



## PEMBUATAN PERAK NITRAT ( $\text{AgNO}_3$ ) TEKNIS DARI LIMBAH PENYEPuhan PERAK

Istiqomah Addiin<sup>1</sup>, Sri Yamtinah<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup>Universitas Sebelas Maret Surakarta, Surakarta, 57126

Email korespondensi : [istiqomahaddiin@gmail.com](mailto:istiqomahaddiin@gmail.com)

### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk menjelaskan proses pembuatan  $\text{AgNO}_3$  teknis dari limbah penyepuhan perak dan mengetahui pengaruh luas penampang elektroda yang digunakan untuk proses elektrolisis terhadap banyaknya logam perak yang terdeposisi. Penelitian ini dilakukan dengan metode eksperimen di laboratorium. Sampel berupa limbah penyepuhan perak. Teknik pengambilan sampel dengan *purposive sampling*. Data dianalisis secara kuantitatif dan kualitatif. Pembuatan  $\text{AgNO}_3$  teknis dimulai dari elektrolisis limbah penyepuhan perak menggunakan variasi luas penampang elektroda karbon 13,3136  $\text{cm}^2$ , 7,9128  $\text{cm}^2$ , dan 5,5264  $\text{cm}^2$  pada tegangan 3 V selama 60 menit. Logam perak yang terdeposisi direaksikan dengan larutan asam nitrat pekat dilanjutkan dengan kristalisasi. Analisis pendahuluan kualitatif dan karakterisasi XRD dilakukan terhadap senyawa  $\text{AgNO}_3$  yang dihasilkan. Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa pembuatan senyawa  $\text{AgNO}_3$  teknis dari limbah penyepuhan perak dimulai dari elektrolisis menggunakan elektroda karbon pada tegangan 3 V kemudian mereaksikan logam perak yang terdeposisi dengan larutan asam nitrat pekat berlebih untuk selanjutnya dilakukan kristalisasi. Luas penampang elektroda yang digunakan untuk proses elektrolisis berpengaruh pada banyaknya logam perak yang terdeposisi. Karakterisasi XRD senyawa  $\text{AgNO}_3$  dari hasil penelitian diketahui bersesuaian dengan senyawa  $\text{AgNO}_3$  (Gorbunova, 1984) dan senyawa  $\text{Ag}_2\text{O}$  (Kabalkina, 1963).

**Kata kunci :** limbah penyepuhan perak, elektrolisis, luas penampang elektroda, kristalisasi

### Pendahuluan

Logam mulia dalam ilmu kimia adalah logam yang tahan terhadap korosi maupun oksidasi. Contoh logam mulia adalah emas, perak, platina, dan palladium. Umumnya logam-logam mulia memiliki harga yang tinggi, karena sifatnya yang langka dan tahan korosi (Chehade, et al., 2012). Di antara ketiga logam mulia tersebut, perak merupakan salah satu logam yang paling digemari oleh masyarakat karena dapat dijual kembali sewaktu-waktu. Walaupun begitu, saat akan menjual kembali perak, seringkali penjual toko melihat melalui sebuah alat kecil untuk mengetahui ada tidaknya goresan pada perak tersebut.

Sebuah lapisan perak, jika tergores (tergores disini dalam arti mikro, bukan goresan yang kasat mata), atom-atom perak ini akan benar-benar hilang, meninggalkan daerah kosong yang tidak ditempati oleh atom perak. Goresan mikro pada perak, jika dibiarkan terlalu lama, akan menimbulkan efek kuning kumul yang kasat mata.

Penyepuhan menjadi salah satu alternatif yang dipilih oleh masyarakat jika terdapat goresan pada perhiasan perak. Jasa-jasa penyepuhan perak biasanya tersedia di toko perak atau tempat penyepuhan perak di pinggir jalan salah satunya di kota Surakarta, tepatnya di daerah Pasar Klewer.

Usaha penyepuhan perak ini menghasilkan limbah yang masih mengandung perak (Ag) dan termasuk salah satu sumber pencemaran Limbah B3 berdasarkan lampiran daftar Limbah B3 dari sumber yang spesifik seperti industri *Electroplating* dan *Galvanising*. Biasanya para perajin perak membuang limbah penyepuhan perak. Padahal dalam limbah penyepuhan perak tersebut masih mengandung perak yang dapat diambil dan dimanfaatkan kembali oleh perajin. Proses *treatment* limbah secara Kimia yaitu pengendapan konvensional, pengendapan lanjut, metode lain, dan metode dengan peluang pemulihan (Eckenfelder, 2000: 139). Di antara berbagai teknik tersebut, teknik yang paling sering digunakan adalah teknik

adsorpsi dengan penggunaan adsorben dari berbagai bahan yang mempunyai potensi dapat menyerap logam berat sumber pencemaran. Namun, penelitian yang sudah dilakukan hanya berhenti sampai penyerapan logam. Penelitian tentang pemanfaatan logam-logam berat yang dapat diserap tersebut belum banyak dilakukan. Hal ini dapat disebabkan karena pemilihan proses pengambilan logam dari limbah yang kurang memperhatikan metode yang mempunyai kesempatan pembaruan terhadap logam yang diambil dari limbah.

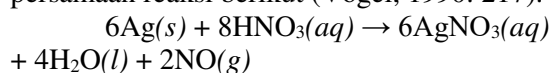
Elektrolisis menjadi salah satu proses pengolahan limbah yang mempunyai kesempatan pembaruan (Eckenfelder, 2000: 139). Elektrolisis merupakan salah satu penerapan elektrokimia di mana arus langsung mengalir melalui larutan yang banyak mengandung perak diterapkan antara dua elektroda, katoda dan anoda (Masebinu, et al., 2014). Elektrolisis menjadi metode pengolahan perak yang paling banyak digunakan, hal ini disebabkan metode ini dapat memproduksi perak dengan tingkat kemurnian lebih besar dari 98% (Masebinu, et al., 2014; Kowalska, et al., 2015).

Terdapat ketidaksamaan aliran listrik di dalam sebuah penghantar. Ketidaksamaan ini disebabkan oleh penghantar yang selalu memiliki hambatan. Hambatan dari suatu penghantar mempengaruhi arus listrik yang melewatinya, sehingga dapat dikatakan juga mempengaruhi banyaknya logam yang terdepositasi pada proses elektrolisis. Besar hambatan suatu bahan atau penghantar nilainya berbeda-beda tergantung pada hambatan jenis ( $\rho$ ), panjang ( $l$ ), dan luas penampang ( $A$ ). Melalui hubungan ini diketahui luas penampang juga merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi banyaknya logam terdepositasi pada proses elektrolisis. Pada penelitian ini akan diketahui pengaruh luas penampang elektroda berupa elektroda karbon dari batu baterai.

Perak Nitrat atau biasa dikenal dengan  $\text{AgNO}_3$  merupakan senyawa Kimia yang cukup mahal harganya. Harga 25 g senyawa ini adalah Rp 1.255.000,00 atau Rp 50.200,00/g ([www.merckmolipore.com](http://www.merckmolipore.com)). Mahalnya harga senyawa  $\text{AgNO}_3$  mengakibatkan kegiatan praktikum yang

menggunakan senyawa  $\text{AgNO}_3$  sangat dibatasi bahkan dihilangkan. Biasanya penggunaan bahan praktikum pun sering dibatasi karena mahalnya harga bahan praktikum, terutama bahan praktikum Kimia, salah satunya adalah  $\text{AgNO}_3$ .

Bila dipelajari lebih lanjut, senyawa  $\text{AgNO}_3$  merupakan senyawa logam yang berasal dari logam perak ( $\text{Ag}$ ) yang direaksikan dengan larutan asam nitrat pekat ( $\text{HNO}_3$  8 M) yang bereaksi menurut persamaan reaksi berikut (Vogel, 1990: 217).



Secara teori, sebenarnya limbah penyepuhan perak dari industri penyepuhan perak dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk menyintesis senyawa kimia, yaitu Perak Nitrat ( $\text{AgNO}_3$ ) melalui proses elektrolisis dan kristalisasi. Maka setelah perak dapat diambil dari limbah melalui proses elektrolisis, perak tersebut dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk membuat senyawa  $\text{AgNO}_3$  teknis.

Penelitian ini bertujuan untuk :

1. Menjelaskan proses pembuatan  $\text{AgNO}_3$  teknis dari limbah penyepuhan perak.
2. Mengetahui pengaruh luas penampang elektroda yang digunakan untuk proses elektrolisis terhadap banyaknya logam perak yang terdepositasi.

## Metode Penelitian

### Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan P.MIPA FKIP UNS, dan karakterisasi XRD dilakukan di Laboratorium Terpadu FMIPA UNS Surakarta pada bulan Oktober 2013 - Desember 2013 menggunakan metode eksperimen di laboratorium yaitu dengan melakukan penelitian di laboratorium.

### Populasi dan Sampel Penelitian

#### Populasi

Populasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah emas dan perak dalam usaha penyepuhan emas dan perak di Pasar Klewer, Surakarta.

## Sampel

Sampel yang diteliti adalah limbah perak dalam usaha penyepuhan emas dan perak di Pasar Klewer, Surakarta.

## Teknik Pengambilan Sampel

Teknik pengambilan sampel dalam penelitian ini adalah *random sampling*, karena pada penelitian ini tidak memerlukan karakteristik limbah penyepuhan perak dengan spesifikasi tertentu untuk tujuan tertentu.

## Prosedur Kerja

### Alat

- |                   |                    |
|-------------------|--------------------|
| a. Adaptor        | j. Klem            |
| b. Penjepit Buaya | k. Statif          |
| c. Gelas Beker    | l. Erlenmeyer      |
| d. Spatula        | m. Labu Ukur       |
| e. Kaca Arloji    | n. Pencatat Waktu  |
| f. Corong Kaca    | o. Mortir dan Alu  |
| g. Pipet Tetes    | p. Neraca Analitik |
| h. Gelas Ukur     | q. Kompor Listrik  |
| i. Buret          | r. Pengaduk Kaca   |

### Bahan

- |                         |   |
|-------------------------|---|
| a. HNO <sub>3</sub> 8 M | f. Kertas Saring                            |
| b. HCl 2 M              | g. Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> 0,05 M |
| c. NH <sub>3</sub> 2 M  | h. NH <sub>4</sub> SCN                      |
| d. Aquades              | i. HNO <sub>3</sub> 0,1 M                   |
| e. Indikator Universal  | j. Limbah Penyepuhan Perak                  |

## Cara Kerja

Penelitian ini dibagi menjadi empat bagian dengan beberapa tahap yang dapat dijabarkan sebagai berikut.

1. Elektrolisis Limbah Penyepuhan Perak
  - a. Membersihkan elektroda karbon dengan tisu kemudian menimbang masing-masing elektroda sehingga diketahui massa awal elektroda sebelum elektrolisis.
  - b. Menuangkan masing-masing 50 ml limbah penyepuhan perak ke dalam tiga gelas beker 50 ml.
  - c. Elektrolisis menggunakan elektroda C/C dengan luas penampang 13,31360 cm<sup>2</sup> ; 7,91280 cm<sup>2</sup> ; dan 5,52640 cm<sup>2</sup> pada potensial tetap 3 volt.

d. Elektrolisis dilakukan selama 60 menit.

- e. Mengulangi elektrolisis secara duplo.
2. Kristalisasi Hasil Elektrolisis Limbah Penyepuhan Perak

Kristalisasi hasil elektrolisis dilakukan dalam cawan porselen sehingga sebelum kristalisasi dilakukan terlebih dahulu penentuan massa tetap cawan porselen dengan metode gravimetri. Selanjutnya dapat dilakukan tahap kristalisasi.

- a. Menimbang kertas saring yang akan digunakan untuk menyaring.
- b. Menyaring larutan sampel hasil elektrolisis dengan kertas saring.
- c. Mengeringkan kertas saring dibawah sinar matahari.
- d. Menimbang kertas saring setelah dikeringkan.
- e. Menimbang elektroda setelah elektrolisis.
- f. Mencuci elektroda dan kertas saring menggunakan larutan HNO<sub>3</sub> 8M.
- g. Menguapkan hasil cucian tersebut hingga semua larutan menguap dan diperoleh kristal AgNO<sub>3</sub>.
- h. Menimbang cawan porselen setelah kristalisasi.
- i. Mengulangi kristalisasi secara triplo.

3. Analisis Pendahuluan

Analisis pendahuluan dilakukan untuk mengetahui apakah kristal yang diperoleh berupa AgNO<sub>3</sub>. Analisis pendahuluan dapat dijabarkan sebagai berikut (Vogel, 1990: 217 – 218).

- a. Melarutkan hasil kristalisasi ke dalam larutan HCl 2 M. Akan terbentuk endapan putih.
- b. Menambahkan larutan NH<sub>3</sub> 2 M. Jika endapan putih larut, maka hasil kristalisasi dapat dipastikan adalah AgNO<sub>3</sub>.
- c. Menambahkan larutan asam sulfat pekat pada tabung reaksi lain yang telah berisi sampel.
- d. Memanaskan larutan tersebut hingga terbentuk uap coklat kemerahan.
- e. Mengulangi analisis pendahuluan secara triplo.

4. Karakterisasi XRD

Setelah melakukan analisis pendahuluan, selanjutnya dilakukan

karakterisasi XRD pada sampel elektroda sedang ( $E_s$ ) di Laboratorium Terpadu FMIPA untuk mengetahui kristalinitas senyawa yang dihasilkan melalui proses kristalisasi.

## Hasil Penelitian dan Pembahasan

### Penentuan Massa Cawan Penguap

Cawan penguap digunakan pada tahap kristalisasi untuk membentuk senyawa  $AgNO_3$  teknis. Penentuan massa  $AgNO_3$  teknis yang terbentuk diketahui dari selisih massa cawan penguap awal dengan massa cawan penguap akhir kristalisasi. Massa awal cawan penguap ditetapkan melalui metode gravimetri. Cawan penguap kemudian dipanaskan selama 10 menit di atas kompor listrik, kemudian didinginkan untuk selanjutnya ditimbang menggunakan neraca analitik. Cara ini dilakukan sebanyak tiga kali kemudian diambil dua hasil penimbangan yang mempunyai kemiripan hasil untuk kemudian dihitung rata-rata massa awal tetap cawan penguap sesuai dengan Tabel 1.

Tabel 1. Massa Cawan Penguap

Elektroda	Massa pemanasan ke- (g)			Massa Tetap (g)
	I	II	III	
Besar	70,102	70,091	70,102	70,102
Sedang	27,912	27,903	27,912	27,912
Kecil	16,954	16,949	16,954	16,954

Selanjutnya setelah kristalisasi, cawan penguap ditimbang kembali sehingga diperoleh massa  $AgNO_3$  teknis yang terbentuk sesuai dengan Tabel 2.

Tabel 2. Massa  $AgNO_3$  Teknis yang Terbentuk

Elektroda	$m_1$ (g)	$m_2$ (g)	m %	
			$AgNO_3$ (g)	$AgNO_3$ (g/ml)
$E_b$ I	70,1021	70,1673	0,0652	0,1304 %
$E_b$ II		70,1466	0,0445	0,0890 %
$E_s$ I	27,9125	27,9381	0,0256	0,0512 %
$E_s$ II		27,9422	0,0297	0,0594 %
$E_k$ I	16,9547	16,9718	0,0171	0,0342 %
$E_k$ II		16,9727	0,0180	0,0360 %

Ket :  $m_1$  = massa cawan penguap sebelum kristalisasi

$m_2$  = massa cawan penguap setelah kristalisasi

### Elektrolisis

Elektrolisis telah banyak diterapkan dalam proses pengolahan limbah (Taha, 2011; Aier, 2014; Kowalska, et al., 2015). Pembuatan senyawa  $AgNO_3$  teknis menggunakan metode elektrolisis dipilih karena sebagian besar perajin penyepuhan perak sudah mempunyai alat-alat yang digunakan dalam elektrolisis. Sehingga, jika perajin ingin memulai usaha pembuatan  $AgNO_3$  teknis, mereka tidak perlu lagi membeli banyak peralatan baru karena sebagian besar peralatan yang diperlukan sudah mereka miliki. Elektrolisis merupakan salah satu metode pengolahan limbah yang mempunyai kesempatan untuk pembaruan (Eckenfelder, 2000). Pembaruan yang dimaksud adalah zat yang diperoleh dari elektrolisis mempunyai kesempatan untuk dimanfaatkan lagi menjadi sesuatu yang baru.

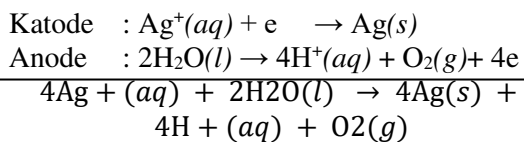
Kondisi sampel sebelum dielektrolisis berwarna putih keruh. Warna putih ini berasal dari warna perak yaitu putih, Kondisi sampel setelah dielektrolisis adalah berwarna bening, menandakan kandungan perak telah berkurang dalam limbah karena menempel pada elektroda atau mengendap setelah elektrolisis.

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah ukuran luas penampang elektroda yang dibedakan menjadi elektroda besar ( $E_b$ ), elektroda sedang ( $E_s$ ), dan elektroda kecil ( $E_k$ ). Elektrolisis dilakukan pada tegangan 3 V untuk tiap elektroda selama 60 menit. Pemilihan tegangan ini didasarkan pada tegangan yang ada pada batu baterai yang berkisar antara 1,5-9 V. Kondisi elektroda setelah elektrolisis dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kondisi Elektroda Setelah Elektrolisis ; dari Kanan Elektroda Besar ( $E_b$ ), Elektroda Sedang ( $E_s$ ), dan Elektroda Kecil ( $E_k$ )

Perbedaan kondisi elektroda sebelum dan sesudah elektrolisis diketahui dari bagian salah satu elektroda ada yang berwarna putih. Warna putih ini merupakan perak yang menempel pada elektroda saat elektrolisis. Perak hanya menempel pada salah satu elektroda yang berperan sebagai katode dengan asumsi bahwa anion dalam sampel merupakan sisa asam oksida (air teroksidasi) atau sisa asam lain (anion teroksidasi) maka reaksi yang terjadi saat elektrolisis di katode maupun anode adalah sebagai berikut.



Dari reaksi tersebut diketahui bahwa ion  $\text{Ag}^+$  mengalami reduksi menjadi Ag pada katode sehingga perak hanya menempel pada katode. Dari proses elektrolisis diperoleh massa perak yang berbeda-beda pada tiap electrode. Secara berurutan, massa perak elektroda besar, sedang, dan kecil yaitu 0,20570 g, 0,13005 g, dan 0,0740 g.

Diketahui bahwa massa perak paling banyak dihasilkan pada elektroda besar. Hasil percobaan ini menunjukkan pengaruh luas penampang elektroda pada hasil elektrolisis sesuai dengan penurunan hukum Ohm. Pengaruh panjang elektroda yang tercelup dalam penelitian ini dikontrol sebisa mungkin sehingga hasil analisis hanya berpusat pada pengaruh luas penampang elektroda. Belum banyak penelitian yang mempelajari tentang pengaruh luas penampang elektroda terhadap hasil elektrolisis, namun hasil pada penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian Rizal (2013) yang menyimpulkan bahwa luas penampang elektroda paling bagus untuk elektrolisis air dengan jumlah sel 8 buah, atau semakin besar jumlah sel semakin banyak hasil elektrolisis.

Pada industri skala kecil, elektroda karbon sebagai elektroda inert cukup berguna dalam proses elektrolisis. Selain mudah diperoleh, harganya juga dapat dijangkau oleh para perajin jika mereka ingin memulai

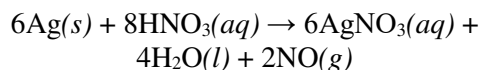
usaha pembuatan senyawa  $\text{AgNO}_3$  teknis. Namun, dalam skala besar, elektroda karbon kurang efektif digunakan dalam proses elektrolisis. Salah satu elektroda yang dapat digunakan dalam proses industri skala besar antara lain elektroda platina, gelas, dan kalomel.

### 3.3. Kristalisasi

Kristalisasi adalah proses pembentukan kristal padat dari suatu larutan induk yang homogen. Proses ini adalah salah satu teknik pemisahan padat-cair yang sangat penting dalam industri, karena dapat menghasilkan kemurnian produk hingga 100% (Dewi, 2012). Pada penelitian ini, larutan induk yang dimaksud merupakan larutan  $\text{AgNO}_3$  yang berasal dari reaksi antara perak yang diperoleh dari elektrolisis dengan  $\text{HNO}_3$  8 M.

Sebelum kristalisasi dilakukan, perlu ditetapkan terlebih dahulu banyaknya  $\text{HNO}_3$  8 M yang harus ditambahkan melalui perhitungan, namun pada percobaan volume  $\text{HNO}_3$  8 M yang direaksikan dengan Ag tidak sesuai dengan perhitungan. Hal ini didasarkan pada banyaknya perak yang terdeposisi pada elektroda dan kertas saring. Jika hanya ditambahkan beberapa tetes sesuai dengan kesetimbangan reaksi antara perak dengan asam nitrat, maka perak pada elektroda dan kertas saring tidak bisa dikristalisasi seluruhnya. Sehingga pada percobaan, volume  $\text{HNO}_3$  8 M yang ditambahkan adalah 3 ml.

Karbon yang digunakan sebagai elektroda pada proses elektrolisis bersifat inert sehingga tidak bereaksi dengan perak maupun dengan larutan asam nitrat pekat pada saat pelarutan perak yang terdapat pada elektroda. Massa  $\text{AgNO}_3$  yang terbentuk dapat dihitung secara teoritis berdasarkan reaksi berikut.



Diketahui perbandingan massa  $\text{AgNO}_3$  yang terbentuk dari percobaan maupun secara perhitungan teori pada Tabel 3.

Tabel 3. Perbandingan Massa AgNO<sub>3</sub> Antara Percobaan dengan Teori

Elektroda	m AgNO <sub>3</sub> (g)		% AgNO <sub>3</sub> (g/ml)	
	Teori	Percobaan	Teori	Percobaan
E <sub>b</sub> I	0,4165	0,0652	0,8330 %	0,1304 %
E <sub>b</sub> II	0,2312	0,0445	0,4624 %	0,0890 %
E <sub>s</sub> I	0,2941	0,0256	0,5882 %	0,0512 %
E <sub>s</sub> II	0,1156	0,0297	0,2312 %	0,0594 %
E <sub>k</sub> I	0,1105	0,0171	0,2210 %	0,0342 %
E <sub>k</sub> II	0,1020	0,0148	0,2049 %	0,0360 %

Perbedaan hasil tersebut dapat disebabkan oleh beberapa hal yang terjadi saat proses elektrolisis maupun kristalisasi. Pada proses elektrolisis diketahui terdapat pengaruh pH (Basuki, 2009) serta konsentrasi elektrolit (Widodo, 2009). Kedua faktor tersebut pada penelitian ini diabaikan karena hasil penelitian diharapkan dapat memberikan gambaran untuk sampel yang langsung berasal dari para penyepuh perak.

Pada proses kristalisasi sendiri perlu memperhatikan beberapa prinsip seperti Perilaku fase atau fase asal, nukleasi, pertumbuhan kristal, dan rekristalisasi (Hartel, 2001). Pada tahap nukleasi sekunder terjadi pada kondisi di bawah supersaturasi, kristal tumbuh karena ada kontak antar kristal dan larutan. Dibutuhkan bibit atau kristal yang sudah jadi untuk merangsang pertumbuhan kristal yang baru. Bibit yang ditambahkan biasa disebut dengan *seed material*. *Seed material* ini bisa berupa apa saja disesuaikan dengan kristal yang akan dibentuk. *Seed material* berfungsi sebagai tempat penumbuhan kristal, dengan menggunakan *seed material*, kondisi yang sesuai untuk kristalisasi tak mesti harus supersaturasi, sehingga kemungkinan terjadinya kristalisasi lebih besar.

Pada penelitian ini, dimungkinkan larutan belum mencapai tahap supersaturasi, sehingga tahap nukleasi yang dialami adalah nukleasi sekunder yang membutuhkan *seed material*. Tidak ditambahkannya *seed material* pada larutan saat proses kristalisasi karena belum adanya penelitian mengenai adanya *seed material* yang bisa membantu proses kristalisasi AgNO<sub>3</sub>.

Faktor lain yang dapat mempengaruhi terbentuknya inti kristal

antara lain kondisi lewat dingin larutan, suhu, sumber inti kristal, viskositas, kecepatan pendinginan, kecepatan agitasi, bahan tambahan dan pengotor, dan densitas massa kristal (Dewi, 2012). Selain itu, dari penelitian Normah (2013) juga diketahui pengaruh waktu dalam proses kristalisasi minyak kelapa. Adanya bahan tambahan pengotor serta suhu juga mungkin menjadi salah satu faktor yang berpengaruh, karena pada limbah penyepuhan perak yang mengandung banyak anion dan kation selain perak menjadi salah satu sumber pengotor yang menghambat pertumbuhan inti kristal. Suhu yang kurang dikontrol pada saat penelitian sehingga bisa terbentuk Ag<sub>2</sub>O menjadi salah satu faktor kurang terbentuknya AgNO<sub>3</sub>.

Pada penelitian ini, kristalisasi dilakukan dari larutan cair, sehingga pembuatan senyawa AgNO<sub>3</sub> dapat dilakukan pada suhu rendah. Oleh karena itu, kristalisasi dijaga pada suhu yang stabil pada ketiga sampel sehingga tidak terbentuk zat lain yang tidak diinginkan misalnya seperti Ag<sub>2</sub>O. Senyawa AgNO<sub>3</sub> teknis yang terbentuk berwarna abu-abu. Endapan yang dihasilkan juga tidak hanya berwarna abu-abu, namun terdapat warna lain seperti coklat atau hitam. Warna endapan selain abu-abu ini menunjukkan terdapat pengotor dalam endapan perak yang diperoleh dari elektrolisis, sehingga mempengaruhi produk dari kristalisasi. Senyawa AgNO<sub>3</sub> yang dihasilkan pun berbentuk *powder* yang sangat halus.

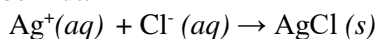
Zat-zat yang normalnya mudah larut dapat diturunkan selama pengendapan zat yang diinginkan dengan suatu proses yang disebut kopresipitasi (Day dan Underwood, 2002: 74). Adanya kopresipitasi dalam proses

kristalisasi ini memang sulit untuk dihindari mengingat dalam limbah penyepuhan perak tidak hanya mengandung perak namun juga mengandung zat lain yang berpotensi menjadi kopresipitan. Kopresipitasi ini dapat diminimalisir menggunakan beberapa cara, salah satunya pengendapan kembali atau lebih dikenal dengan rekristalisasi.

Metode pengendapan kembali ini dapat digunakan untuk meminimalisir kopresipitan karena endapan bisa langsung dilarutkan kembali (seperti garam dari asam lemah dalam asam kuat), dapat disaring, dilarutkan kembali, dan diendapkan kembali. Ion yang mencemarkan akan ada dalam suatu konsentrasi yang rendah selama pengendapan kedua, dan karenanya jumlah yang lebih kecil akan dikopresipitasi.

### Analisis Pendahuluan

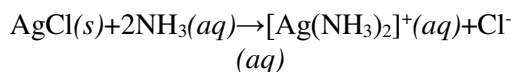
Untuk memastikan bahwa senyawa yang terbentuk merupakan  $\text{AgNO}_3$  maka perlu adanya analisis pendahuluan secara kualitatif. Hasil analisis pendahuluan ini menunjukkan kandungan secara mikro dari zat yang dianalisis. Analisis kualitatif untuk  $\text{AgNO}_3$  didasarkan pada analisis ion  $\text{Ag}^+$  yang diawali dengan mereaksikan sampel dengan  $\text{HCl}$  2 M (Vogel, 1990: 217). Diketahui bahwa terbentuk endapan putih setelah sampel direaksikan dengan  $\text{HCl}$  2 M. Endapan putih tersebut diindikasikan merupakan  $\text{AgCl}$  yang terbentuk menurut reaksi berikut.



Sampel direaksikan dengan  $\text{HCl}$  2 M atau  $\text{HCl}$  encer karena jika sampel yang mengandung ion  $\text{Ag}^+$  direaksikan dengan  $\text{HCl}$  pekat, maka tidak akan terjadi endapan. Setelah cairan didekantasi dari atas endapan, ia akan larut dalam asam klorida pekat, dimana terbentuk kompleks dikloroargentat :

$\text{AgCl}(\text{s}) + \text{Cl}^-(\text{aq}) \rightleftharpoons [\text{AgCl}_2]^{-}(\text{aq})$   
 Dengan mengencerkan dengan air, kesetimbangan bergeser kembali ke kiri dan endapan akan muncul lagi.

Selanjutnya, ditambahkan  $\text{NH}_3$  2 M pada larutan tersebut diketahui endapan  $\text{AgCl}$  yang terbentuk larut kembali setelah direaksikan dengan  $\text{NH}_3$  2 M. Larutan amonia encer melarutkan endapan, karena ion kompleks diaminaargentat terbentuk melalui reaksi berikut.



Pada analisis pendahuluan anion nitrat juga diketahui bahwa sampel menunjukkan hasil positif adanya uap coklat kemerahan sebagai tanda adanya anion nitrat dalam sampel. Sedikitnya sampel yang diuji menyebabkan uap coklat kemerahan tersebut hanya sedikit dihasilkan.

Berdasarkan hasil analisis pendahuluan, dapat disimpulkan sampel yang terbentuk merupakan senyawa  $\text{AgNO}_3$ . Untuk lebih memastikan bahwa senyawa yang terbentuk merupakan  $\text{AgNO}_3$ , maka perlu dilakukan analisis menggunakan instrumen lain seperti *X-Rays Diffraction* (XRD).

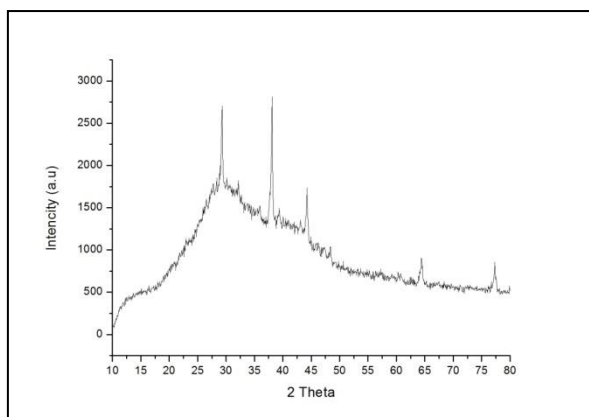
### Karakterisasi XRD

Karakterisasi XRD hanya pada sampel dari elektroda sedang ( $E_s$ ). Pemilihan sampel ini didasarkan pada adanya kemungkinan pada sampel elektroda besar ( $E_b$ ) terdapat banyak pengotor dari logam lain karena besarnya luas permukaan sehingga memungkinkan logam lain juga ikut menempel pada elektroda. Sedangkan pada sampel dari elektroda kecil ( $E_k$ ) karena luas permukaannya yang kecil dan logam perak yang terdepositasi sedikit sehingga jumlah sampel yang dibutuhkan sedikit sehingga karakterisasi kurang maksimal.

Analisis difraktogram XRD sampel  $E_s$  menggunakan JCPDS dengan membandingkan difraktogram sampel dan difraktogram dari beberapa senyawa yang mungkin terbentuk dari reaksi antara logam perak dengan asam nitrat. Berdasarkan difraktogram sampel, diketahui bahwa terdapat lima puncak. Setelah dibandingkan dengan difraktogram dalam JCPDS diketahui puncak pertama sampel pada sudut 29,3452 bersesuaian dengan puncak dari senyawa  $\text{AgNO}_3$  pada sudut 29,617 (Gorbunova, 1984). Puncak kedua sampel pada sudut 38,115 bersesuaian dengan puncak senyawa  $\text{Ag}_2\text{O}$  pada sudut 38,397 (Kabalkina, 1963), sedangkan puncak ketiga, keempat, serta kelima sampel secara berturut-turut pada sudut 44,241; 64,36; 77,3213 bersesuaian dengan puncak logam Ag pada sudut 44,139;

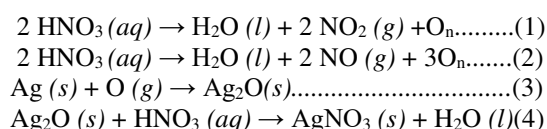
64,674; 78,3 (Jung, 1926). Berdasarkan hasil analisis menggunakan JCPDS diketahui sampel merupakan  $\text{AgNO}_3$  yang masih mengandung senyawa  $\text{Ag}_2\text{O}$  dan logam Ag. Pola melebar dimungkinkan adanya pengotor dalam bentuk amorf.

Senyawa  $\text{Ag}_2\text{O}$  berwarna coklat, sedangkan  $\text{AgNO}_3$  yang terbentuk berwarna abu-abu. Adanya senyawa  $\text{Ag}_2\text{O}$  pada sampel dapat disebabkan karena lama waktu proses kristalisasi yang kurang serta konsentrasi dari larutan asam nitrat yang digunakan kurang pekat. Konsentrasi larutan asam nitrat yang digunakan dalam penelitian ini sebenarnya sudah sesuai dengan referensi yang digunakan, namun faktor lain seperti kualitas bahan yang digunakan bisa menjadi salah satu penyebab. Berikut hasil analisis difraktogram sampel dengan JCPDS.



Gambar 2. Hasil Karakterisasi XRD Sampel

Pembentukan  $\text{AgNO}_3$  sendiri dapat dijelaskan melalui reaksi berikut.



Reaksi (1) menunjukkan peruraian dari larutan asam nitrat pekat sedangkan reaksi (2) menunjukkan peruraian dari larutan asam nitrat encer. Perbedaan dapat diketahui pada saat perak direaksikan dengan  $\text{HNO}_3$  dari gas yang dihasilkan. Gas  $\text{NO}_2$  berwarna coklat seperti yang dihasilkan pada saat kristalisasi, artinya konsentrasi larutan bukan menjadi penyebab utama melainkan proses kristalisasi yang belum sempurna sehingga diperlukan waktu lebih lama lagi. Selain itu,

sampel yang dikarakterisasi diambil dengan menggunakan spatula sehingga dimungkinkan  $\text{Ag}_2\text{O}$  yang ada pada sampel terbawa saat analisis dilakukan.

Munculnya  $\text{Ag}_2\text{O}$  juga dapat disebabkan pada saat proses pembentukan kristal yang sebagian besar tahapnya dipengaruhi oleh suhu. Suhu pada saat kristalisasi mempengaruhi pembentukan kristal, sedangkan suhu optimum pembentukan kristal  $\text{AgNO}_3$  cukup sulit ditentukan. Jika kristalisasi menggunakan oven, maka gas yang dihasilkan akan membahayakan sampel lain yang ada pada oven, sedangkan oven yang ada dalam laboratorium program studi pendidikan kimia masih kurang memadai karena suhu yang tidak bisa diatur. Oleh karena itu, suhu menjadi salah satu faktor yang mempengaruhi terbentuknya senyawa  $\text{Ag}_2\text{O}$ .

Berdasarkan hasil perhitungan menggunakan rumus *Debye-Scherrer* diketahui sudut pada intensitas tertinggi yaitu 38,115 dengan FWHM 20,49455 dan panjang gelombang 0,1541 nm diperoleh ukuran kristal senyawa  $\text{AgNO}_3$  yang terbentuk yaitu 0,0086 nm.

### Uji Hipotesis

Dilihat dari urgensi penelitian, maka taraf signifikansi yang digunakan adalah 5%. Uji statistik menggunakan Aplikasi SPSS 20. Uji statistik yang digunakan menggunakan uji statistik nonparametrik mengingat jumlah sampel kurang dari 30 dan tidak bergantung pada asumsi-asumsi yang kaku atau bersifat khusus (Westriningsih, 2012: 114). Sebelum dilakukan uji hipotesis maka perlu dilakukan uji prasyarat analisis berupa uji normalitas dan homogenitas (Budiyono, 2013: 168).

Uji normalitas menggunakan berupa uji Kolmogorov-Smirnov. Hasil uji normalitas menunjukkan signifikansi = 0,984 atau  $> \alpha = 0,05$ , maka  $H_0$  diterima dan sampel berdistribusi normal, namun variansi tidak homogen, sehingga dilakukan uji hipotesis menggunakan uji *Mann – Whitney U* untuk pengaruh luas penampang terhadap banyaknya logam perak yang terdeposisi. Hipotesis dalam penelitian ini dapat dirumuskan sebagai berikut.



$H_0$ : Tidak terdapat pengaruh luas penampang elektroda terhadap banyaknya logam perak yang terdeposisi.

$H_1$ : Terdapat pengaruh luas penampang elektroda terhadap banyaknya logam perak yang terdeposisi.

Hasil uji hipotesis menunjukkan  $P_{value}$  atau signifikansi = 0,046 atau  $< \alpha = 0,05$ , maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima. Dapat disimpulkan bahwa terdapat pengaruh luas penampang elektroda terhadap banyaknya logam perak yang terdeposisi.

### Analisis Usaha

Hasil dari penelitian ini diharapkan mampu memberikan manfaat bagi masyarakat, salah satunya dapat meningkatkan pendapatan perajin perak dengan usaha pembuatan  $AgNO_3$  teknis dari limbah penyepuhan perak. Sebelum memulai suatu usaha, maka perlu dilakukan analisis usaha untuk menentukan harga pokok penjualan (HPP), keuntungan yang diperoleh, serta kelayakan usaha sebagai berikut.

Dalam satu minggu, limbah yang dihasilkan dalam usaha penyepuhan perak  $\pm 1750$  ml. Pembuatan  $AgNO_3$  untuk usaha ini masih dilakukan untuk skala kecil, maka setiap hari perajin dapat membuat  $AgNO_3$  teknis dari  $\pm 250$  ml limbah perak untuk sekali produksi. Jika ingin memulai suatu usaha, maka perlu dilakukan suatu kegiatan yang mempelajari secara mendalam tentang suatu usaha atau bisnis yang akan dijalankan, dalam rangka menentukan layak atau tidak usaha tersebut dijalankan (Kasmir dan Jakfar, 2003: 6).

Terdapat beberapa aspek yang perlu dilakukan dalam studi kelayakan bisnis yaitu aspek hukum, aspek pasar dan pemasaran, aspek keuangan, aspek teknis/operasi, aspek manajemen/organisasi, aspek ekonomi sosial, dan aspek dampak lingkungan. Pada penelitian ini hanya akan dibahas tentang aspek keuangan, karena usaha pembuatan  $AgNO_3$  yang akan dibuat ini merupakan usaha sampingan yang bertujuan untuk meningkatkan pendapatan perajin selain pendapatan dari usaha yang sudah dijalankan yaitu penyepuhan perak.

Dalam satu minggu, bisa dihasilkan 0,55 g  $AgNO_3$  dengan harga jual Rp

25.000,00/g. Berdasarkan harga jual tersebut diketahui bahwa usaha ini ini diketahui B/C Ratio usaha ini yaitu 1,66, artinya usaha ini layak dikembangkan dengan keuntungan Rp 1.967.499,60/tahun dan waktu pengembalian modal sekitar 0,33 tahun. Titik impas di mana penghasilan dalam usaha ini sama dengan modal usaha akan tercapai pada produksisenyawa  $AgNO_3$  sebanyak 42 g. Pada titik ini perajin perak tidak mengalami untung maupun rugi. Artinya, dalam kurun waktu 0,33 tahun atau sekitar 4 bulan, perajin penyepuhan perak dapat memproduksi 42 g senyawa  $AgNO_3$ . Investasi usaha ini sebesar Rp 66 setiap pembiayaan Rp 100. Hasil analisis aspek keuangan tersebut menyatakan bahwa usaha pembuatan  $AgNO_3$  layak jual.

## Simpulan, Saran, dan Rekomendasi

### Simpulan

1. Pembuatan senyawa  $AgNO_3$  teknis dari limbah penyepuhan perak dimulai dari elektrolisis menggunakan elektroda karbon pada tegangan 3 V kemudian mereaksikan logam perak yang terdeposisi dengan larutan asam nitrat pekat (8 M) berlebih untuk selanjutnya dilakukan kristalisasi.
2. Semakin besar luas penampang elektroda yang digunakan untuk proses elektrolisis maka semakin banyak logam perak yang terdeposisi.

### Saran

1. Melakukan rekristalisasi terhadap hasil kristalisasi  $AgNO_3$ , sehingga diperoleh  $AgNO_3$  yang lebih murni.
2. Memperhatikan faktor-faktor lain yang mempengaruhi elektrolisis dan kristalisasi.
3. Menentukan *seed material* yang cocok untuk kristalisasi  $AgNO_3$ .
4. Menentukan konsentrasi perak dalam sampel sebelum dan sesudah elektrolisis agar diketahui dengan pasti banyaknya perak yang berhasil dielektrolisis.

### Rekomendasi

1. Dapat menjadi rekomendasi bagi para penyepuh perak agar bisa memanfaatkan limbah penyepuhan perak

2. Dapat menjadi rekomendasi bagi pengelola laboratorium di sekolah maupun perguruan tinggi agar dapat menggunakan cara ini untuk memperoleh bahan kimia teknis untuk praktikum dengan tingkat keakuratan rendah

## Daftar Pustaka

- Aier, A., Prabhakaran, D., & Kannadasan, T. (2014). Experimental Study on Recovery of Copper from Electronic Waste by Electrolytic Process. *Journal of Chemical, Biological and Physical Sciences*, February 2014 – April 2014, Vol. 4(2); 946-952.
- Basuki, K.T., Muhadi, A.W., & Sudibyo. (2009). *Pengaruh pH dan Tegangan Pada Pembuatan Serbuk Itrium dari Konsentrasi Itrium Hasil Proses Pasir Senotim dengan Elektrolisis*. Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir, STTN Batan, Yogyakarta, 5 November 2009, ISSN 1978-0176.
- Budiyono. (2013). *Statistika Untuk Penelitian*. Surakarta : UNS Press.
- Cehade, Y., Siddique, A., Alayan, H., Sadasivan, N., Nusri, S., & Ibrahim, T. (2012). Recovery of Gold, Silver, Palladium, and Copper from Waste Printed Circuit Boards. *International Conference on Chemical, Civil, and Environment Engineering (ICCEE 2012) 24-25 Maret 2012, Dubai*.
- Day, R.A. & Underwood, A.L. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Terj. Iis Sopyan. Jakarta : Erlangga.
- Dewi, S.R. (2012). Kristalisasi. Diperoleh 16 Juli 2013, dari [http://shintarosalia.lecture.ub.ac.id/files/2012/05/srd\\_kristalisasi.pdf](http://shintarosalia.lecture.ub.ac.id/files/2012/05/srd_kristalisasi.pdf).
- Eckenfelder, W. W. (2000). *Industrial Water Pollution Control*. Singapura : McGraw-Hill.
- Gorbunova, Y.E et al. (1984). *Difraktogram AgNO<sub>3</sub> (84-0713)*. Jurnal Volume 10, 340.
- Hartel, R.W. (2001). *Crystallization in Foods*. Gaithersburg, MD: aspen Publ.
- Jung, Z. (1926). *Difraktogram Ag (03-0931)*. Jurnal Volume 64, 423.
- Taha, K.S. Mohd., Salmiaton, A., & Shaffreza, S. (2011). Concentration Profile Behavioral from Digestate Television Printed Circuit Board for Metal Recovery via Electrolysis. *Journal of Applied Sciences*, ISSN 1812-5654.
- Kabalkina, S.S et al. (1963). *Difraktogram Ag<sub>2</sub>O (72-2108)*. Jurnal Volume 152, Kasmir dan Jakfar. (2008). *Studi Kelayakan Bisnis*. Jakarta : Prenada Media Group.
- Kowalska, S., Lukomska, A., Los, P., Chmielewski, T., & Wozniak, B. (2015). Potential – controlled Electrolysis as an effective Method of Selective Silver Electrowinning from Complex Matrix Leaching Solutions of Copper Concentrate. *International Journal of electrochemical Science*, Vol. 10; 1186 – 1198.
- Masebinu, S.O. & Muzenda, E. (2014). Review of Silver Recovery Techniques from Radiographic Effluent and X – ray Film Waste. *Proceedings of the World Congress on Engineering and Computer Science*, Vol. II, 22 – 24 Oktober, San Fransisco, USA.
- Normah, I., Cheow, C.S., Chong, C.L. (2013). Crystal Habit During Crystallization of Palm Oil: Effect of Time and Temperature. *International Food Research Journal*, 20(1); 417-422.
- Rizal, M.N. (2012) Pengaruh Jenis dan Luas Penampang Elektroda Pada Proses Elektrolisis. *Abstrak Hasil Penelitian Politeknik Negeri Bandung*.
- Vogel. (1990). *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Terj. Setyono dan Hadyana Pudjaatmaka. Jakarta : PT Kalman Media Pustaka
- Westriningsih. (Ed). (2012). *Solusi Praktis dan Mudah Menguasai SPSS 20 untuk Pengolahan Data*. Yogyakarta : Penerbit ANDI.
- Widodo, Ghaib, Rahmiati. (2009). Pengaruh Konsentrasi elektrolit, Tegangan, dan Waktu Terhadap kadar Uranium pada elektrolisis PEB U<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>-Al. *Jurnal Teknologi Bahan Nuklir*, Vol. 5(2): 53-105, ISSN 1907-2635.