

OPTIMASI TEKNIK FIRE ASSAY DAN KONDISI KUPELASI UNTUK MEMPEROLEH
KOMPOSISI FLUKS TERBAIK PADA ANALISIS KADAR EMAS
*FIRE ASSAY TECHNIQUE OPTIMATION AND CUPELLATION CONDITION TO OBTAINED
THE BEST FLUKS COMPOSITION ON GOLD CONTENT ANALYSIS*

Oleh:

Ronaldo Irzon dan Kurnia

Pusat Survei Geologi

Jl. Diponegoro 57, Bandung 40122

Abstrak

Pencarian terhadap emas tidak ada habisnya, bahkan sejak 4000 SM bahan ini sudah digolongkan sebagai logam mulia. Karena keberadaan emas di alam berada dalam keadaan heterogen dengan konsentrasi rendah, maka dibutuhkan teknik prakonsentrasi agar analisis kandungannya menjadi lebih tepat. Fire assay merupakan pilihan prakonsentrasi yang telah dikenal pada era Mesir maupun Romawi kuno. Teknik ini memang membutuhkan energi besar dan bahan campuran yang banyak walau ketepatan nilai analisisnya terbukti sangat baik. Optimasi metoda *lead fire assay* yang dipadukan dengan perangkat AAS pada pemeriksaan kadar emas terhadap contoh jenis pasir hitam telah dilakukan. Penelitian ini mendapatkan komposisi fluks terbaik menilik kepada jenis contoh tersebut untuk menghasilkan *lead button* tertinggi. Hasilnya menunjukkan bahwa reaksi fusi campuran fluks tercapai pada temperatur 1000 °C dengan pemanasan selama 60 menit. Optimasi energi dalam penjagaan kondisi *furnace* pada tahap kupelasi juga telah didapat dengan tingkat recovery mencapai 89,5%.

Kata kunci: emas, pasir hitam, *fire assay*, fluks, kupelasi

Abstrack

Gold exploration is endless, even since 4000 BC this material has been classified as a precious metal. Because of the presence of gold in nature is heterogeneous and in low concentration, preconcentration techniques are needed in order to achieve precise analysis of its content. Fire assay preconcentration is an option that has been known in ancient Egypt and Roman eras. This technique does require a high level of energy and lots of mixed materials although the accuracy of the analysis proved to be very good. Optimation lead fire assay method combined with the AAS on the gold content analysis in black sand has been done. This research has determined the best of flux composition on the type of sample based on lead button generation. The result shows flux fusion reaction reached complete at 1000 °C for 60 minutes. Optimization of energy in maintaining the condition of the furnace on cupellation stage also been obtained with a recovery rate of 89.5%.

Key words: gold, black sand, fire assay, fluks, cupellation

Pendahuluan

Menemukan sumber emas (Au) mungkin merupakan impian semua orang dalam hidupnya. Diperlukan suatu ekspedisi yang dalam bahasa geologi dikenal sebagai eksplorasi untuk mendapatkan sumber emas tersebut. Beragam metoda yang sensitif dan ekonomis telah dikembangkan untuk meningkatkan keberhasilan eksplorasi emas pada kadar sangat rendah, bahkan hingga ke wilayah terpencil. Oleh karena itu, beragam studi terhadap perangkat analisis beserta proses preparasinya terus dilakukan sebagai acuan mengenai keberadaan logam mulia ini.

Emas dapat terendapkan pada berbagai kondisi

geologi. endapan plaser adalah jenis endapan emas yang terakumulasi pada sedimen lepasan pada suatu stream bed. Faktor berat jenis dan resistansi terhadap korosi membuat emas menjadi bahan ideal yang dapat terakumulasi pada deposit tipe ini. Penentuan kadar Emas pada endapan plaser kemudian dapat menjadi petunjuk mengenai keberadaan sumber emas primernya. Secara alami emas berasosiasi dengan perak (Ag), dan terkadang dengan tembaga maupun bahan metal lain. Elemen metal tersebut lebih mudah terlarut dari pada Emas, sehingga endapan plaser yang semakin jauh dari sumbernya akan memiliki kemurnian yang lebih baik (Park and MacDiarmid 1975). Emas pada pasir hitam telah menjadi bagian penting pada placer deposit, seperti dapat dilihat pada Gambar 1.

Emas berbutir sangat halus (hampir setara tepung) telah ditemukan pada contoh pasir di Sandy Creek, Deadmans Run, Brushy Fork dan lima lokasi lain, Ohio – Amerika Serikat (Hansen, 1995).

Kandungan emas memang terdapat di alam dalam keadaan heterogen dengan kadar yang rendah, oleh karena itu penentuan kadar emas umumnya terbagi atas dua tahapan. Tahapan pertama adalah pemisahan emas (biasanya dengan perak) dari bahan lain, yang menghasilkan konsentrat. Proses berikutnya adalah analisis kandungan emas pada contoh yang telah terkonsentratkan tadi menggunakan perangkat analisis seperti: AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) dan XRF (*X-Ray Fluorescence*) (Petrovic dr., 2001; Randolph, 1993; Balam dr., 2006). Perkembangan jenis dan model peralatan analisis sesungguhnya juga memungkinkan analisis emas tanpa prakonsentrasi, yakni menggunakan ICP-MS (*Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry*) maupun INAA (*Instrumental Neutron Activation Analysis*), namun perangkat ini masih rentan terhadap gangguan pembacaan akibat elemen lain yang masih terdapat pada larutan contoh (Hoffman dr., 1999).

Fire assay sering dipilih sebagai metoda untuk mengkonsentrasikan emas dan perak yang bahkan telah dimanfaatkan sejak 4000 SM karena memang memiliki akurasi tinggi (Klemm dr., 2001; Turan dan Yucel, 2011). Secara garis besar, tahapan metoda *fire assay* terdiri dari pencampuran *fluks*, reaksi fusi, dan *cupellation*, seperti dapat dicermati pada Gambar 2. Namun demikian operasi *fire assay* juga memiliki beberapa kekurangan, diantaranya:



Gambar 1. Pasir hitam dari wilayah Hawaii yang terbukti mengandung emas (sumber <http://www.ebay.com/bhp/black-beach-sand>)

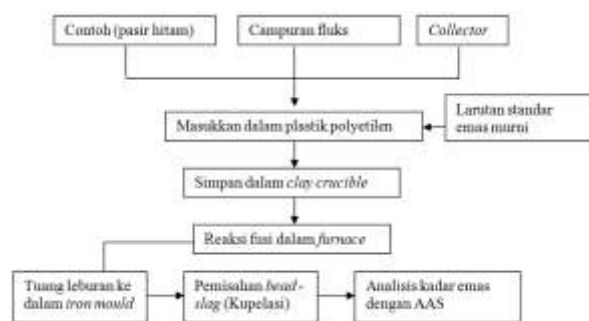
peralatan dan bahan-bahan yang digunakan bernilai mahal, membutuhkan banyak energi untuk menjaga furnace berada pada kondisi operasinya, mencemari lingkungan akibat PbO yang dihasilkan, dan hasilnya amat bergantung kepada pengalaman dan skill assayer (Caporali dr., 2010). Balam dr. (2006) telah melakukan optimasi komponen *fluks* terhadap tiga jenis batuan: asam, *intermediate*, dan ultramafik menggunakan nikel sulfida – *fire assay* (NiS-FA). Tulisan ini menyajikan optimasi perangkat *fire assay* yang dimiliki Pusat Survei Geologi untuk mendapatkan komposisi *fluks* yang optimal dan temperatur terbaik pada tahapan *lead* (Pb) *fire assay* (Pb-FA) terhadap contoh berupa pasir hitam (*black sand*) sehingga bahan maupun energi yang dibutuhkan pada analisis menjadi lebih efisien.

Metoda Penelitian

Alat dan Bahan

Terdapat beberapa jenis bahan kimia yang biasa dipakai sebagai campuran *fluks* seperti ditulis oleh banyak peneliti terdahulu (seperti: Beamish dan van Loon, 1972; Juvonen dan Vaananen, 1993). Contoh yang dipakai pada studi ini adalah pasir hitam dari daerah Lombok, Nusa Tenggara Barat. Campuran bahan pembentuk komponen *fluks* pada penelitian ini adalah:

Na_2CO_3 (natrium karbonat). Bahan yang bersifat basa kuat, bereaksi dengan contoh membentuk alkali sulfid, aluminat dan kuarsat. Dapat dipandang sebagai bahan pengoksidasi dan penghilang sulfur. Bahan ini akan memiliki titik leleh 852°C , sedang pada 950°C akan mengalami disosiasi yang kemudian melepas hingga 4% alkali bebas.



Gambar 2. Alur kerja pemeriksaan kadar emas dengan metoda *fire assay* (penyederhanaan dari Balam dr., 2006)

- PbO. Dikenal juga sebagai litharge. PbO merupakan agen oksidasi dan desulfurisasi. Ketika PbO tereduksi dalam leburan menghasilkan Pb yang bertindak sebagai penghimpun logam mulia (*collector*). Pada jenis NiS-FA, bahan yang menjadi *collector* adalah nikel sulfida.
- SiO₂ (silika). Bahan yang bersifat asam kuat yang akan membentuk kuarsa dengan oksida logam. Bahan ini ditambahkan apabila bijih memiliki kadar kuarsa yang rendah sehingga menghasilkan leburan yang lebih cair dan melindungi cawan agar tidak rusak karena PbO.
- Na₂B₄O₇. Dikenal sebagai boraks berupa bahan yang sangat encer saat meleleh. Pada temperatur tinggi, bahan ini bersifat asam kuat, mampu melarutkan semua oksida logam, dan juga berfungsi untuk menurunkan titik lebur.
- CaF₂ (*calcium fluoride*). Menambah fluiditas dari leburan, digunakan apabila contoh mempunyai kandungan Al lebih dari 1%.
- Tepung (*flour*). Sebagai sumber C untuk mereduksi PbO menjadi Pb yang penting dalam menghimpun logam mulia.

Komposisi *fluks* yang baik harus memiliki temperatur pembentukan yang berada dalam kisaran kemampuan *furnace*. *Fluks* diharapkan tetap tebal pada temperatur pembentukannya hingga memungkinkan logam mulia yang ada terlepas dari ikatan kimia atau mekaniknya, dimana pada proses ini Pb dan partikel logam mulia menyatu di bagian bawah yang disebut bead sedangkan bahan lain terkumpul dalam slag. Agar tidak mengganggu



Gambar 3. Clay crucible yang dipergunakan pada reaksi fusi maupun skorifikasi

pemisahan logam mulia yang diharapkan, afinitas fluks terhadap emas-perak diusahakan sekecil mungkin dengan nilai *specific gravity* yang rendah. Fluks yang baik akan menghasilkan slag yang homogen saat mendingin dan dapat dipisahkan dengan mudah dari dasar wadah tahan panas (*crucible*). Pada studi ini telah digunakan jenis *clay crucible* (Gambar 3).

Pemilihan komponen fluks memang sangat berdasar pada pengalaman dan pengetahuan kimia maupun mineralogi mengenai jenis contoh yang akan diperiksa kandungan emasnya. Haffty dr. (1977) telah mendeskripsikan komposisi bahan imbuh terhadap belasan jenis contoh pada pengukuran logam mulia seperti terdapat pada Tabel 1. Nilai komposisi ini menjadi titik awal penelitian kami. Studi ini mencoba variasi komposisi *fluks* pada massa tepung, silika, dan kalsium florida. Pada sisi lain komposisi contoh pasir hitam, Na₂CO₃, PbO, dan boraks ditetapkan sama yaitu secara berturut-turut 15 g, 30 g, 40 g, dan 8 g.

Studi ini menggunakan *furnace* (tanur) jenis *muffle furnace* dalam melebur *fluks* dan contoh. Tanur yang sama juga dimanfaatkan dalam proses *cupellation*. Pengukuran kadar emas contoh pada tahap akhir menggunakan AAS tipe *graphite* sesuai dengan beberapa studi sebelumnya (seperti: Juvonen dan Vaananen, 1993; Petrovic dr., 2001). Perangkat AAS yang kami gunakan adalah tipe 120 FS Variant. Seluruh bahan dan alat yang dipakai adalah milik Laboratorium Geologi - Pusat Survei Geologi.

Alur Penelitian

Secara garis besar teknik fire assay dibangun oleh preparasi contoh dengan komposisi fluks, *crucible fusion* atau *scorification* (opsional), *cupellation* (kupelasi, pemisahan bead dari slag), diakhiri dengan pengukuran kadar emas menggunakan AAS. Rangkaian penelitian terangkum pada Gambar 2. Contoh harus bebas kontaminasi saat tahap preparasi untuk menjamin ketepatan hasil akhir analisis. Besar butir contoh yang digunakan berukuran sekitar 200 mesh atau lebih halus lagi. Semakin kecil ukuran contoh, reaksi akan berlangsung lebih cepat. Pada analisis kadar emas spesifik pada contoh pasir hitam ini, penulis menggunakan komposisi *fluks* sesuai penelitian sebelumnya (Haffty dr., 1977) dengan memvariasikan komposisi kuarsa, CaF₂, dan tepung.

Tabel 1. Petunjuk untuk membuat campuran bahan imbuhan dalam analisis berbagai bijih. Semua satuan dalam gram (sumber: Haffty dr., 1977). RP = reducing power

Jenis contoh	Berat conto	Na ₂ CO ₃	PbO	SiO ₂	Na ₂ B ₄ O ₇	CaF ₂	Fluor	KNO ₃
Peleburan pendahuluan tanpa data RP	3	10	46	3	1	0	0	0
Basalt	15	30	35	4-8	35	1	3,2	0
Tembaga sulfid	15	20	100	10	5	1	0	7,5
Dolomit	15	30	34	6	35	0	3,4	0
Batuan fluorit	15	25	40	15	8	0	3,0	0
Galena (RP = 3,41)	15	20	50	5	3	0	0	5,3
Hematit	15	25	60	12-15	7	1	3,8	0
Batuan kaolin	15	20	50	12	10	5	2,8	0
Magnetit	15	25	50	15	6	4	4,0	0
Bijih mangan	15	30	35	6-12	35	1	3,2	0
Pirit (RP = 10,56)	15	30	60	12	10	0	0	30
Pirhotit (RP = 5,89)	15	35	70	10	10	0	0	15
Kuarsa	15	20	40	0	3	0	3,0	0
Riolit	15	20	50	1	3	1	2,8	0
Pasir hitam	15	30	40	20	8	5	2,5-3,8	0
Spalerit (RP = 7,00)	15	30	90	12	10	0	0	18
Sulfid (masif) (RP = 8,07)	7,5	35	70	12	10	0	0	7,0
Tuff	15	20	50	1	3	1	2,6-3,0	0

Reaksi fusi dimaksudkan agar seluruh komponen fluks dapat menyatu melalui pemanasan. Proses ini dilakukan dengan memasukkan contoh beserta *fluks* ke *crucible*, pada studi ini kami menggunakan jenis *clay crucible*. Penelitian ini mengamati pengaruh temperatur terhadap reaksi fusi pada contoh jenis black sand (pasir hitam) dan fluks, yakni pada 900, 950, 1000, dan 1050°C. Seluruh variasi temperatur reaksi fusi dilaksanakan selama satu jam. Kondisi dianggap optimal jika seluruh campuran telah tercampur dengan baik.

Scorification/skorifikasi terkadang menjadi pilihan selain reaksi fusi untuk menyatukan logam mulia dengan kadar tinggi. Opsi skorifikasi melibatkan penggunaan timbal yang disudahi dengan penambahan boraks. Timbal yang teroksidasi menjadi bagian dari reaksi fusi dengan residunya kemudian bertindak sebagai kolektor. Skorifikasi lebih dipilih jika besar lead button yang dihasilkan terlalu besar. Mineral alami sangat jarang memiliki kandungan logam mulia yang tinggi, oleh karena itu reaksi fusi lebih sering dimanfaatkan pada jenis contoh selain perhiasan.

Optimasi berikutnya dilakukan terhadap kondisi kupelasi (*cupellation*). Kupelasi merupakan proses pemisahan Au dan Ag dari Pb. Kupelasi yang merupakan bagian dari proses pada *fire assay* telah teruji mampu mencapai tingkat presisi yang sangat baik (Caporali, 2010). Proses terdiri dari oksidasi Pb

menjadi PbO secara cepat pada cawan kupel pada suhu tinggi dalam tanur dengan pintu terbuka untuk membiarkan udara masuk sebagai oksidator. Lead button (juga dikenal sebagai *Pb-button*) akan menyerap PbO yang terbentuk selama proses berlangsung, sedangkan Au, Ag dan logam mulia lain akan tertinggal sebagai pelet pada tengah-tengah cawan kupel. Pada proses ini perlu diwaspadai apabila terdapat Cu, Ni dan logam transisi lain dalam jumlah cukup banyak pada *lead button* sehingga logam mulia dapat hilang terserap kupel (pada kondisi ini skorifikasi mutlak diperlukan). Apabila temperatur kupelasi terlalu rendah PbO akan menjadi kerak, sebaliknya jika terlalu tinggi Ag dapat menguap. Menjaga suhu pada proses kupelasi perlu pengalaman, terutama untuk contoh yang tinggi kadar Ag-nya. Pada studi ini kami melakukan tiga opsi kupelasi: temperatur 700 °C selama 1 jam, 800°C selama 1 jam, dan 850 °C selama 45 menit.

Tahap akhir teknik fire assay adalah pemisahan emas dari perak. Prill yang didapat setelah kupelasi ditambahkan dengan asam nitrat diatas hot plate hingga Ag terlarut. Berikutnya adalah penambahan 3 ml HCl hingga emas terlarut. Dalam kondisi temperatur kamar, aquaregia 50% ditambahkan kedalam larutan hingga volume totalnya mencapai 10 ml. Lima tingkat standar emas digunakan untuk menghasilkan kurva kalibrasi dalam penentuan kadar emas dalam contoh.

Tabel 2. Hasil penentuan temperatur dan waktu reaksi fusi terbaik

Kondisi Reaksi Fusi	Hasil pengamatan
900 °C, 60 menit	Leburan berwarna merah pada bagian dasar <i>fire clay</i> terlihat bayangan gelap cukup banyak
950 °C, 60 menit	Leburan berwarna merah pada bagian dasar <i>fire clay</i> terlihat bayangan gelap sedikit
1.000 °C, 60 menit	Leburan berwarna merah jernih
1.050 °C, 60 menit	Leburan berwarna merah jernih

Hasil dan Pembahasan

Optimasi Temperatur dan Rentang Waktu Reaksi Fusi

Campuran fluks bersama dengan contoh pasir hitam dimasukkan ke dalam *clay crucible* untuk dilebur pada tahap fusi. Ulasan data hasil reaksi fusi pada empat variasi kondisi tercantum pada Tabel 2. Hasil analisis menunjukkan bahwa reaksi fusi selama satu jam pada 900 dan 950 °C meninggalkan bayangan gelap pada dasar *clay crucible*. Bayangan gelap merupakan pertanda bahwa seluruh komponen belum melebur sempurna sehingga bukan merupakan opsi yang baik untuk dilanjutkan ke tahap berikutnya. Reaksi fusi tampak telah berjalan sempurna setelah peleburan selama satu jam pada 1000 dan 1050°C.

Komposisi pasir hitam, Na₂CO₃, PbO, dan boraks pada percobaan variasi fluks dibuat tetap, yaitu secara berturut-turut 15, 30, 40, dan 8 gram. Kadar SiO₂, CaF₂, dan tepung divariasikan untuk mendapatkan jumlah *lead/Pb button* maupun *recovery* terbaik. Setelah peleburan pada 1000°C selama 60 menit selesai, hasil leburan dituang ke iron mould. *Pb/lead button* putih kusam akan tampak terpisah dari slag yang berwarna hijau terang setelah pendinginan beberapa saat, seperti tampak pada Gambar 4.

Peniadaan tepung sebagai bahan imbuhan sangat berpengaruh terhadap *lead button* yang dihasilkan. Studi ini membuktikan bahwa tanpa penambahan tepung meski dengan komposisi kuarsa yang tinggi, tak ada *lead button* yang dihasilkan seperti tertera pada Tabel 3a. Fakta ini sesuai dengan fungsi tepung sebagai penyedia karbon (C) yang berguna sebagai reduktan (Hoffman dr., 1999) sehingga PbO berubah menjadi Pb sesuai persamaan reaksi (1).



Bertolak dari komposisi sebelumnya, studi dilanjutkan dengan menurunkan kadar SiO₂ dan CaF₂

secara berurutan menjadi 12-4 gram dan 2-4 gram. Komposisi contoh maupun bahan imbuhan lainnya dibuat mengikuti kondisi sebelumnya. Penulis mencobakan lima komposisi selanjutnya untuk mengamati pengaruh pada keadaan setelah fusi dengan data tertera pada Tabel 3b. Pada seluruh variasi komposisi, larutan standar emas murni dengan kadar setara 40 µg emas ditambahkan untuk mengetahui nilai *recovery* pada tahap analisis menggunakan AAS. Komposisi *calcium fluoride* dan tepung sebesar 2 dan 1,7 gram menunjukkan bahwa masih adanya bahan yang berceceran yang keluar *clay crucible* walau SiO₂ divariasikan 14 maupun 12 gram. Sesuai dengan komposisi fluks yang disarankan Haffty dr. (1977), jumlah tepung memang harus berada dalam kisaran 2,5-3,8 gram, pada studi ini bernilai 2,6 gram, dengan pengamatan bahwa semua bahan tampak tercampur dengan baik. Bila merujuk kepada *massa lead button*, maka komposisi fluks SiO₂, CaF₂, dan tepung secara berturut 14, 4, dan 2,6 gram merupakan variasi terbaik dengan hasil *lead button* 18,14 gram.



Gambar 4. Hasil reaksi fusi di iron mould. Bagian kerucut yang berwarna abu adalah *lead button*, bagian berwarna kehijauan adalah slag.

Tabel 3. Penentuan komposisi fluks terbaik dengan jenis contoh berupa pasir hitam.

(a) Pembuktian pengaruh tepung sebagai sumber karbon terhadap generasi Pb-button.

SiO ₂	CaF ₂	Tepung	Pb-button (gr)
20	5	2,5	13,618
18	3	2,5	16,980
20	5	0	0
18	3	0	0

(b) Percobaan berikutnya dengan dua opsi jumlah penambahan tepung. Contoh pasir hitam, Na₂CO₃, PbO, dan boraks dibuat tetap, yaitu secara berturut-turut 15, 30, 40, dan 8 gram. Seluruh angka pada tabel dalam satuan gram

No	SiO ₂	CaF ₂	Tepung	lead button	Kondisi Setelah Fusi
1	(3)14	2	1,7	12,12	Terdapat bahan berceceran
2	(5)14	2	2,6	18,05	Tercampur dengan baik
3	(8)14	4	2,6	18,14	Tercampur dengan baik
4	(4)12	2	1,7	11,59	Terdapat bahan berceceran
5	(6)12	2	2,6	16,01	Tercampur dengan baik

Optimasi Kondisi Kupelasi

Temperatur dan waktu kupelasi merupakan angka yang variatif. Petrovic dr. (2001) melakukan kupelasi pada temperatur 890 – 940 °C selama 20 – 30 menit, sedangkan Raju (2006) menyatakan bahwa kupelasi terbaik didapat pada 1000°C selama 60 menit, kemudian Juvonen dan Vaananen (1993) memberikan lima opsi kondisi kupelasi. Semua studi tersebut tentu untuk optimasi energi yang memang sangat tinggi saat menggunakan metoda *fire assay*. Lima buah *lead button* hasil variasi komposisi fluks pada reaksi fusi terlebih dahulu dicobakan pada kondisi kupelasi pada temperatur terendah, yakni 700 °C. Jika Pb beserta bahan selain emas dan perak belum terpisah, maka *lead button* tersebut akan dikupelasi dengan kondisi temperatur yang lebih tinggi.

Kupelasi disimpulkan selesai bila prill (agregat emas dan perak) telah terbentuk (Randolph, 1993). Seluruh hasil variasi kondisi kupelasi terangkum pada Tabel 4. Data penelitian menunjukkan bahwa kelima *lead button* masih menyisakan Pb (*lead*) dengan kupelasi pada 700°C selama 60 menit. Kandungan Au dan Ag tampak telah terpisahkan dari Pb pada tiga jenis *lead button* dengan kondisi kupelasi 800°C selama 60 menit (varian no 2, 3, dan 4). Dua varian, no 1 dan 5, memerlukan temperatur 850°C untuk dapat menyelesaikan kupelasi walau dengan waktu 15 menit lebih singkat.

Prill yang terbentuk ditambahkan dengan asam

nitrat, asam klorida, dan aquaregia untuk memisahkan emas dan perak. Pada penelitian ini dilakukan pula penambahan perak nitrat ke dalam lautan untuk menaikkan perbandingan perak terhadap emas. Kenaikan perbandingan kedua logam ini akan mempermudah proses pemisahan (De Neve, 1986). Terdapat beberapa opsi lain dalam proses pemisahan emas dan perak, yakni dengan penambahan: leburan besi-nikel-tembaga, nikel sulfida, maupun tembaga sulfida. Perangkat AAS digunakan untuk menganalisis kadar emas yang terdapat dalam contoh dengan tembaga yang telah terpisahkan.

Validitas data penelitian merupakan hal penting sehingga hasil penelitian dapat dikatakan memiliki tingkat kepercayaan yang tinggi. Beberapa cara dapat dilakukan untuk mengetahui level validasi ini, salah satunya dengan teknik adisi bahan standar (*standard addition*). Kroner dr. (2005) memvalidasi data hasil analisis geokimia terhadap lapisan kerak Bumi di bagian utara Cina dengan teknik ini. *Standard addition* dilakukan dengan menambahkan sejumlah bahan standar yang telah diketahui kadarnya kedalam contoh sebelum operasi dan melihat bagaimana perubahan jumlah nilai tersebut setelahnya. Pada penelitian ini kami menggunakan larutan standar dengan kadar setara 40 µg emas terhadap contoh pasir hitam dengan kelima variasi *fluks*. Perbandingan kadar emas yang didapat sebelum dan setelah *fire assaying* menjadi nilai *recovery* untuk menentukan validitas metode (Tabel 4).

Tabel 4. Pengaruh kondisi kupelasi terhadap kelima lead button hasil reaksi fusi terhadap jumlah prill dan recovery adisi CRM. Penomoran varian sama dengan penomoran pada Tabel 3b.

No	700 ° C, 60 menit	800 ° C, 60 menit	850 ° C, 45 menit	% recovery
1.	Pb masih tersisa	Pb masih tersisa	Pb meresap, 8,33 mg prill	66,25
2.	Pb masih tersisa	Pb meresap, 8,57 mg prill	-	75,5
3.	Pb masih tersisa	Pb meresap, 7,84 mg prill	-	55,63
4.	Pb masih tersisa	Pb meresap, 8,38 mg prill	-	70,0
5.	Pb masih tersisa	Pb masih tersisa	Pb meresap, 8,44 mg prill	89,5

Jumlah prill yang didapat tidak selalu berbanding lurus dengan level *recovery*, dimana varian no 2 dengan berat prill paling tinggi tidak memiliki nilai *recovery* tertinggi pula. Setiap bahan pada *fluks* memiliki fungsi berbeda. Silika berperan menyerap bahan selain emas dan perak namun tidak banyak berpengaruh terhadap pembentukan *lead button*. Begitu pula dengan kalsium florida yang lebih bermanfaat untuk pemisahan aluminium pada contoh. Dengan demikian, pemilihan komposisi *fluks* sejak awal merupakan faktor utama untuk mendapatkan rangkaian analisis untuk mendapatkan hasil yang valid. *Recovery* bernilai maksimal (89,5 %) saat bahan imbuhan SiO_2 , CaF_2 , dan tepung yang ditambahkan seberat 12, 2, dan 2,6 gram.

Kesimpulan dan Saran

Komposisi *fluks* terbukti sangat berpengaruh terhadap keberhasilan prakonsentrasi emas dengan jenis contoh berbeda. Setiap bahan pada *fluks* memiliki fungsi tersendiri dan tidak selalu jika suatu bahan ditambahkan tanpa memperhatikan bahan lain akan efektif menaikkan nilai emas yang dapat dipisahkan. Studi ini membuktikan bahwa pada *lead fire assay*, fungsi tepung sebagai penyedia karbon untuk menghasilkan *lead button* tak dapat tergantikan oleh lima bahan lain. Contoh pasir hitam menghasilkan *lead button* tertinggi dengan komposisi contoh, Na_2CO_3 , PbO, Silika, boraks, CaF_2 , dan tepung secara berurutan 15, 30, 40, 14, 8, 4, dan 2,6 gram. Reaksi fusi seluruh bahan campuran telah tercapai dengan keadaan pemanasan selama

60 menit dengan temperatur 1000 maupun 1050 °C menilik bahwa tidak adanya titik hitam pada fluks setelah pemanasan. Namun demikian, opsi pemanasan pada 1000°C merupakan pilihan terbaik berdasarkan optimasi energi dan biaya operasi.

Rangkaian analisis kami menyimpulkan bahwa kupelasi contoh berupa pasir hitam tidak berlangsung baik pada 700°C dengan waktu selama 60 menit. Tiga dari lima varian fluks dapat mencapai kupelasi yang baik dengan temperatur 800°C selama 60 menit, sisanya pada kondisi 850°C selama 45 menit. Dengan mengacu pada nilai *recovery*, maka kupelasi terbaik didapat pada 850°C selama 45 menit dengan komposisi 15 g contoh pasir hitam, 30 gr Na_2CO_3 , 40 gr PbO, 12 gr SiO_2 , 8 gr boraks, 2 gr CaF_2 , dan 2,6 gr tepung. Kemudian sesuai dengan pernyataan beberapa ahli sebelumnya, skil individu *assayer* tentu sangat menentukan tingkat keberhasilan metoda ini (seperti: Hoffman drr., 1999; Caporali drr, 2010).

Pada prinsipnya pengukuran kadar emas juga dapat dilakukan dengan menggunakan beberapa perangkat lain yang dimiliki Pusat Survei Geologi, seperti: volumetri, XRF maupun ICP-MS. Semua metoda tentu membutuhkan kondisi bahan tertentu agar berjalan optimal. Penulis juga tidak dapat menafikan pengaruh kalibrasi perangkat terhadap hasil analisis. Kondisi AAS yang dipakai juga berpengaruh terhadap perhitungan *recovery*. Melalui studi perbandingan nilai pengukuran kadar logam mulia setelah *fire assaying* menggunakan XRF maupun ICP-MS, maka hasil penelitian ini kelak dapat lebih dipertajam.

Ucapan Terimakasih

Alhamdulillah adalah kata yang pantas pertama kali terucap atas selesainya proyek penelitian ini hingga membuahkan satu tulisan. Bapak Denny Mundhary sangat berjasa pada

penelitian ini dengan sumbangan tenaga dan pemikirannya. Demikian pula atas bantuan Bapak Usep dan Ibu Erna untuk dukungan administrasinya. Paper ini tak akan selesai tanpa dukungan keluarga kami dalam memompa semangat dan kembali menentukan visi kami sebagai researcher.

Acuan

- Balaram, V., Mathur, R., Banakar, V.K., Hein, J.R., Rao, C.R.M., Rao, T.G., and Dasaram, B. 2006. Determination of The Platinum – Group Elements (PGE) and Gold (Au) in Manganese Nodule Reference Samples by Nickel Sulfide Fire-Assay and Te Coprecipitation with ICP-MS. *Indian Journal of Marine Science*.35(1): 7-16.
- Beamish, F.E. and van Loon, J.C. 1977. *Analys of Noble Metal*. Academic Press, New York, Amerika Serikat
- Caporali, S., Bellandi, S., Innocenti, M., Lopilato, O., Romualdi, L. and Pezzatini, G. 2010. Determination of Gold in Alloys via Potentiometric Titration; an Alternative to The Fire Assay. *Gold Bulletin*.42(2): 122-130.
- De Neve, R. 1986. *Analysis of Precious Metals Combining Classical Collection Procedure with Modern Instrumentation*. 10th Annual IPMI Meeting, Lake Tahoe, Nevada, Amerika Serikat.
- Haffty, J., Riley, L.B., and Goss, W.D. 1977. A Manual on Fire Assaying and Determination of The Noble Metals in Geological Materials. *US Geological Survey Bulletin*, 1445 p.
- Hansen, M.C. 1995. *Gold in Ohio. GeoFacts* (9). Ohio Department of Natural Resources.
- Hoffman, E.L., Clark, J.R. and Yeager, J.R. 1998. Gold Analysis – Fire Assaying and Alternative Methods. *Explor. Mining Geol.*7(1): 155-160.
- Juvonen, R. and Vaananen, P.J. 1993. *Determination of Gold in Geological Materials by Atomic Absorption after Lead Fire Assay Separation*. Geological Survey of Finland, Report of Investigation: 13-16.
- Klemm, D., Klemm, R., and Murr, A. 2001. Gold of the Pharaohs – 6000 years of gold mining in Egypt and Nubia. *African Earth Sciences*.33: 643–659.
- Kroner, A., Wilde, S.A., O'Brien, P.J., Li, J., Passchier, C.W., Walte, N.P. and Dunyi, L. 2005. Field Relationships, Geochemistry, Zircon Ages and Evolution of a Late Archaean to Palaeoproterozoic Lower Crustal Section in the Hengshan Terrain of Northern China. *Acta Geologica Sinica*.79 (5): 605-629.
- Park, C.F., Jr. and R.A. MacDiarmid. 1975. *Ore Deposits*. San Francisco: W. H. Freeman & Company.
- Petrovic, N., Budelan, D., Cokic, S. And Nestic, B. 2001. The determination of the content of gold and silver in geological samples. *Journal of Serbian Chemical Society*.66 (1): 45-52.
- Raju, P.V.S. 2006. Comparison of Different Extraction Methods to Determine Gold in Geological Samples. *Journal of Scientific & Industrial Research*. 65: 65-67.
- Randolph, N.G. 1993. Precious Metals. *Pure & Applied Chemistry*. 55 (12): 2411 – 2416.
- Turan, A. and Yucel, O. 2011. The Effect of Iron and Oxidizing Fluks Addition on The Fire Assay of Low Grade Pyritic Refractory Gold Ores. *Journal of Mining and Metallurgy, Section Base Metal*.47(2): 219-227.
- , 2014, Black Beach Sand. <http://www.ebay.com/bhp/black-beach-sand/> (diunduh 3 Februari, 2014).