



PROSIDING

SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011



MAKALAH PENDAMPING

KIMIA ANORGANIK
(Kode : D-04)

ISBN : 978-979-1533-85-0

KAJIAN ADSORPSI-DESORPSI Au(III) DALAM SISTEM Au/Cu/Ag PADA KOLOM HIBRIDA MERKAPTO-SILIKA

Nurma Yunita Indriyanti^{1,1,*}, Nuryono² dan Narsito²

¹ Mahasiswa Program Studi Master Ilmu Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada

¹ Pend. Kimia PMIPA, FKIP, Universitas Sebelas Maret Solo, Indonesia

² Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

* Keperluan korespondensi, telp : +628156674227, email: nurma147@uns.ac.id

Abstrak

Dalam penelitian ini telah dilakukan kajian adsorpsi-desorpsi ion Au(III) dalam sistem multilogam Au/Cu/Ag pada hibrida merkaptosilika (HMS) dalam teknik kolom ekstraksi fase padat. Hibrida merkaptosilika disintesis melalui proses sol-gel dari natrium silikat yang merupakan hasil peleburan abu sekam padi. HMS dibuat dengan menambahkan HCl 3M pada campuran natrium silikat dan 3-(trimetoksilil)-1-propanol (TMSP) sampai pH 7 (netral). Karakterisasi HMS dilakukan dengan spektroskopi inframerah (FTIR) dan difraktometer sinar-X (XRD). Adsorpsi dan desorpsi ion logam dilakukan dalam sistem kolom ekstraksi fase padat. Ion logam Au, Cu, dan Ag yang teradsorpsi dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) berdasarkan selisih konsentrasi logam sebelum dan setelah adsorpsi. Desorpsi dilakukan dengan eluen larutan tiourea dalam HCl dengan konsentrasi yang berbeda. Total logam terdesorpsi dihitung berdasarkan hasil analisis eluat dengan SSA. Hasil karakterisasi dengan FTIR menunjukkan keberhasilan pembuatan HMS dengan munculnya serapan dari gugus fungsional : gugus metilen (-CH₂-), tiol (-SH), silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si). HMS mempunyai struktur amorf sesuai dengan data XRD. Larutan multilogam Au/Cu/Ag 10 ppm sebanyak 10 ml diadsorpsi pada 0,5 g HMS dengan pengulangan 3 (tiga) kali dan dielusi menggunakan larutan tiourea dalam HCl 10 ml dengan tiga kali elusi. Hasil adsorpsi menunjukkan bahwa ketiga ion logam teradsorpsi hampir sempurna pada hibrida merkaptosilika dalam kolom ekstraksi fase padat. Untuk desorpsi multilogam Au/Cu/Ag, Au(III) yang dielusi dengan menggunakan tiourea 1M dalam HCl 0,5M sebanyak 82,88% sedangkan dengan eluen tiourea 1M dalam HCl 1M sebanyak 97,40%.

Kata Kunci: adsorpsi, desorpsi, emas, silika, solid phase extraction

PENDAHULUAN

Saat ini telah banyak ditemukan material baru yang mempunyai kegunaan sebagai adsorben, disamping untuk berbagai keperluan lain. Untuk bahan jenis anorganik misalnya, telah banyak disintesis senyawa oksida logam dengan karakteristik tertentu, seperti zeolit, lempung terpillar, silika gel dan lain-lain yang selain dapat digunakan sebagai adsorben bisa digunakan sebagai katalisator, penukar ion dan lain-lain. Penggunaan bahan-bahan anorganik relatif lebih

menguntungkan dibandingkan dengan bahan organik karena kestabilan yang tinggi terhadap mekanik, temperatur, dan pada berbagai kondisi keasaman. Diantara bahan anorganik tersebut, silika gel paling banyak digunakan. Silika gel adalah padatan anorganik yang mempunyai gugus silanol (Si-OH) dan gugus siloksan (Si-O-Si) di permukaan dan mempunyai luas permukaan yang besar.

Proses sintesis silika gel dari abu sekam padi dapat menghasilkan bahan yang lebih menguntungkan

dibandingkan bahan dasar pasir kuarsa. Di samping kandungan silika yang tinggi, abu sekam padi bersifat amorf sehingga tidak membutuhkan suhu tinggi untuk peleburannya dan tidak memerlukan waktu yang lama. Pertanian di Indonesia menghasilkan hasil samping sekam padi yang melimpah, oleh karena itu abu sekam padi dapat dimanfaatkan sebagai sumber alam yang cukup berpotensi untuk menjadi bahan adsorben yang efektif dan selektif. Nuryono, dkk (2004) telah melakukan pembuatan silika gel dari abu sekam padi dengan kandungan silika sebesar 97,96%. Kandungan silika gel yang tinggi pada sekam padi, kemudian dimanfaatkan untuk pembuatan silika gel. Material berbasis silika yang sekarang banyak dikembangkan, seperti silika gel dan zeolit mengalami banyak modifikasi dalam situs aktifnya yang bertujuan untuk meningkatkan kemampuannya sebagai adsorben dalam proses adsorpsi. Metode adsorpsi umumnya berdasarkan interaksi ion logam dengan gugus fungsional yang ada pada permukaan adsorben melalui interaksi pembentukan kompleks dan biasanya terjadi pada permukaan padatan yang kaya gugus fungsional seperti -OH, -NH, -SH, dan -COOH (Stum dan Morgan, 1996).

Ekstraksi fasa padat (SPE) adalah salah satu metode prekonsentrasi yang sensitif, cepat dan ekonomis untuk analit sampel logam dengan konsentrasi yang sangat rendah pada berbagai macam material termasuk air, bijih logam, sampel biologi dan lain-lain. Metode SPE ini dapat dilakukan adsorpsi secara selektif menggunakan polimer organik atau anorganik yang mengandung gugus C-18 sebagai fasa diam dalam kolom kromatografinya (Meloan, 1999). Dalam sistem SPE ini silika gel sering digunakan sebagai fasa padat (fasa diam) pengisi kolom karena memiliki keunggulan antara lain bersifat inert, hidrofilik, kestabilan termal tinggi, dan biaya

sintesis rendah. Namun demikian, kemampuan gugus aktif pada silika gel dalam mengikat ion logam tertentu kurang efektif. Upaya yang dilakukan untuk memperoleh material sesuai yang diharapkan yaitu memodifikasi gugus aktifnya sehingga mampu meningkatkan kemampuan adsorpsi dan desorpsi ion-ion logamnya. Modifikasi terhadap silika gel telah banyak dilakukan seperti yang dilaporkan Trihartono (2006) yang menggunakan silika gel yang dimodifikasi dengan gugus merkaptto untuk adsorpsi Cu(II) dan Pb (II). Limatahu (2007) memodifikasi silika gel dengan gugus amino untuk adsorpsi logam dengan teknik kolom. Dalam penelitian ini dilakukan kajian adsorpsi-desorpsi larutan multilogam Au/Cu/Ag pada hibrida merkaptto-silika melalui teknik kolom. Hibrida merkaptto-silika dengan bahan dasar natrium silikat hasil pengolahan abu sekam padi dan senyawa organik aktif 3-(trimetoksilil)-1-1 propantiol melalui proses sol-gel. Pada hibrida merkaptto-silika selain gugus silanol dan siloksan terdapat tambahan gugus aktif yaitu gugus merkaptto (-SH) dari senyawa aktif yang diimobilisasi. Berdasarkan sifat kebasaaan lewis dari gugus merkaptto dengan logam-logam Ag(I), Cu(II), dan Au(III) maka diharapkan hibrida merkaptto-silika yang dihasilkan dapat digunakan sebagai adsorben yang selektif mengadsorpsi logam-logam tersebut. Dalam makalah ini diperoleh bahwa logam Au yang teradsorpsi dalam kolom HMS dapat di desorpsi sempurna menggunakan larutan tiourea 1M dalam HCl 1M dibandingkan kedua logam lainnya yaitu Ag dan Cu.

METODE PENELITIAN

1. Bahan Penelitian

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain Larutan natrium silikat yang disintesis dari abu sekam padi dari dusun Ponjong, Gunung Kidul, Yogyakarta (Hamdiani

(2010) Larutan ini sebagai sumber silika. Untuk pembuatan adsorben selain sumber silika dibutuhkan beberapa bahan kimia meliputi : akuades (Asia Lab), HCl 3M yang diperoleh dari HCl 37 %, 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol (Merck), kertas indikator pH universal, kertas saring Whatman no.42. Untuk kajian adsorpsi desorpsi menggunakan logam simultan melalui system kolom meliputi : methanol 70% (Merck) dan sebagai larutan pendesorpsi (eluen) menggunakan HCl 0.5 dan 1 M , larutan tiourea 0,5 dan 1M (Merck)..

2. Alat Penelitian

Dalam penelitian ini, digunakan peralatan analisis dan peralatan penunjang sebagai berikut: Peralatan analisis meliputi Spektrofotometer serapan atom (SSA) (Perkin Elmer 3110), difraktometer sinar-X dan spektrofotometer inframerah (Shimadzu FTIR-8210 PC). Peralatan pendukung meliputi : Kolom SPE, ayakan ukuran 200 *mesh* (Retsch), pemusing (sentrifuse), tabung sentrifugasi 50 mL, pengaduk magnet (*stirer*), oven, timbangan analitik, tungku pemanas, cawan porselin, alat penggerus (lumping 40 dan mortar), desikator, pompa vakum, peralatan gelas dan peralatan plastik.

3. Prosedur Penelitian

3.1 Sintesis senyawa merkaptto pada silika melalui proses sol-gel

Sebanyak 40 mL larutan natrium silikat hasil dari peleburan abu sekam padi dimasukkan ke dalam wadah plastik, ditambahkan senyawa 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol (TMSP) sebanyak 16 mL. Selanjutnya ditambahkan HCl 3M secara bertetes-tetes sambil diaduk dengan pengaduk magnet hingga terbentuk gel dan diteruskan hingga larutan netral (pH 7). Gel yang terbentuk didiamkan semalam, dicuci dengan akuades hingga netral terhadap indikator universal, dan dikeringkan di *oven* pada temperatur 70 °C.

Setelah kering, digerus dan diayak dengan ayakan 200 *mesh*. Hibrida merkaptto-silika (HMS) yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD.

3.2. Pengepakan (Packing) kolom Solid Phase Extraction (SPE)

Kolom SPE kosong (diameter 0,5 cm dan panjang 10 cm) dan filter sebelum digunakan, dicuci dengan akuades dan etanol. Setelah itu, 0,5 gram adsorben dan 5 mL metanol ditempatkan dalam wadah plastik dan dihomogenkan dengan *ultrasonic batch* selama 5 menit. Adsorben kemudian dimasukkan dalam kolom SPE dibantu dengan pompa vakum dengan laju alir rata-rata 0,6 mL/menit sampai kondisi yang sesuai menempati kolom dan homogen. dengan cara: konsentrasi ion logam awal (larutan blanko) dikurangi konsentrasi ion logam pada efluen. Prosedur ini dilakukan untuk ion Au(III) dengan konsentrasi yang lain.

3.3. Adsorpsi (loading) ion logam dalam kolom SPE

Adsorben HMS dalam kolom SPE diregenasi dengan 5 mL metanol 70% dan dinetralkan dengan akuades dibantu dengan pompa vakum dengan laju alir rata-rata 0.5 mL/menit. Campuran ion logam Au, Cu dan Ag masing-masing 0,3 mg dimasukkan dalam kolom SPE dengan cara larutan multilogam Au/Cu/Ag 10 ppm sebanyak 10 mL dimasukkan dalam kolom SPE. Pembebanan dilakukan sebanyak 3 kali. Hasil larutan yang mengalir ditampung dalam wadah dan dianalisis dengan metode AAS. Proses adsorpsi menggunakan 2(buah) buah kolom dengan masing-masing berisi adsorben HMS.

3.4. Desorpsi ion logam dari kolom SPE

Setelah proses adsorpsi multilogam dilakukan proses elusi (desorpsi) dengan mengacu penelitian sebelumnya (Hamdiani, 2010), di mana proses desorpsi Au(III) yang paling optimal pada

HMS menggunakan larutan tiourea IM dalam HCl 1M. Dalam penelitian ini proses elusi dilakukan sistem elusi tunggal. Sistem elusi tunggal menggunakan larutan tiourea 1 M dalam HCl dengan 3 kali elusi. Hasil elusi ditampung setiap 10 mL sebanyak 3 kali proses elusi. Hasil elusi yang diperoleh dianalisis dengan metode AAS. Proses loading dan elusi logam dengan teknik SPE tersebut dilakukan dengan laju alir 1 mL/menit menggunakan pompa vakum.

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Sintesis Hibrida Merkпто-Silika

Pembuatan hibrida merkпто-silika dilakukan dengan proses sol-gel. Metode ini dipilih karena relatif mudah dan dapat dilakukan pada temperatur kamar. Pemanasan atau temperatur tinggi merusak dan menyebabkan larutan organik (reagen silan) terdekomposisi sebelum terfungsionalisasi pada permukaan silica, sehingga hibrida merkпто-silika tidak dapat terbentuk.

Proses pembuatan HMS dilakukan dengan penambahan larutan organik aktif 3-(trimetoksisilil)-1-propantiol (TMSP) pada larutan natrium silikat hasil peleburan abu sekam padi. Penambahan ini dilakukan untuk mengimobilisasi gugus tiol (-SH) pada permukaan silika gel, sehingga kemampuan silika gel dalam mengadsorpsi logam-logam lunak akan meningkat dengan fungsionalisasi gugus tiol. Setelah penambahan TMSP dilanjutkan dengan ditambahkan HCl 3M bertetes-tetes hingga pH 7 sampai terbentuk aquagel yang tidak larut dan stabil. Pemilihan larutan HCl didasarkan pada penelitian sebelumnya mensintesis silika gel yang menghasilkan positas yang lebih besar jika dibandingkan penggunaan asam lainnya. Konsentrasi HCl yang semakin tinggi yang digunakan saat kondensasi maka akan diperoleh silika gek dengan luas permukaan yang lebih

besar (Ishizaki dan Zuryati, 2005). Menurut Kalapthy (2002) kadar Si dari silika gel yang dibuat dengan HCl lebih tinggi jika dibandingkan dengan asam sitrat maupun asam oksalat. Pembentukan gel pada pH=7 terjadi sangat cepat dan dalam waktu hanya beberapa menit dan menghasilkan gel yang padat. Silika gel pada pH=7 ada dalam bentuk SiO_2 yang bertanggung jawab terhadap pembentukan ikatan siloksan. Akan berubah menjadi $\text{Si}(\text{OH})_4$ jika pada pH yang lebih rendah (asam). Dengan berkurangnya ikatan siloksan maka gel yang dihasilkan akan kurang *rigid* (padat). Dalam pH basa ikatan siloksan yang terbentuk lemah.

Penambahan asam menyebabkan anion silikat terprotonasi membentuk silanol(Si-OH) dan garam natrium klorida. Gugus silanol yang terbentuk. Gugus silanol yang terbentuk kemudian diserang oleh gugus siloksi (Si-O^-) membentuk gugus siloksan (Si-O-Si). Proses ini terjadi secara cepat dan terus menerus untuk membentuk jaringan silica yang amorf. Kemudian menghasilkan *alkogel* dan bila didiambkan akan membentuk *aquagel*. Kemudian dikeringkan untuk menghilangkan air dan dihasilkan *xerogel*. Xerogel kemudian dicuci dengan akuademineralisasi sampai netral. Mineral-mineral ion yang kemungkinan terjebak dalam pori silica akan hilang dengan pencucian ini. Pembentukan gel yang sangat cepat pada pH=7 memungkinkan natrium klorida yang terbentuk dapat terjebak dalam gel, sehingga dihilangkan dengan pencucian dengan akuademineralisasi.

2. Karakteristik Hibrida Merkпто-Silika

Karakterisasi adsorben dilakukan dengan dua metode yaitu spektroskopi Inframerah (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsional sedangkan metode yang kedua adalah difraksi sinar-S (XRD) untuk mengetahui kekristalan HMS.

Gugus fungsional. Spektroskopi inframerah digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsional dari hibrida merkupto-silika (HMS). Setiap gugus fungsional mempunyai karakteristik bilangan gelombang tertentu. Sehingga keberhasilan sintesis adsorben ini didasarkan pada analisis spektroskopi inframerah yang dapat dijadikan dasar analisis kualitatif. Spektra IR dari HMS dapat disajikan dalam Gambar 1 dalam lampiran. Dari spektra IR itu dapat diinterpretasikan sebagai berikut: serapan dengan pita lebar pada daerah bilangan gelombang $3448,72\text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan dari vibrasi gugus hidroksi (-OH) pada gugus silanol (Si-OH), pita serapan yang kuat dan lebar pada $1126,43$ dan $1056,99\text{ cm}^{-1}$ merupakan pita serapan dari gugus Si-O pada gugus siloksan (Si-O-Si) (Sastrohamidjojo, 1992). Serapan karakteristik pada bilangan gelombang $470,63\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk Si-O dari gugus siloksan. Sedangkan pita serapan lemah pada bilangan gelombang $879,54\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi ulur dari gugus Si-O pada silanol. Keberhasilan imobilisasi senyawa 3-(trimetoksisil)-1-propantiol melalui proses sol-gel ditunjukkan oleh munculnya pita serapan yang kuat dan tajam pada bilangan gelombang $2931,8\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan akibat vibrasi -CH. Pita serapan untuk gugus -SH muncul dengan serapan lemah pada bilangan gelombang $2553,75\text{ cm}^{-1}$.

Kekristalan. Difraksi sinar-X merupakan metode yang penting untuk karakterisasi padatan kristal. Teknik ini sering digunakan untuk identifikasi secara kualitatif dari padatan kristal. Hasil difraktogram sinar-X HMS ditunjukkan pada Gambar 2. Dari gambar tersebut terdapat pola yang melebar di sekitar $2\theta = 21-22^\circ$. Silika dengan puncak melebar di sekitar $2\theta = 21-22^\circ$ menunjukkan struktur amorf (Kalapathy, 2000). Struktur amorf permukaan silika dapat

digambarkan sebagai suatu jaringan acak yang tersusun dari cincin siloksan. Hasil ini menunjukkan bahwa proses modifikasi dengan reagen silan tidak merubah sifat kekristalan hibrida merkupto silika yang terbentuk. Struktur silika amorf cocok untuk diaplikasikan sebagai adsorben dibandingkan apabila memiliki struktur kristal yang teratur, karena struktur amorf mempunyai luas permukaan yang lebih besar.

3. Adsorpsi Multilogam pada HMS

Adsorpsi logam emas dalam sistem multi logam Au/Cu/Ag dilakukan dengan teknik kolom SPE. Sebanyak 0,5 gram adsorben HMS dalam botol film yang telah dihomogenkan dimasukkan dalam kolom SPE. Kemudian 10 mL larutan multilogam Au/Cu/Ag yang telah dibuat dengan konsentrasi 10 ppm dilewatkan dalam kolom dengan kecepatan 0.5 mL/menit sambil divakumkan. Adsorpsi ini dilakukan sebanyak 3 kali perlakuan. Filtrat yang dihasilkan ditampung dan dianalisis dengan AAS. Kemudian dilanjutkan dengan desorpsi ion logam. Berdasarkan penelitian Hamdiani (2010) yang melakukan desorpsi logam emas dalam sistem batch menyatakan bahwa larutan tiourea 1M dalam HCl 1M paling efektif dibandingkan eluen yang lain seperti HCl, larutan tiosulfat, larutan tiosulfat dalam HCl. Kolom pertama mencoba mengkaji desorpsi menggunakan larutan tiourea 1M dalam 0,5M HCl. Desorpsi juga dilakukan dalam 3 kali perlakuan masing-masing menggunakan 10 ml eluen. Kemudian eluat yang diperoleh dianalisis dengan AAS untuk mendapatkan data total logam teradsorpsi dan persentase terelusi.

Kajian hibrida merkupto-silika untuk mengadsorpsi ion logam dapat dilihat pada Tabel 1. Secara berurutan total logam teradsorpsi yaitu $\text{Ag(I)} > \text{Cu(II)} > \text{Au(III)}$. Dalam penelitian ini, ion-ion logam Ag(I) dan Cu(II) cenderung berada sebagai kompleks oktahedral $[\text{M}(\text{H}_2\text{O})_6]^{n+}$ adsorpsi kedua logam ini melalui pembentukan ikatan hidrogen

pada adsorben hibrida merkaptosilikas. Sedangkan Au(III) yang tidak larut dalam air akan membentuk kompleks $AuCl_4^-$.

Berdasarkan identifikasi ukuran ion dari ketiga kompleks $[AuCl_4]^-$, $[Cu(H_2O)_6]^{2+}$, $[Ag(H_2O)_6]^+$ berturut-turut adalah 0,82 Å (Watling, 2007), 0,87 Å dan 1,29 Å (Huheey, 1993). Untuk ion logam Cu(II) dan Ag(I) adanya interaksi elektrostatis antara ion logam dengan molekul H_2O menyebabkan jari-jari hidrasi menjadi lebih kecil, apabila jari-jari ionnya besar, sehingga mobilitas dalam air akan lebih cepat (tinggi) dan memiliki kapasitas adsorpsi yang besar juga. Dengan demikian apabila berdasarkan besarnya jari-jari maka $[AuCl_4]^- > [Ag(H_2O)_6]^+ > [Cu(H_2O)_6]^{2+}$ sehingga urutan kemampuan adsorpsi secara teoritis adalah Cu(II) > Ag(I) > Au(III). Hal ini sesuai dengan hasil eksperimen yang menjelaskan bahwa Cu lebih mudah teradsorpsi pada hibrida merkaptosilikas. Proses adsorpsi ini dipengaruhi oleh jari-jari ion logam.

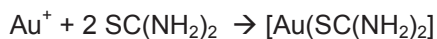
pada adsorpsi secara simultan ini, proses retensi masing-masing dari ketiga ion logam terhadap adsorben di dalam kolom selain tergantung dari jari-jari ion logam dan kondisi HSAB juga karena adanya kompetisi antar ion logam terutama. Pada HMS selain gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) terdapat juga gugus merkaptosilikas (-SH) yang dimungkinkan ikut berperan dalam pembentukan ikatan hidrogen dengan ion logam. Hal ini membuktikan keberadaan gugus -SH pada HMS yang berperan dalam pembentukan ikatan hidrogen dengan ion logam karena kesesuaian sifat lunak gugus merkaptosilikas dengan ion logam menyebabkan afinitas yang baik antara gugus merkaptosilikas dan ion logam.

4. Desorpsi ion logam pada HMS

Desorpsi ion logam pada adsorben HMS menggunakan larutan tiourea 1M dalam HCl.

Perbedaan konsentrasi HCl yang digunakan untuk proses desorpsi yaitu HCl 0,5M dan HCl 1M. Desorpsi multilogam bertujuan untuk mengetahui selektivitas larutan tiourea dalam HCl untuk mengelusi Au(III) dari sistem HMS-multilogam dengan teknik kolom. Proses desorpsi dengan kedua eluen yang dapat dilihat dalam gambar 3 bahwa persentase logam terelusi dalam larutan multi logam secara berurutan adalah Au(III) > Ag(I) > Cu(II). Secara umum persentase logam terelusi Au(III) lebih besar dan Cu(II) lebih kecil.

Penggunaan eluen ini karena larutan tiourea mempunyai toksisitas yang rendah dibandingkan dengan sianida dan laju kinetika desorpsi dari emas-HMS silika akan berjalan lebih cepat bila dibandingkan dengan metode sianida konvensional (Groenewald, 1976). Penambahan tiourea menyebabkan Au(III) tidak stabil kemudian tereduksi menjadi Au(I). Ion logam Au(I) inilah yang kemudian akan bereaksi dengan tiourea membentuk kompleks yang stabil berdasarkan reaksi:



Persentase emas dalam multilogam Au/Cu/Ag terelusi 82,88% menggunakan larutan tiourea 1M dalam HCl 0,5 M dan terelusi hampir sempurna yaitu sebesar 97,4% dalam tiourea 1M dalam HCl 1M. Sedangkan ion logam Cu(II) terelusi 68,27% dengan eluen pertama dan bila digunakan larutan tiourea 1M dalam HCl 1M akan terelusi sebesar 66,95%. Tren yang sama juga terlihat pada hasil Ag, yaitu terelusi sebesar 74,91% dengan tiourea dalam HCl 0,5M dan terelusi hanya 58,70% dengan larutan tiourea 1M dalam HCl 1M. Dengan melihat hasil desorpsi ion logam Cu(II) dan Ag(I), peningkatan konsentrasi HCl tidak signifikan meningkatkan persen logam terdesorpsi. Hasil ini membuktikan bahwa selektivitas desorpsi emas lebih tinggi dibandingkan ion logam lainnya dalam sistem multilogam Au/Cu/Ag. Ion Au(III) terelusi dengan persentase yang lebih besar dibandingkan

persentase ion logam Cu dan Ag. Hal ini disebabkan atom S yang berperan sebagai gugus pendesorpsi dalam tiourea bersifat lunak, sehingga akan membentuk kompleks yang lebih stabil dengan ion logam Au(III) dibandingkan dengan ion logam Cu dan Ag berdasarkan konsep HSAB. Selain itu dalam larutan, ligan dengan donor atom yang berukuran besar seperti S akan membatasi kemampuannya membentuk kompleks yang stabil dengan atom logam yang memiliki ukuran lebih kecil.

Untuk proses desorpsi Au(III), perbedaan konsentrasi HCl yang digunakan mempengaruhi persentase logam yang terelusi. Eluen larutan tiourea dalam 1M HCl lebih efektif daripada menggunakan larutan tiourea dalam 0,5 HCl. Menurut Lacoste-Boucet (1997) penambahan asam ini akan menstabilisasi dan mencegah tiourea mengalami degradasi, sehingga dapat mengurangi konsumsi tiourea. Ion klorida (Cl⁻) yang berasal dari penambahan HCl berfungsi sebagai *competing agent* (kompetitor) bagi kompleks AuCl⁻ pada permukaan HMS sehingga emas akan terdesorpsi dari permukaan HMS (Ertan dan Gulfen, 2008). Konsentrasi HCl yang lebih besar akan menambah jumlah ion klorida yang berkompetisi. Hasil ini mempunyai tren yang sama jika dilakukan dalam sistem batch (Hamdiani, 2010).

KESIMPULAN

Hibrida merkapro-silika berhasil disintesis dari abu sekam padi dengan proses sol-gel. HMS merupakan adsorben yang dapat mengadsorpsi Au dalam system multilogam Au/Cu/Ag dengan teknik kolom ekstraksi fase padat. Au yang terdapat dalam adsorben dalam kolom dapat dielusi dengan sempurna menggunakan larutan larutan tiourea 1M dalam HCl 1M.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI), Kementerian Pendidikan Nasional melalui Hibah Kompetensi 2010 atas batuan dana untuk melakukan penelitian ini.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] Joseph J Pesek and Maria Matyska, *Solid Phase Extraction*, Principal, Technical and Application, California: San Jose University
- [2] Kalapathy, U, Proctor A dan Shultz J, 2000, *A Simple Method for Production of Silica from Rice Hull Ash*, *Bioresource Technology*, 73.,257-262
- [3] Mantovaneli, I.C.C. Ferreti, Simoes, and Ferreira da silva.,2004., *The Effect of Temperature and Flow Rate on The Clarification of The Aqueous Stevis-Extraction in a Fixed Bed Column with Zeolith*, *Brazilian Journal of Chemical Engineering* no.03 vol 21 449-458
- [4] Nuryono.,Narsito.,2004.,*Pengaruh Temperatur Pengabuan Sekam Padi terhadap Karakter Abu dan Silika Gel Sintetik*, *Chem-Rev.*,2(7) 67-80
- [5] Stum, W., dan Morgan, J.J, 1996, *Aquatic Chemistry : Chemical Equilibria in Natural Water*, 3rd ed, John Wiley and Sons, Inc. New York.
- [6] Meloan, C.E., 1999, *Chemical Separation: Principles, Techniques, and Experiment*, John Willey and Sons, New York.
- [7] Geneiva,S.D., Thurmanova, A.S., Dmitrova, A.S., Vlaev, L.T., 2008., *Characterization of Rice Husk and The Product of Its Thermal Degradation in Air or Nitrogen Atmosphere.*, *J. Therm. Anal. Cal.*,93(2) 387-396
- [8] Van Horne, K.C., 1985, *Sorbent Extraction Technology*, Anal Int, Inc. USA
- [9] Coradin, T.,dan Lopez. P.J., 2003.,*Biogenic Silica Patterning: Simple Chemistry or Substel Biology.*, *ChemBioChem.*, 3., 1-9
- [10] Martell, A.E., dan Hancock, R.D., 1916., *Metal Complexes in Aqueous Solution.*, Plenum Press., New York

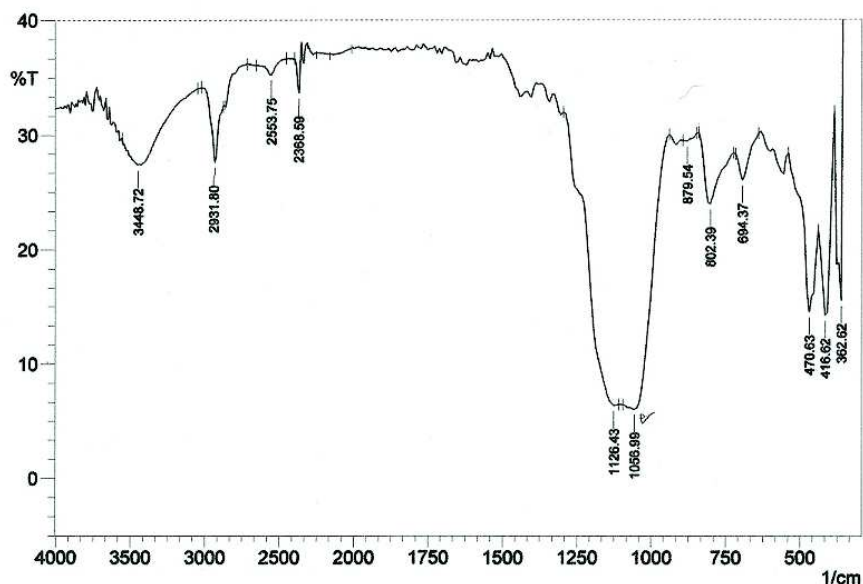
- [11] Ertan, E., dan Gulfen, M., 2009., Separation of Gold(III) Ions from Copper(II) and Zinc(II) Ions Using Thiourea-Formaldehyde or Urea-Formaldehyde Chelating Resins, *J. Appl Polym Sci.*, 111., 2798-2805
- [12] Lacoste-Bouchet, P., Deschenes, G., dan Ghali, E., 1998., Thiourea Leaching of a Copper-Gold Ore Using Statistical Design., *Hydrometallurgy.*, 47., 189-203.
- [13] Brinker , C.J., dan Scherer, W.J., 1990, *Sol-Gel Science : The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*, Academic Press, San Diego.
- [14] Scott, R.P.W., 1993, *Silica Gel and Bounded Phases : Their Production, Properties, and Use in LC*, John Wiley and Sons Ltd., Chincester.

LAMPIRAN

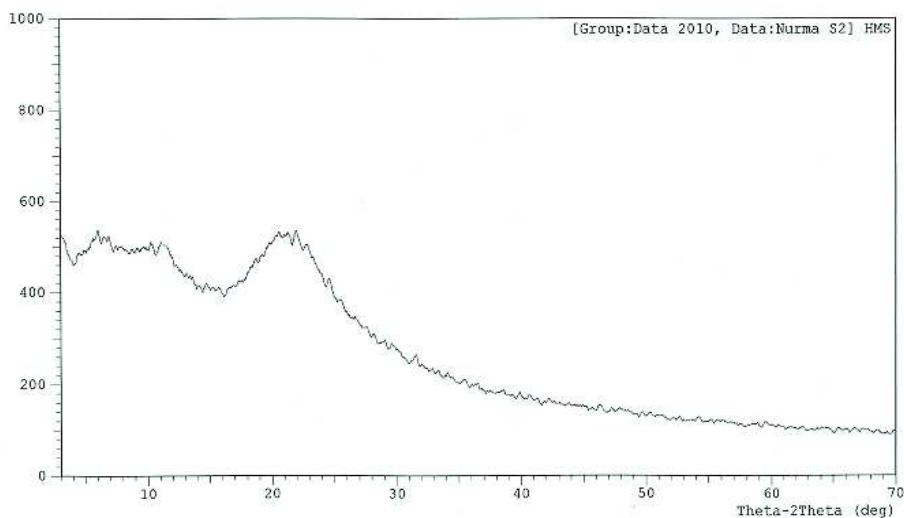
Tabel 1. Perbandingan total logam teradsorpsi dan terelusi pada adsorben HMS dari larutan multilogam

Ion logam	Total logam yang diloading ke dalam kolom	Total logam teradsorpsi (Kolom I)		Total logam terelusi (Tiourea 1M dalam 0.5M HCl)	
	mg	mg	μmol	mg	μmol (%)
Au(III)	0,3039	0,2623	1.332	0,2174	1,104 (82,88)
Cu(II)	0,3411	0,3328	5.241	0,2272	3,578 (68,27)
Ag(I)	0,3573	0,3522	3,265	0,2638	2,446 (74,91)

Ion logam	Total logam yang diloading ke dalam kolom	Total logam teradsorpsi (Kolom II)		Total logam terelusi (Tiourea 1M dalam 1M HCl)	
	mg	mg	μmol	mg/L	μmol (%)
Au(III)	0,3039	0,2464	1,251	0,2401	1,219 (97,4)
Cu(II)	0,3411	0,3328	5,241	0,2228	3,509 (66,95)
Ag(I)	0,3573	0,3532	3,275	0,2074	1,922 (58,70)



Gambar 1. Spektra IR Hibrida Merkpto-Silika (HMS)



Gambar 2. Difraktogram sinar-X dari HMS