrak ke dalam fasa organik membentuk $(\text{R}_4\text{N})^+(\text{AuCl}_4^-)$. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa konsentrasi TBACl yang digunakan untuk mengekstraksi 10 ml larutan emas 50 ppm agar emas mampu terekstrak maksimal ke dalam fasa organik diperlukan 10 ml larutan TBACl dengan konsentrasi minimal 0,001 M.



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi TBACl terhadap %E dalam ekstraksi emas dengan TBACl-kloroform.

Selanjutnya dari hasil perhitungan dapat ditentukan harga perbandingan distribusinya

(D) dan log D yang disajikan dalam tabel di bawah ini.

Tabel 1. Harga D dan log D pada ekstraksi 10 ml larutan emas 50 ppm dengan 10 ml TBACl-kloroform, konsentrasi bervariasi dan pH=1

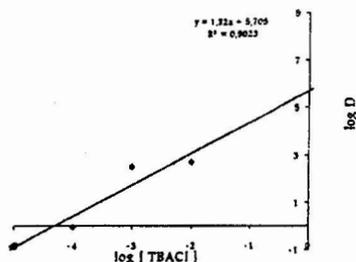
TBACl (M)	Au dalam fasa air (ppm)	Au dalam fasa organik (ppm)	D	Log D
1.10 ⁻⁵	43,69	6,30	0,14	-0,85
1.10 ⁻⁴	25,89	24,10	0,93	-0,03
1.10 ⁻³	0,15	49,84	332,27	2,52
1.10 ⁻²	0,10	49,89	498,90	2,70

Dengan mengacu pada persamaan (9) maka hubungan antara log D dan log [TBACl] dapat dituliskan seperti di bawah ini:

$$\log D = \log \frac{K_{eks}}{[Cl^-]} + \log [TBACl] \quad (11)$$

Dengan demikian berdasarkan persamaan (11) dapat dibuat kurva log D versus log [TBACl] seperti yang disajikan pada Tabel 4.

Dari gambar tersebut diperoleh kurva berupa garis lurus dengan arah garis positif dan mempunyai persamaan garis sebagai berikut: $y = 1,32x + 5,705$; r (koefisien korelasi) = 0,9499; slope = 1,32. Berdasarkan persamaan garis tersebut diperoleh harga slope mendekati 1 (satu), hal ini menunjukkan banyaknya molekul TBACl yang berikatan dengan $(AuCl_4)^-$ atau setiap satu ion klorida (Cl^-) dari TBACl tersubstitusi



Gambar 4. Hubungan log D dengan log [TBACl] pada ekstraksi emas dengan TBACl-kloroform.

(mengalami penukaran ion) dengan satu ion $(AuCl_4)^-$ membentuk kompleks tidak bermuatan $R_4N^+AuCl_4^-$ dalam kloroform.

Dari persamaan $\log D = f[\log(TBACl)]$ diperoleh harga intersep sama dengan 5,705, sehingga harga K_{eks} dapat dihitung sebagai berikut:

$$\log \frac{K_{eks}}{[Cl^-]} = 5,705$$

Pada penelitian ini konsentrasi Cl^- dianggap konstan (0,1M) dan perhitungan K_{eks} dilakukan hanya dengan memvariasi konsentrasi TBACl, sehingga diperoleh harga $K_{eks} \approx 5,07 \cdot 10^4$.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan perhitungan dapat ditarik kesimpulan bahwa:

- Keberadaan ion $AuCl_4^-$ di dalam larutan sebelum larutan dilakukan ekstraksi merupakan fungsi pH. Ion $AuCl_4^-$ stabil pada pH 0-4, mulai terhidrolisis pada pH > 4 dan pada pH 11-14 terbentuk endapan amorf berwarna coklat kehitaman dari oksida emas.
- TBACl adalah ekstrak yang sangat efisien untuk mengekstraksi emas dari media halida berair dengan efisiensi ekstraksi >99%.
- Ekstraksi emas dengan TBACl-kloroform efektif dilakukan pada pH 0-4 dengan konsentrasi TBACl minimum 10^{-3} M.
- Besarnya harga konstanta ekstraksi (K_{eks}) pada ekstraksi emas dengan TBACl-kloroform adalah $5,07 \cdot 10^4$.

DAFTAR PUSTAKA

- Anil, K.D.E., Schripad, M., Khopkar, S.M., dan Chalmers, R.S., 1970, *Solvent Extraction of Metals*, Van Nostrand Reinhold Company, London.
- Brown, T.L., LeMay, H.E., dan Bursten, B.E., 1997, *Chemistry The Central Science*, Edisi ketujuh, Prentice Hall International, Inc., New York.
- Cotton, F.A., dan Wilkinson, G., 1980, *Advanced Inorganic Chemistry*, Edisi keempat, John Wiley & Sons, New York, 966-980.
- Lee, J.D., 1991, *Concise Inorganic Chemistry*, Edisi keempat, Chapman & Hall, New York.
- Parker, S.P., 1983, *McGraw-Hill Encyclopedia of Chemistry*, Mc Graw Hill Company, New York, 425-428.
- Pecsoc, R.L., Shields, L.D., Cairns, T., dan McWilliam, I.G., 1976, *Modern Methods of Chemical Analysis*, Edisi kedua, John Wiley & Sons, New York.
- Saptohardjo, A., dan Nurhadi, A., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik* (terjemahan dari Khopkar, S.M., 1985, Basic Concepts of Analytical Chemistry), UI Press, Jakarta.
- Welcher, F.J., 1964, *Organic Analytical Reagents*, Edisi pertama, Vol. 3, D. Va Nostrand Company, Inc., New York.