

*Skripsi*

**PENGARUH KOMPOSISI FLUKS TERHADAP PENENTUAN KADAR  
EMAS SAMPEL DMLZ UNDERGROUND PT. FREEPORT INDONESIA  
DENGAN METODE FIRE ASSAY**

**HARIYONO SUYONO**

**H31110908**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2017**



**PENGARUH KOMPOSISI FLUKS TERHADAP PENENTUAN KADAR  
EMAS SAMPEL DMLZ UNDERGROUND PT. FREEPORT INDONESIA  
DENGAN METODE FIRE ASSAY**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat  
untuk mendapatkan gelar sarjana sains**

**Oleh :**

**HARIYONO SUYONO**

**H31110908**



**MAKASSAR**

**2017**

**SKRIPSI**

**PENGARUH KOMPOSISI FLUKS TERHADAP PENENTUAN KADAR  
EMAS SAMPEL DMLZ UNDERGROUND PT. FREEPORT INDONESIA  
DENGAN METODE FIRE ASSAY**

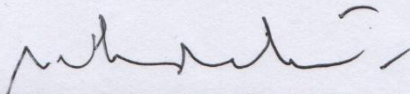
**Disusun dan diajukan oleh**

**HARIYONO SUYONO**

**H31110908**

**Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh**

**Pembimbing Pertama**



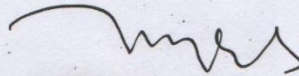
**Dr. Muhammad Zakir, M.Si**  
**NIP.19701103 199903 1 001**

**Pembimbing kedua**



**Paulus Panca Ramba**  
**ID. 00008240**

**Pembimbing Utama**



**Dr. Maming, M.Si**  
**NIP. 19631231 198903 1 031**

## MUKADIMAH

**Segala** puji hanya milik Allah. Kami memuji-Nya, memohon pertolongan dan ampunan-Nya. Kami berlindung kepada-Nya dari segala kejahatan diri dan keburukan amal perbuatan kami. Barang siapa diberi petunjuk oleh Allah, tidak ada yang mampu menyesatkannya, dan barang siapa disesatkan oleh-Nya, tidak ada yang mampu memberinya petunjuk. Aku bersaksi bahwa tidak ada ilah selain Allah, Yang Maha Esa, yang tidak ada sekutu bagi-Nya, dan aku bersaksi bahwa Muhammad adalah hamba dan Rasul-Nya.

Ya Rabb-ku, lapangkanlah dadaku, mudahkanlah urusanku, lepaskanlah kekakuan lidahku, agar mereka dapat memahami perkataanku.

Ya Allah, yang telah mengajari Adam dan Ibrahim, ajarkanlah kepada kami ilmu yang bermamfaat, dan jadikanlah bermamfaat untuk kami apa yang telah engkau ajarkan kepada kami, serta tambahkanlah ilmu kepada kami. Mahasuci Engkau, tiada ilmu yang kami miliki kecuali apa yang telah engkau ajarkan kepada kami. Sesungguhnya Engkau Maha Mengetahui lagi Maha Bijaksana.

Ya Allah, tunjukkanlah kepada kami bahwa yang benar itu benar serta berilah kami kemampuan untuk mengetahuinya, dan tunjukkanlah kepada kami bahwa yang batil itu batil serta berilah kemampuan kepada kami untuk menjauhinya.

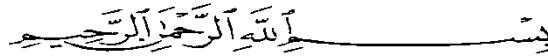
Wahai Rabb kami, janganlah Engkau sesatkan hati kami setelah Engkau beri petunjuk kami, dan berilah kami rahmat dari sisi-Mu. Sesungguhnya Engkau Maha Pemberi.

Ya Allah, aku berlindung kepada-Mu dari ilmu yang tidak bermamfaat, hati yang tidak khusyu', doa yang tidak didengar, dan amal yang tidak diangkat di sisi-Mu.

Ya Allah, Sampaikan shalawat, salam dan rahmat-Mu bagi guru kebaikan, pamungkas para nabi-Mu, dan makhluk pilihan-Mu, Muhammad bin Abdullah beserta para sahabatnya dan orang-orang yang berdakwah dengan dakwahnya dan mengikuti sunnahnya hingga hari kiamat nanti.

Wa ba'du.

## PRAKATA



Alhamdulillah rabbi alamin, puji dan syukur ke hadirat Allah SWT, atas segala rahmat dan hidayah-Nya yang telah mengantarkan penulis hingga mampu menyelesaikan penulisan skripsi ini. Skripsi yang berjudul “**Pengaruh Komposisi Fluks terhadap Penentuan Kadar Emas Sampel DMLZ Underground PT. Freeport Indonesia dengan Metode Fire Assay**” disusun sebagai salah satu persyaratan akademik yang harus dipenuhi untuk menyelesaikan program strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

Limpahan rasa hormat dan bakti serta doa yang tulus, penulis persembahkan kepada orang tua Ayah dan Ibu tercinta, **ABD. SALAM** dan **NURLIAH**, atas kesabaran dan doa yang tak pernah putus untuk anak-anaknya, saudaraku: **Sumarlin salam, Nur fitriah salam, Suhardin salam**, terima kasih atas segala doa, dan dukungannya semoga Allah SWT senantiasa melimpahkan kasih sayang-Nya. Terima kasih juga penulis haturkan kepada:

1. Allah SWT yang telah memberikan nikmatnya dalam segala hal kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Ayahanda **Dr. Maming, M.Si** selaku pembimbing utama, **Dr. Muhammad Zakir, M.Si** selaku pembimbing pertama dan **Paulus Panca Ramba** selaku pembimbing kedua yang telah mengarahkan penulis sejak awal rencana penelitian hingga terselesaikannya penulisan skripsi.
3. Bapak **Prof. Dr. Ahyar Ahmad** (ketua), Ibu **Dr. Nursiah La Nafie, M.Sc** (sekretaris), dan bapak **Drs. Frederik Mandey, M.Sc** (anggota) sebagai tim penguji yang telah meluangkan waktunya untuk memberi saran dan masukan yang berharga.

4. Ibu **Dr. Indah Raya, M.Si** selaku ketua Departemen Kimia dan Bapak **Dr. Muhammad Zakir, M.Si** selaku sekretaris Departemen Kimia serta seluruh dosen dan staf jurusan yang telah mengajarkan dan membantu penulis dalam berbagai hal selama perjalanan menempuh pendidikan di Departemen Kimia.
5. Laboratorium QC P.T. Freeport Indonesia telah memberikan kesempatan untuk menyelesaikan tugas akhir mahasiswa serta mendapatkan pengalaman yang luar biasa dan ilmu yang baru.
6. Seluruh kawan-kawanku **kimia angkatan 2010** (wiwik, putri, afmi, nia, lina, mini, amhy, rina, kebo, ririn, ibhy, sinta, karunia, sulis, fia, tuti, canci, waode, umi, riska, amel, miska, uti, nesti, ismi, fera, tante, agung, salam, riskal, asrar, rian, iwa, oji, wano, ono, roomy, eky, ade, masdir, dan krismal) kalian mantap, luar biasa, asyik sekali.
7. Seluruh kawan-kawan **Mipa 2010**, terkhusus buat **Pengurus BEM KMF MIPA Periode 2013-2014**
8. Buat **Creative Crew** (Kak Syarif, Kak Ichar, Kak Rahman, Kak Ulla, Ikal, Salam, Ali, dan Agustan) atas saran, kritik, dan nasehat yang baik untuk penulis.
9. Teman-teman **KKN Gel. 87 Kecamatan Cina, Kabupaten Bone**, terkhusus seluruh keluarga di **Posko Desa Kanco** (Bapak Ishak, Kak Basir, Ade Setiawan, Asrul, Musdalifah Muhlis, Ana, Nanda dan Nita Ulfanita).
10. Adinda-adinda **Kimia 2011, 2013, 2014, 2015** telah mendorong penulis untuk tetap semangat dalam menyelesaikan tugas akhir.

11. Serta seluruh kanda-kanda, adinda-adinda dan alumni **Keluarga Mahasiswa Kimia FMIPA UNHAS** dan **KPL Ozone Kimia Unhas** yang telah mendorong penulis untuk tetap semangat dalam menyelesaikan tugas akhir.
12. Seluruh anggota dan alumni **KM FMIPA Unhas** untuk berbagai macam pelajaran berharga. Salam *Use Your Mind Be The Best*

Penulis sadar akan segala kekurangan dalam penulisan skripsi ini, maka penulis sangat menghargai bila ada kritik dan saran demi penyempurnaan isi skripsi ini. Penulis hanya dapat berdoa agar termasuk ke dalam orang-orang yang diridhoi-Nya dan apa yang dikerjakan semoga bernilai ibadah disisi-Nya serta agar tulisan ini dapat bermanfaat bagi penulis dan orang-orang yang membacanya. Amin.

Makassar, Juni 2017

Penulis



## ABSTRAK

*Fire assay* merupakan salah satu analisis kimia secara kuantitatif untuk menetapkan kandungan logam dalam bijih logam maupun dalam produk metalurgi dengan cara pembakaran dan menggunakan pereaksi kimia (Fluks). Fluks adalah gabungan bahan kimia dicampurkan dengan batuan yang sudah dihancurkan dan dilebur dalam *furnace* membentuk cairan kimia yang meleleh menjadi ampas biji (*slag*) dan logam timbal. Optimasi metode *fire assay* ini digunakan untuk menentukan kadar emas dalam tingkat konsentrasi rendah atau prakonsentrasi yang dipadukan dengan AAS terhadap sampel *Deev Mill Level Zone (DMLZ)*, area bawah tanah (*Underground*) PT. Freeport dengan kode 2534668 dan 2533737 yang telah dilakukan. Penelitian ini diperoleh komposisi fluks yang terbaik terhadap sampel DMLZ 2534668 mempunyai deviasi 0,071 ppm dan sampel DMLZ 2533737 mempunyai deviasi 0,089 ppm ditunjukkan dengan nilai kadar emas yang deviasi relatif kecil. Sehingga didapatkan komposisi fluks terbaik dalam sampel DMLZ 2534668 yaitu silika 13.40 gram, timbal oksida 70 g, terigu 2.54 g, boraks 4.94 g, natrium karbonat 23.81 g, perak 0.3 g sedangkan sampel DMLZ 2533737 yaitu silika 13.84 g, timbal oksida 70 g, terigu 2.56 g, boraks 2.09 g, natrium karbonat 21.17 g, perak 0.3 g.

Kunci : Komposisi *Fluks*, Kadar Au (emas), *Fire Assay*

## ABSTRACT

Fire assay is one of quantitative chemical analysis to determine the metal content in metal ore as well as in metallurgy product by burning and using chemical reagent. Flux is a mixture of chemicals mixed with rocks that have been destroyed and melted in a furnace to form a chemical liquid that melts into ore and lead metal. The optimization of the fire assay method is used to determine the gold content in low concentration or preconcentration levels combined with AAS against the Deev Mill Level Zone (DMLZ) sample, Underground area (Underground) PT. Freeport with the code 2534668 and 2533737 has been done. This study obtained the best flux composition to the DMLZ 2534668 sample has a deviation of 0.071 ppm and the sample DMLZ 2533737 has a deviation of 0.089 ppm indicated by the value of gold content is relatively small deviation. The best flux composition in DMLZ 2534668 samples is silica 13,40 gram, lead oxide 70 g, wheat 2.54 g, borax 4,94 g, sodium carbonate 23,81 g, silver 0,3 g while sample DMLZ 2533737 that is Silica 13,84 g, lead oxide 70 g, wheat 2.56 g, borax 2.09 g, 21.17 g sodium carbonate, silver 3 g.

Key: Composition Flux, Au (Gold), Fire Assay

## DAFTAR ISI

	<b>Halaman</b>
HALAMAN SAMBUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
LEMBAR PERSEMBAHAN .....	iii
PRAKATA .....	iv
ABSTRAK .....	vii
ABSTRACT .....	viii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR TABEL .....	xiii
DAFTAR GAMBAR .....	xiv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xv
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN .....	xvi
BAB 1 PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan masalah .....	3

1.3	Maksud dan Tujuan Penelitian .....	3
1.3.1	Maksud Penelitian .....	3
1.3.2	Tujuan Penelitian .....	3
1.4	Mamfaat Penelitian .....	4
BAB II TINJAUN PUSTAKA .....		
5		
2.1	PT. Freeport Indonesia .....	5
2.1.1	Tambang Terbuka ( <i>Grasberg</i> ) .....	
6		
2.1.2	Tambang tertutup ( <i>underground</i> ) .....	
7		
2.1.2.1	Tambang bawah tanah <i>Deep Mill Level Zone</i> (DMLZ) .....	
8		
2.1.2.2	Jenis batuan daerah <i>Deep Mill Level Zone</i> (DMLZ) .....	
9		
2.2	Emas .....	
9		
2.3	Fire Assay .....	
13		
2.3.1	Metode fire assay.....	
14		
2.3.2	Fluks .....	
14		

2.4 Spektroskopi serapan atom (SSA) .....	17
2.4.1 Spektroskopi serapan atom (SSA) .....	17
2.4.2 Prinsip kerja Spektroskopi serapan atom (SSA) .....	18
2.4.3 Komponen Utama instrumen Spektroskopi serapan atom (SSA) .....	18
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>20</b>
3.1 Bahan Penelitian .....	20
3.2 Alat Penelitian .....	20
3.3 Waktu dan Tempat Penelitian .....	20
3.4 Prosedur Penelitian .....	20
3.4.1 Penyiapan Sampel .....	20
3.4.2 Lokasi Sampel .....	21
3.4.3 Pembuatan komposisi Fluks (campuran pereaksi kimia) .....	22
3.4.4 Fire Assay .....	22
3.4.5. Pelarutan <i>bead</i> (Emas dan perak dalam bentuk butiran) .....	23

3.4.6 Standarisasi Larutan Emas .....	23
3.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk Standar Au(III) 1000 ppm .....	24
3.4.5.2 Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm .....	23
3.4.5.3 Pembuatan Deret Standar Au(III) .....	23
3.4.6 Penentuan Kadar Logam Au dalam Sampel .....	24
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>25</b>
4.1 Uji Metalurgi .....	25
4.1.1 Uji XRF (X-Ray Fluorescence) .....	26
4.1.2 Komposisi Fluks .....	27
4.1.3 Komposisi Fluks dalam sampel DMLZ 2534668.....	
27	
4.1.4 Komposisi Fluks dalam sampel DMLZ 2533737 .....	29
4.1.5 Uji Fire Assay .....	29
4.1.6 Optimalisasi komposisi fluks .....	33
4.1.7 Kadar Emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2234668	33
4.1.8 Kadar Emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2533737	35
4.1.9 Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) 2534668.....	35
4.1.10 Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) 2533737.....	37
4.2 Penentuan Validasi Metode .....	37
4.2.1 Uji Presisi ( Keterulangan) .....	38
4.2.2 <i>Hukum Horwitz</i> .....	38
4.2.3 Uji Akurasi ( % <i>recovery</i> ).....	39

4.2.4 Kekeliruan (% Bias) .....	39
4.2.5 Uji T Hitung dan T tabel .....	39
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....	40
5.1 Kesimpulan .....	40
5.2 Saran .....	40
DAFTAR PUSTAKA .....	41
LAMPIRAN .....	44

## DAFTAR TABEL

	<b>Halaman</b>
Tabel 1. Data Sifat Fisik dan Sifat Kimia .....	10
Tabel 2. Hasil Uji Metalurgi .....	25
Tabel 3. Hasil Uji XRD (X-Ray Diffractometer) .....	26
Tabel 4. Komposisi Fluks 2234668 .....	27
Tabel 5. Komposisi Fluks 2533737 .....	28



## DAFTAR GAMBAR

	<b>Halaman</b>
Gambar 1. Wilayah Penambangan PT Freeport Indonesia .....	5
Gambar 2. Open Pit Grasberg PT Freeport Indonesia .....	6
Gambar 3 . Tambang Bawah Tanah Deev Mill Level Zone (DMLZ) .....	7
Gambar 4. Lokasi Tambang bawah tanah DMLZ .....	8
Gambar 5. Bentuk Candangan Bijih DMLZ .....	9
Gambar 6. Bentuk fisik emas .....	11
Gambar 7. Lokasi Pengambilan Sampel .....	21
Gambar 8. Hasil Leburan Berbentuk Ampas Bijih (slag) .....	30
Gambar 9. Hasil leburan dan pemanasan berbentuk logam timbal a: Hasil leburan dan pemanasan berbentuk logam timbal. b : Proses leburan logam timbal dalam <i>furnace</i> dengan suhu 950° .....	32
Gambar 10. Bead (Campuran Logam Mulia Emas dan Perak) .....	33
Gambar 11. Grafik Hasil Kadar Emas Komposisi Fluks 2234668 .....	34
Gambar 12. Grafik Hasil Kadar Emas Komposisi Fluks 2533737 .....	35
Gambar 13. Grafik Data Sertifikasi Referensi Material Komposisi Fluks 2234668 .....	36
Gambar 14. Grafik Data Sertifikasi Referensi Material Komposisi Fluks 2533733 .....	37

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran</b>	<b>Halaman</b>
1. Prosedur penelitian .....	45
2. Dokumentasi .....	48
3. Kadar Emas dengan Komposisi fluks 2534668 sampel DMLZ 2534668 .....	51
4. Kadar emas dengan komposisi fluks 2533737 sampel DMLZ 2533737 .....	52
5. Kadar Emas Certifikat Referensi Material dengan komposisi fluks 2534668...	53
6. Kadar Emas Certifikat Referensi Material dengan komposisi fluks 2533737 ..	54
7. Perhitungan hasil nilai validasi metode .....	55
8. Uji Tabel .....	57
9. Hasil uji metalurgi .....	58
10. Hasil uji XRD mineralogi .....	59

## DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

Au	: Emas
Ag	: Perak
DMLZ	: <i>Deev Mill Level Zone</i>
PbO	: Timbal Oksida
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	: Natrium Karbonat
KNO <sub>3</sub>	: Kalium nitrat
SiO <sub>2</sub>	: Silika dioksida
Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub>	: Natrium tetraborat dekahidrat
CRM (SRM)	: Certificate Reference Material
SSA	: Spektrometri Serapan Atom
HNO <sub>3</sub>	: Asam Nitrat
HCl	: Asam Klorida
g	: gram
ppm	: <i>part per million</i>
XRD	: <i>X-Ray Diffractometer</i>
mL	: Milliliter
SD	: Standar Deviasi
Mesh	: Satuan ukuran ayakan

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **I.I Latar Belakang**

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya mineral yang melimpah. Salah satu jenis mineral yang paling diminati saat ini adalah logam mulia khususnya emas. Hal ini disebabkan oleh keterdapatannya yang cukup langka dan tidak banyak jumlahnya. Nilai seni dari emas seperti keindahan warna dan kilapnya yang tidak berubah karena pengaruh air dan udara, membuat logam ini semakin banyak dicari pasar. Sesuai dengan peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral Nomor 07 Tahun 2012, perlu dilakukan pengolahan dan pemurnian mineral untuk meningkatkan produktivitas secara efektif dan efisien (Assadiyah dkk, 2013). Saat ini Indonesia sebagai negara penghasil emas terbesar ke tujuh dan penghasil tembaga terbesar ke lima di dunia. Kontribusi utama produksi emas dan tembaga ini berasal dari PT. Freeport Indonesia (Hendra, 2011)

PT. Freeport Indonesia merupakan perusahaan pertambangan yang beraktivitas dalam hal eksplorasi dan eksploitasi mineral emas dan tembaga yang beroperasi di provinsi Papua, Indonesia. Produksi PT Freeport Indonesia berasal dari 2 area, yaitu tambang terbuka Grasberg dan tambang bawah tanah (Underground) yaitu *Deep Mill Level Zone* (DMLZ) (Freeport Indonesia, 2007)

*Deep Mill Level zone* (DMLZ) merupakan salah satu tambang bawah tanah yang dimiliki PT.Freeport Indonesia memiliki total cadangan mencapai 526 juta ton. DLMZ memiliki kadar tembaga 8,5 %, emas 7,2 % dan perak 4.4 % dengan target

produksi 4.500 ton per hari dan akan mencapai produksi 80.000 ton per hari pada 2021 (Freeport Indonesia 2007).

Tingkat produktivitas pertambangan menunjukkan bahwa logam emas (Au) dalam bijih tidak merata dan jarang sekali dijumpai tentang prakonsentrat dengan kadar rendah, mengingat bahwa emas (Au) merupakan komponen logam paling kecil dalam bijih mineral dibanding unsur lainnya (Irzon dan Kurnia, 2014). Oleh karena itu diperlukan analisis kimia yaitu metode *fire assay*.

*Fire assay* adalah salah satu metode yang digunakan untuk menentukan kadar emas dengan konsentrasi kadar rendah. Teknik ini membutuhkan energi besar dan bahan campuran yang banyak, ketepatan nilai analisisnya terbukti sangat baik. Optimasi metoda *fire assay* atau peleburan dalam hantaran panas yang dicampurkan dari pereaksi kimia seperti PbO, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub>, Flour (terigu), Silika (SiO<sub>2</sub>), Boraks (Na<sub>4</sub>B<sub>4</sub>C<sub>7</sub>) yang disebut fluks yang dipadukan dengan perangkat AAS (Johnson dan Jane, 1992).

Fluks adalah pereaksi atau bahan kimia yang ditambahkan untuk membentuk senyawa yang mudah melebur akan bercampur dengan senyawa yang tidak mudah melebur seperti batu-batuan. Fluks ini dapat bersifat asam dan basa yang sangat dibutuhkan untuk mengoptimalkan pembentukan slag (ampas biji) dari proses peleburan (Johnson dan Jane, 1992).

Permasalahan yang terjadi pada PT. Freeport Indonesia (PTFI) yaitu komposisi fluks komersial. Fluks ini memiliki kandungan komposisi yang tidak sesuai dengan jenis batuan yang berasal dari DMLZ yang diproduksi PT. Freeport Indonesia. Hal ini dapat mengakibatkan rendahnya kadar emas yang dihasilkan.

Oleh karena itu, penelitian ini menentukan kadar emas pada sampel batuan DMLZ kode lokasi 2534668 dan 2534737 yang di ambil dari tempat tambang bawah tanah (*Underground*) PT. Freeport Indonesia (PTFI) sehingga metode *fire assay* akan memberikan gambaran pengaruh dari komposisi fluks untuk menentukan kadar emas dengan konsentrasi stabil.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang, maka dapat dirumuskan :

1. kandungan Fluks PT. Freeport Indonesia (PTFI) yang tidak sesuai dengan jenis batuan atau biji DMLZ (*Deep Mill Level Zone*) sehingga mengakibatkan over boil (meluap) yang menghasilkan kadar emas akan menjadi rendah dan tidak stabil,
2. validasi metode *fire assay* ditentukan dengan menggunakan sertifikat referensi material (SRM).

## **1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian**

### **1.3.1 Maksud Penelitian**

Maksud dilakukannya penelitian ini adalah untuk menentukan komposisi fluks yang optimal yang divalidasi dengan menggunakan sertifikat referensi material (SRM) pada penentuan kadar emas dari sampel DMLZ dengan lokasi 2534668 dan 2534737 *Underground* PT. Freeport Indonesia.

### **1.3.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. menentukan komposisi fluks terhadap bijih *Deep Mill Level Zone* (DMLZ) yang tidak mengakibatkan meluap (*over boil*) sehingga menghasilkan kadar emas yang akurat (stabil),
2. menentukan validasi metode dengan perbandingan sertifikat referensi material (SRM) yang diperoleh menggunakan metode *fire assay*.

#### **1.4 Manfaat Penelitian**

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat :

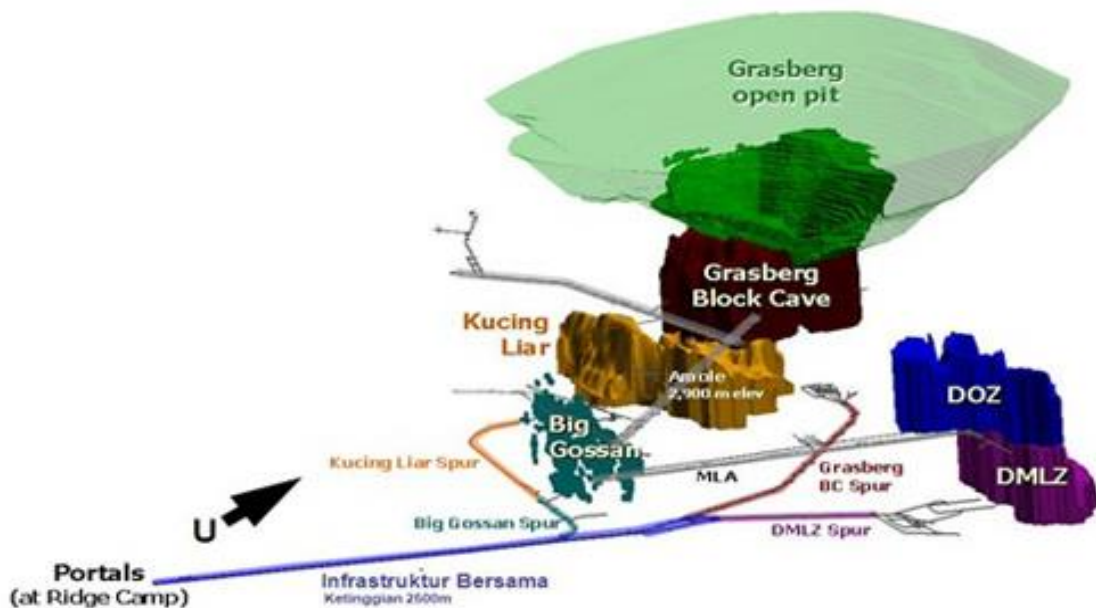
1. memberikan informasi mengenai komposisi fluks atau campuran pereaksi kimia yang sesuai dengan jenis biji produksi dari tambang bawah tanah yang di hasilkan oleh perusahaan PT. Freeport Indonesia,
2. memberikan informasi komposisi fluks dengan komposisi yang ideal dalam penentuan kadar emas dari tambang bawah tanah PT. Freeport Indonesia dari metode *fire assay*.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Pertambangan PT. Freeport Indonesia

PT Freeport Indonesia mulai melakukan eksplorasi sejak tahun 1967 setelah kontrak karya pertama, pada pertambangan terbuka *Ertsberg*, kemudian pada tahun 1988 sebuah kegiatan eksplorasi menemukan cadangan *Grasberg* yang merupakan cadangan emas terbesar di dunia dan cadangan tembaga terbesar ketiga di dunia. Kegiatan eksplorasi di wilayah Papua merupakan salah satu eksplorasi dengan tingkat resiko yang sangat tinggi karena kurangnya data geologi dan kondisi alam, hal ini membuat potensi keberhasilan eksplorasi tambang baru sangat kecil, yaitu hanya sebesar 1% (Freeport Indonesai (PTFI), 2007).





Gambar 1. Wilayah penambangan PT Freeport Indonesia

### 2.1.1 Tambang Terbuka (*Grasberg*)

Penambangan pada batu-batuan bijih *Grasberg* menggunakan cara penambangan terbuka, metode ini cocok untuk *Grasberg* karena keberadaan batu-batuan bijihnya yang dekat dengan permukaan tanah pegunungan (*Grasberg*). Proses penambangan terbuka *Grasberg* PT Freeport Indonesia mulai beroperasi dari tahun 1990 sampai dengan tahun 2016. *Grasberg* berada pada ketinggian 3.235–4.285 mdpl. Pada tahun 2013, diameter tambang terbuka *Grasberg* adalah 3000 meter dengan kedalaman 1050 meter dan menghasilkan 510.000 ton material (Freeport Indonesai (PTFI), 2007).

Hampir dikeseluruhan proses penambangan terbuka melalui beberapa tahapan pengeboran, peledakan, pemilahan, pengangkutan, dan penggerusan batuan bijih.



Gambar 2. Open Pit Grasberg PT Freeport Indonesia

### 2.1.2 Tambang Tertutup (*Underground*)

Tambang bawah tanah PT Freeport Indonesia yang saat ini aktif beroperasi adalah blok penambangan DOZ (*Deep Ore Zone*) dan DMLZ (*Deep Mill Level Zone*) yang merupakan tambang bawah tanah yang mulai berproduksi sejak tahun 2000, dua tambang bawah tanah sebelumnya yaitu GBT (*Gunung Bijih Timur*) selesai beroperasi pada tahun 1994 dan IOZ (*Intermediate Ore Zone*) selesai beroperasi pada tahun 2003 (Freeport Indonesia (PTFI), 2007).

Metode penambangan pada tambang bawah tanah di PTFI adalah dengan teknik *block caving* yang merupakan proses penambangan bawah tanah yang secara umum dikerjakan dengan beberapa tahapan yaitu persiapan penambangan (*development*), pra produksi (*pre-production*), peruntuhan (*caving*) dan produksi (*production*). Selain tahapan utama penambangan, beberapa kegiatan pendukung yang memiliki peranan penting dalam penambangan juga dilakukan seperti membuat sistem ventilasi (*ventilation system*), penirisan (*dewatering*), pengolahan ambrukan (*cave management*), otomatisasi (*mine automation*), geologi, geoteknik, dan pemeliharaan peralatan kerja (*maintenance*) (Freeport Indonesia (PTFI), 2007).



Gambar 3. Tambang tertutup (*Underground*)

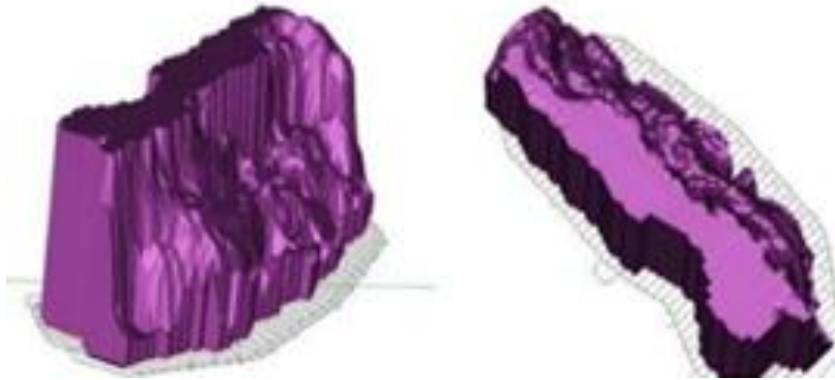
### 2.1.3 Tambang Bawah Tanah Deep Mill Level Zone (DMLZ)

Tambang bawah tanah Deep Mill Level Zone (DMLZ) merupakan salah satu tambang bawah tanah yang dimiliki PT.Freeport Indonesia yang mulai beroperasi tahun 2015 hingga diperkirakan akan selesai tahun 2041 dengan total cadangan mencapai 526 juta ton. DMLZ merupakan skarn deposit yaitu pada bagian bawah dari EESS (East Ertsberg Skarn System) yang memiliki kadar tembaga 85%, emas 72% dan perak 4.4 % dengan target produksi 4.500 ton per hari dan akan mencapai produksi 80.000 ton per hari pada 2021 (Freeport Indonesia (PTFI), 2007).



**Gambar 4.** Lokasi Tambang Bawah Tanah DMLZ

Tambang DMLZ terletak 500 meter dibawah tambang DOZ (Deep Ore Zone) dengan bentuk cadangan satu blok besar sehingga proses penambangan dilakukan dengan sistem pembukaan tambang bawah tanah DMLZ.



**Gambar 5.** Bentuk Cadangan Bijih DMLZ

#### **2.1.4 Jenis Batuan dan Mineralisasi Daerah Deep Mill Level Zone (DMLZ)**

Mineralisasi di tambang bawah tanah DMLZ terbentuk sekitar 2,5-3,5 juta tahun yang lalu akibat asosiasi intrusi dari batuan beku. Endapan bijih di tambang bawah tanah DMLZ terdiri dari bornit ( $\text{Cu}_4\text{FeS}$ ) sebagai mineral tembaga yang dominan sebagian kecil mineral kalkopirit ( $\text{CuFeS}_2$ ) dan kalkosit ( $\text{CuS}$ ). Evaluasi petrografi menunjukkan bahwa emas utama terdapat bersamaan dengan mineral diorit. Beberapa persen emas berasosiasi dengan mineral silikat sebagai mineral bebas. Kadar emas tertinggi terdapat di daerah bagian barat pada batuan fosterit dan pada batuan diorite (Freeport Indonesai (PTFI), 2007).

#### **2.2. Emas**

Emas adalah unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki simbol Au (bahasa Latin: 'aurum') nomor atom 79. Sebuah logam transisi (trivalen dan univalen) yang lembek, mengkilat, kuning dan berat (gambar 6). Melebur dalam bentuk cair

pada suhu sekitar 1000 derajat celcius. Bersifat lunak dan mudah ditempa, kekerasannya berkisar antara 2,5–3 (skala mohs), serta berat jenisnya tergantung pada jenis dan kandungan logam lain yang berpadu dengannya. Mineral pembawa emas juga berasosiasi dengan endapan sulfida yang telah teroksidasi. Mineral pembawa emas terdiri dari emas nativ, elektum, emas telurida, sejumlah paduan dan senyawa emas dengan unsur-unsur belerang, antimon, dan selenium. Elektum sebenarnya jenis lain dari emas asli, hanya kandungan perak di dalamnya >20% (Puspitaningrum, 2010).

**Tabel 1.** Data Sifat Fisik Dan Sifat Kimia

Sifat	Keterangan
Nama, lambang, Nomor Atom	Emas, Au, 79
Golongan, Periodik, Blok	11, 6, d
Jenis Unsur	Logam Transisi
Massa Atom	196.96569(4) g/mol
Konfigurasi Electron	[Xe] 4f <sup>14</sup> 5d <sup>10</sup> 6s <sup>1</sup>
Jumlah Electron Tiap Kulit	2, 8, 18, 32, 18, 1
Fase	Padat
Massa Jenis (Sekitar Suhu Kamar)	19,3 g/cm <sup>3</sup>
Massa Jenis Cair Pada Titik Lebur	17, 31 g/cm <sup>3</sup>
Titik Lebur	1337, 33 K (1064,18 °C, 1947, 52 °F)
Titik Didih	3129 K (2856 °C, 5173 °F)
Kalor Peleburan	12,55 kJ/mol
Kalor Penguapan	324 kJ/mol
Kapasitas Kalor	25,418 J/(mol-K)
Struktur Kristal	Kubus Pusat Muka
Bilangan Oksidasi	5, 4, 3, 2, 1, -1, -2 (Oksida Amfoter)

Elektronegativitas	2,54 (Skala Pauling)
Energi ionisasi	Pertama : 890,1 kJ/mol
	Kedua : 1980 kJ/mol
Jari-jari atom	144 pm
Jari-jari kovalen	136± 6 ppm
Jari-jari Van der Waals	166 pm

Emas merupakan logam yang sangat mudah dibentuk, memiliki berdaya hantar listrik dan panas yang sangat tinggi. Selain itu emas, juga sangat tahan terhadap zat kimia, tetapi sangat langka sehingga mahal. Logam ini dapat dipisahkan dari kotorannya dengan cara menghaluskan dan dikocok dengan air. Partikelnya akan jatuh ke dasar bejana karena kerapatannya sangat tinggi. Emas tidak larut dalam larutan HNO<sub>3</sub>, kecuali dalam air raja (campuran HNO<sub>3</sub> dan HCl dengan perbandingan 3:1) (puspitaningrum, 2010). Larutan Au (III) dalam medium air dapat dibuat dengan melarutkan logam emas kedalam aqua regia batuan pembawa logam dasar dan emas di Indonesia umumnya terdapat pada batuan vulkanik berumur tersier. Namun, batuan yang berpotensi sebagai pembawa logam dasar dan emas pada batuan sedimen tersier (Sensostania dkk, 2013)

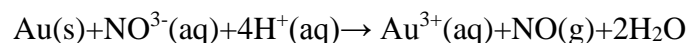


Gambar 6. Bentuk Fisik Emas

Emas memiliki sifat yang inert atau susah bereaksi dengan senyawa lain, tetapi emas dapat bereaksi dengan senyawa halogen atau larutan yang mengandung klor seperti air raja. Emas yang bereaksi dengan klor akan teroksidasi menjadi  $\text{Au}^{3+}$  membentuk  $\text{AuCl}_4^-$  yang merupakan komponen emas yang larut. Emas yang teroksidasi akan mengikat ligan sebagai penstabil membentuk kompleks. Emas memiliki nilai potensial reduksi sebesar 1,498 V, sehingga dibutuhkan senyawa lain yang memiliki potensial reduksi lebih tinggi untuk dapat mengoksidasi emas (Sensostania dkk, 2013).

Penerapan metode ekstraksi pelarut untuk pemisahan emas, memerlukan suatu ekstraktan yang memiliki selektivitas pemisahan tinggi, karena emas merupakan unsur kelumit (trace) diantara logam – logam lain yang merupakan unsur utama (Deschenes, 1998, Addison, 1980), seperti komposisi yang terdapat dalam sampel konsentrat tembaga PT Freeport (Rusdiarso, 2007)

Pada proses pelarutan foil emas menggunakan aqua regia ( $\text{HCl} : \text{HNO}_3$  3:1) sebanyak 5 ml, sehingga terjadi mekanisme reaksi sebagai berikut :



Larutan  $\text{Au}^{3+}$  akan membentuk larutan kompleks stabil  $[\text{AuCl}_4]^-$ , karena bereaksi dengan ligan  $\text{Cl}^-$  dari  $\text{HCl}$ . Proses pengisatan foil Au secara berulang menggunakan aqua bidest bertujuan untuk menghilangkan sisa gas NO yang terbentuk dari proses pelarutan. Pada proses terakhir, hasil kisatan dilarutkan dengan  $\text{HCl}$  0.01M untuk memperoleh larutan  $\text{HAuCl}_4$  0.002M (Setiawan dkk, 2012).

### **2.3 Fire assay**

*Fire assay* secara umum didefinisikan sebagai penentuan kuantitatif logam dalam bijih atau ore. Istilah ini digunakan untuk menentukan semua logam dan non logam. *Fire assay* adalah suatu cara atau metode kuantitatif dalam kimia analitik untuk menentukan kadar logam mulia seperti emas, perak dan golongan platina dalam suatu batuan atau produk metalurgi yang ditentukan melalui ekstraksi dengan cara peleburan (fusi) dan menggunakan pereaksi kimia kering (Johnson dan Jane, 1994)

Akurasi metode *fire assay* pada penentuan emas atau perak tergantung pada :

1. jumlah sampel yang digunakan pada bijih atau ore pada batuan,
2. tingkat kelarutan dari logam pada logam timbal tidak larut dalam campuran pada peleburan sehingga terbentuk ampas bijih (slag) dari komposisi pereaksi kimia (fluks),
3. timbal (Pb) lebih mudah dipisahkan dari logam-logam yang penting seperti emas (Au) dan perak (Ag),
4. kelarutan perak dan ketidaklarutan emas dengan asam nitrat atau disebut *aquaregia*.

Metode *fire assay* dapat menentukan emas dalam bijih atau ore pada batuan. Metode ini, pada pertambangan emas rutin digunakan yang mempunyai kecepatan dan kurasi tinggi. Emas berasosiasi dengan logam-logam yang bersifat basa, perak dan platina. *Fire assay* dibutuhkan untuk menentukan emas dalam bijih, konsentrat, tembaga, timbal dalam jumlah yang banyak. Namun metode *fire assay* membutuhkan biaya yang sangat mahal (Johnson dan Jane, 1994).

Karakterisasi bijih emas menggunakan *fire assay* untuk mengetahui kadar emas dan perak dengan pengolahan (pemisahan) dengan konsentrasi kecil dengan



mudah dilakukan untuk semua ukuran dan bentuk. Semakin kasar dan bulat butiran emas maka semakin mudah dalam pengolahan (Tahli, 2013).

### **2.3.1 Metode Fire assay**

Metode *fire assay* dilakukan dengan beberapa tahap yaitu preparasi contoh dengan komposisi fluks, Peleburan, pemisahan Ampas biji, *cupellation* (kupelasi, pemisahan bead dari slag), diakhiri dengan pengukuran kadar emas menggunakan instrumen spektroskopi serapan atom (Johnson dan Jane, 1994).

Teknik *fire assay* adalah pemisahan emas dari perak. Bead (logam Au dan Ag) yang diperoleh 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 (Irzon dan Kurnia, 2014).

### **2.3.2 Fluks**

Fluks adalah pereaksi kimia yang ditambahkan atau di campurkan membentuk senyawa yang mudah melebur dalam keadaan panas dan akan bercampur dengan senyawa yang tidak mudah melebur seperti batuan. Fluks adalah gabungan bahan kimia dicampurkan dengan batuan yang sudah dihancurkan dan dilebur dalam furnace membentuk cairan kimia yang meleleh menjadi ampas biji (slag) dan logam timbal. Fluks tidak bereaksi dengan logam mulia seperti Au dan Ag tetapi bergabung

dengan jadi satu dalam cairan Pb (timbal). Klasifikasi Fluks terdiri atas tiga bagian yaitu fluks basa, asam dan netral. Pembagian ini sebagai acuan yang data diterapkan ada masing-masing jenis bijih atau oksida logam yang ada pada lapisan bumi.

Adapun Campuran bahan pembentuk komponen fluks (pereaksi kimia) adalah (Irzon dan Kurnia, 2014)

1.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (natrium karbonat). Bahan yang bersifat basa kuat, bereaksi dengan contoh membentuk alkali sulfida, aluminat dan kuarsat. Dapat dipandang sebagai bahan pengoksidasi dan penghilang sulfur. Bahan ini akan memiliki titik leleh  $852\text{ }^\circ\text{C}$ , sedang pada  $950\text{ }^\circ\text{C}$  akan mengalami disosiasi yang kemudian melepas hingga 4 % alkali bebas.
2. PbO (Timbal Oksida) dikenal juga sebagai litharge. PbO merupakan agen oksidasi dan desulfurisasi. Ketika PbO tereduksi dalam leburan menghasilkan Pb yang bertindak sebagai penghimpun logam mulia (collector).
3.  $\text{SiO}_2$  (silica Dioksida). 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 timbal Oksida.
4. Boraks 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.
5. Terigu Sebagai sumber karbon (C) untuk mereduksi PbO menjadi Pb yang penting dalam menghimpun logam mulia.

6. Kalium nitrat ( $KNO_3$ ) dengan kandungan oksigennya memiliki keutamaan untuk mengoksidasi sulfida dalam bijih yang tinggi kadar sulfidanya

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 logam timbal (bottom) sedangkan bahan lain terkumpul dalam slag. Agar tidak mengganggu pemisahan logam mulia yang diharapkan, afinitas atau ketertarikan fluks terhadap emas-perak diusahakan sekecil mungkin dengan nilai *densitas* yang rendah. Fluks yang baik akan menghasilkan slag yang homogen saat mendingin dan dapat dipisahkan dengan mudah dari dasar wadah tahan panas (Irzon dan Kurnia, 2014).

Karakterisasi bijih emas menggunakan *fire assay* untuk mengetahui kadar emas dan perak, analisis ayak untuk mengetahui distribusi ukuran per fraksi, dan analisis mikroskop untuk mengetahui jenis mineral, derajat liberasi, bentuk dan ukuran butiran. Hasil analisis ayak setelah digiling selama 30 menit untuk kedua contoh menunjukkan butiran emas memiliki kondisi yang sesuai untuk pengolahan data (Tahli, 2013).

Semua metoda analisa emas dan perak memiliki perbedaan hasil, dan perbedaan hasil analisa dari metoda *fire assay* sebagai akibat kehilangan pada waktu peleburan dan kupelasi. Gejala ini diasumsikan bahwa akan terjadi fluktuasi temperatur peleburan dan temperatur kupelasi yang tidak dapat dikontrol secara tepat, sehingga melebihi titik lebur emas. Sumber kehilangan emas dalam peleburan akan terjadi bila

temperatur tidak mencapai titik lebur emas, dimana emas akan cenderung terperangkap di dalam terak atau slag (ampas bijih) sebesar  $\pm 2\%$  (Supriadidjaja, 2007).

## **2.4 Spektroskopi serapan atom**

### **2.4.1 Spektroskopi serapan atom (SSA)**

Spektroskopi serapan atom (SSA) merupakan spektroskopi atomic yang melibatkan penyerapan sebagai proses emisi. Dalam beberapa tahun, SSA telah banyak digunakan secara meluas. Karena pengukurannya berupa absorbs, sampel yang akan dianalisis harus diatomisasikan terlebih dahulu. (Nasmi, 2007)

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektrometri ialah Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), yaitu metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog, 2000).

Kelebihan dari metoda SSA yaitu memiliki kepekaan dan ketelitian yang tinggi karena dapat mengukur kandungan logam dengan satuan ppm, analisisnya cepat, memerlukan sampel sedikit dan dapat digunakan untuk menentukan kadar logam yang konsentrasinya kecil tanpa dipisahkan terlebih dahulu (Khopkar,

1990:283). Dengan absorpsi energi, berarti memperoleh lebih banyak energi, suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan tingkat energinya ketika eksitasi. Keberhasilan analisis ini bergantung pada proses eksitasi dan memperoleh garis resonansi yang tepat (Environmental, 2009).

#### **2.4.2 Prinsip Kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah suatu metoda analisis didasarkan pada pengukuran absorpsi dan emisi atom tunggal (*single element*). Pada proses pembakaran molekul-molekul dalam larutan contoh akan terjadi atomisasi dan ionisasi. Arus oksigen yang dilewatkan melalui pipa kapiler akan menarik cairan berupa titik cairan halus. Kabut cairan halus dibawa oleh hembusan udara kedalam nyala api sehingga terjadi proses atomisasi dan ionisasi. Atom dan ion-ion yang terjadi apabila diberi energi sumber (lampu katoda) mempunyai panjang gelombang yang sesuai dengan unsur yang akan dianalisis, sehingga atom pada contoh akan terjadi eksitasi karena pelepasan elektron disertai pemancaran cahaya untuk kembali mencapai keadaan dasar (*ground state*). Intensitas cahaya yang dihasilkan dari proses diatas masuk ke monokromator untuk di filter kemudian ditransmisikan ke detektor sebanding dengan konsentrasi unsur dalam contoh. Hubungan intensitas cahaya dengan konsentrasi unsur linier untuk kadar ppm (Djuhariningrum, 2004).

#### **2.4.2 Komponen Utama Instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

Spektroskopi serapan atom mempunyai komponen-komponen dasar, yaitu :

1. Sumber cahaya, berfungsi mengemisi spektrum garis sempit karakteristik unsur yang dianalisis, berasal dari lampu katoda berongga yang mengandung anoda dan

kotada yang cekung dan silindris dalam suatu atmosfer gas inert pada tekanan rendah.

2. Sumber uap atom, merupakan tempat cuplikan yang di analisis mengalami disosiasi termal molekular, umumnya menggunakan nyala dimana larutan sampel disemprotkan dengan kecepatan tetap. Pada nyala terjadi beberapa tahap seperti pengkabutan (nebulasi), penguapan pelarut (desolvasi), penguapan zat-zat (volatisasi), atomisasi
3. Monokromator, berfungsi untuk mendispersi spectra cahaya dari polikromatis menjadi komponen-komponen panjang gelombang dilengkapai dengan celah keluar yang lebarnya bervariasi untuk memilih dan mengisolasi panjang gelombang yang spesifik untuk setiap unsur.
4. Detektor, merupakan tabung pengganda foton (*photomultiplier tube*) yang berfungsi mengubah energi foton menjadi sinyal listrik.
5. Amplifier, berfungsi untuk memperkuat arus yang timbul pada detector.
6. Instrumen pembacaan, dapat berupa galvanometer sederhana, voltmeter digital, potensiometer perekam pena tinta, atau komputer.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Bahan Penelitian**

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu batuan DMLZ kode lokasi 2534737 dan 2534668, PbO, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, KNO<sub>3</sub>, *Flour* (terigu), Silika (SiO<sub>2</sub>), Boraks (Na<sub>4</sub>B<sub>4</sub>C<sub>7</sub>), Perak padatan 0.1 gram, Asam Nitrat p.a 69 %, Asam Klorida p.a 37 %, Larutan Standard Au 1000 ppm, akuades.

#### **3.2 Alat Penelitian**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu gelas laboratorium, balp, timbangan analitik, , tungku atau *furnance fire Assay*, palu, iron mold (cetakan Besi), spatula, tabung reaksi 10 mL, labu ukur 2000 mL, rak tabung, spektroskopi serapan atom “Perkin Elmer AAnalyst 400”, Uji metalurgi (Gold department), XRD ( X-Ray Diffractometer), cawan lempung (crusibel clay), kupel (mangkok), Tang penjepit, pincet, timbangan analitik.

#### **3.3 Tempat dan Waktu Penelitian**

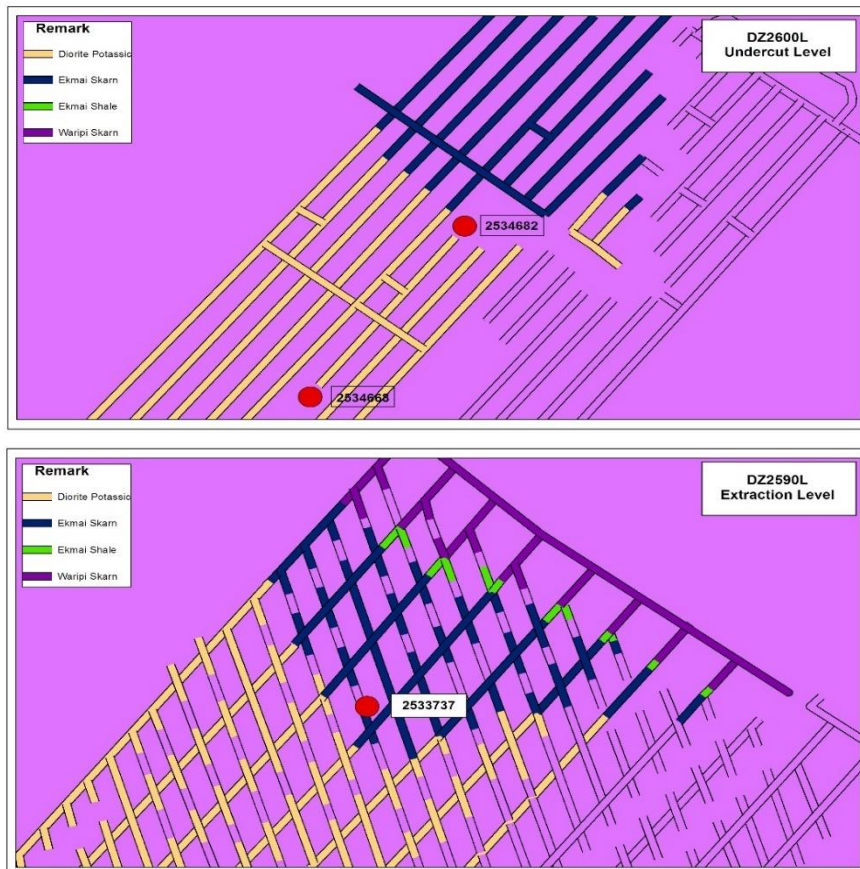
Penelitian dilaksanakan di laboratorium *fire Assay Concentrating division Quality Control (QC) laboratory mill 74 PT.Freeport Indonesia* dan laboratorium kimia anorganik pada bulan Oktober sampai bulan November tahun 2016.

### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Penyiapan Sampel

Semua alat dan bahan untuk dalam tahap preparasi sampel batuan ini dipersiapkan dan dipastikan semua ada. Timbangan diperiksa pengukurannya dan *furnace* diperiksa pada ketinggian suhu yang dimiliki. Sebelum melakukan peleburan pada sampel dipastikan tidak mengalami kontaminasi dengan sampel batuan yang lain. Kemudian bahan-bahan yang akan digunakan dipastikan memiliki kuantitas yang cukup untuk membuat komposisi fluks.

#### 3.4.2 Lokasi Sampel





### **Gambar 7. Lokasi pengambilan sampel**

Sampel batuan *Deep Mill Level zone (DMLZ)* diambil dari wilayah tambang bawah tanah (*underground*) kemudian dibawa ke Laboratorium Concentrating mill PT.Freeport Indonesia. Selanjutnya sampel batumannya direduksi ukurannya dengan alat penggiling *crusher* dan digiling sampai halus dengan alat *Standard Cone Crusher* hingga ukuran 200 mesh. Pengujian awal dilakukan uji mineralogi dalam menentukan mineral-mineral dalam sampel batuan diantaranya Uji metalurgi menggunakan alat Gold department dan XRD ( X-Ray Diffractometer). Sampel yang sudah halus selanjutnya akan mengikuti tahap-tahap peleburan dalam *furnace*.

#### **3.4.3 Pembuatan Komposisi Fluks (campuran pereaksi kimia)**

Pereaksi kimia disiapkan diantaranya PbO (Timbal Oksida), Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (Natrium karbonat), KNO<sub>3</sub> (Kalium Nitrat), Flour (terigu), Silika (SiO<sub>2</sub>), Boraks (Na<sub>4</sub>B<sub>4</sub>C<sub>7</sub>) dihaluskan kemudian tiap-tiap pereaksi ditimbang dengan berat masing-masing yang telah ditentukan dimasukkan dalam plastik dikocok agar pereaksi di dalamnya dapat menyatu semua atau homogen.

#### **3.4.4 Fire Assay**

Fluks ditimbang sebanyak 100-140 gram, fluks dimasukkan ke dalam wadah leburan (*krusibel*). Sampel batuan ditimbang sebanyak 20 gram dan dimasukkan ke dalam *krusibel*. Fluks dan sampel diaduk hingga tercampur merata dengan menggunakan spatula. Sampel dimasukkan dalam tungku atau furnace dan dilebur pada temperature 1100 °C selama 60 menit. Leburan diambil dengan menggunakan

penjepit krusibel dari *furnace* dan dituang dalam cetakan besi. Kemudian didiamkan hingga dingin terpisah antara pengotor dengan logam timbal. Logam timbal diambil dari cetakan besi dan dibersihkan dari pengotornya dengan cara dipukul menggunakan palu. Logam dimasukkan dalam *furnace* pada temperature 1100 °C selama 60 menit. Logam diambil dari *furnace* dan didiamkan hingga dingin dimasukkan ke dalam tabung reaksi 10 mL.

#### **3.4.5 Pelarutan Bead (Emas dan Perak dalam bentuk butiran)**

Bead (logam campuran Au dan Ag ) yang telah didapatkan dimasukkan ke dalam tabung reaksi 10 mL ditambahkan HNO<sub>3</sub> sebanyak 0.5 mL dipanaskan di atas penagas air dengan suhu 90 °C selama 20 menit, kemudian ditambahkan dengan HCl pekat, dipanaskan selama 15 menit sampai semua perak mengendap, lalu ditambahkan 1 mL HCl pekat diimpitkan aquades sampai volume larutan menjadi 10 mL, tabung reaksi ditutup dan sampel dikocok hingga homogen. Larutan siap untuk dianalisis dengan SSA.

#### **3.4.6 Standarisasi larutan emas**

##### **3.4.6.1 Pembuatan Larutan Induk standar Au(III) 1000 ppm**

Serbuk Au(III) ditimbang 0,1 gram lalu dilarutkan dengan akuades kemudian diencerkan ke dalam labu ukur 100 mL sampai tanda batas.

##### **3.4.6.2 Pembuatan Larutan Induk 1000 ppm**

Larutan baku Au(III) dibuat dari konsentrasi 1000 ppm dengan cara dipipet sebanyak 5 mL ke dalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

#### **3.4.6.3 Pembuatan deret standar Au(III)**

Larutan standar dengan konsentrasi 0.5 ppm, 1.0 ppm, 3.0 ppm, 6.0 ppm, 12.0 ppm, 15.0 ppm dibuat dengan cara memipet larutan baku 1 mL, 2 mL, 6 mL, 16 mL, 24 mL, dan 30 mL larutan induk standar 1000 ppm ke dalam labu ukur 2000 mL. Larutan diencerkan sampai tanda batas menggunakan akuades.

Masing-masing asam klorida ditambahkan 300 mL ke dalam larutan satandar. Impitkan dengan aquades kemudian kocok sampai homogen dengan magnetik stirrer selama 2 jam.

#### **3.4.6.4 Penentuan kadar logam Au dalam sampel**

Sampel tersebut kemudian dimasukkan dalam tabung reaksi 10 mL dan disusun pada *tray* SSA untuk selanjutnya diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom "Perkin Elmer AAnalyst 400".

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada penelitian ini dilakukan preparasi sampel sebagai uji awal penelitian. Sampel batuan *deep mill level zone (DMLZ)* diambil dari wilayah tambang bawah tanah (*Underground*) diproses Laboratorium Concentrating Mill 74 PT. Freeport Indonesian. Sampel batuan dijadikan berukuran kecil menggunakan alat *crusher* menjadi ukuran 200 mesh. Komposisi fluks ditentukan berdasarkan pada uji minerologi yaitu uji metalurgi dan XRD (X-Ray Diffractometer) terhadap batuan. Proses ini dilakukan untuk mengetahui struktur, komposisi mineral dan sifat-sifat kimia fluks.

#### **4.1 Uji metalurgi**

Uji metalurgi bertujuan menentukan jenis mineral yang ada dalam batuan dengan ekstraksi logam dari mineral seperti pemurnian mineral, ekstraksi logam murni. Pada penelitian ini membutuhkan metode pemisahan untuk menentukan jenis-jenis logam mulia dalam bijihh sampel DMLZ 2534668 dan DMLZ 2534737. Data hasil pengujian sebagaimana dalam Tabel 2.

**Tabel 2.** Data hasil pengujian sampel batuan DMLZ 2534668 dan DMLZ 2534737

No.	Nama Sampel	Konsentrasi (%)			
		Cu	Au	Fe	CuOx
1	DMLZ 2533737	1,250	2,849	3,285	0,041
2	DMLZ 2534668	1,137	0,933	5,160	0.047

Berdasarkan data dalam Tabel 2 di atas, diketahui bahwa kandungan mineral sampel DMLZ 2533737 menunjukkan kadar emas 2,849% yang lebih tinggi disebabkan keberadaan kandungan yang terdapat di alam, dimana yang diketahui bahwa pada sampel DMLZ 2533737 lebih banyak kandungan emas yang ikat oleh beberapa mineral-mineral pirit dan kalkopirit yang sangat dominan. Adapun sampel DMLZ 2534668 dengan kadar emas 0,933% hanya didominasi oleh mineral-mineral sulfida dan oksida sehingga keberadaan logam mulia sangat sedikit. Disamping itu sampel juga mengandung mineral lain diantaranya tembaga.

#### 4.1.1 Uji XRD (X-Ray Diffractometer)

Pengujian XRD menunjukkan kandungan mineral yang terdapat pada sampel DMLZ 2533737 dan DMLZ 2534668. Data hasil pengujian sebagaimana ditunjukkan dalam Tabel 3.

**Tabel 3.** Hasil Uji XRD

XRD Mineral (%)	Kode Sampel	
	DMLZ 2533737	DMLZ 2534668
Silika, SiO <sub>2</sub>	21,6	26,5
Feldspar (Na, Ka, Ca) AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	40,9	11,5
Karbonat (CaCO <sub>3</sub> , Ca,Mg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )	1,1	3,1
Sulfat (CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O)	3,3	3,0
Fe-Sulfida (FeS <sub>2</sub> )	1,1	10,5

Molibdenit silika, (MoS <sub>2</sub> )	0,0	0,1
Cu-Sulfida	4,0	4,8
Fe-Oksida (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , FeOOH)	2,8	1,9
<b>Total Mica</b>	<b>19,1</b>	<b>38,5</b>
Muscovit ( K Al <sub>2</sub> (Al Si <sub>3</sub> O <sub>10</sub> ) (OH) <sub>2</sub> )	11,4	32,6
Biotit (K(Mg,Fe) <sub>3</sub> Si <sub>3</sub> O <sub>10</sub> (OH) <sub>2</sub> )	7,7	5,9
Klorit	5,6	0,0
Pirit, (FeS <sub>2</sub> )	1,1	10,2
Kalkopirit, (CuFeS <sub>2</sub> )	4,0	4,8

Data dalam Tabel 3 menunjukkan kandungan mineral yang dominan dalam sampel DMLZ 2533737 dan DMLZ 2534668 yaitu silika, sulfida dan besi oksida.

#### 4.1.2 Komposisi Fluks

Fluks adalah pereaksi atau bahan kimia yang ditambahkan untuk membentuk senyawa yang mudah melebur akan bercampur dengan senyawa yang tidak mudah melebur seperti batu-batuan. Beragam bahan pembuat fluks seperti telah diuraikan sebelumnya dengan komposisi yang divariasikan dengan tujuan mendapatkan komposisi fluks terbaik. Penelitian ini mengamati komposisi fluks seperti Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, PbO, tepung, SiO<sub>2</sub>, boraks, perak dan KNO<sub>3</sub> diuraikan dalam Tabel 4 dan Tabel 5. Berat sampel yang digunakan awal penelitian ini adalah sampel DMLZ 2534668 adalah 60, 30, 12, 4, 10, 0.1, 30 dan 15 gram sedangkan untuk sampel DMLZ 2533737 adalah 70, 21.88, 13.40, 2.15, 4.578, 0.3 dan 20 gram.

#### 4.1.3 Komposisi Fluks dalam sampel DMLZ 2534668

**Tabel 4.** Kandungan fluks dalam sampel DMLZ 2534668

Pereaksi Fluks 668	Percobaan										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11

<b>PbO</b>	60	50	45	45	70	60	70	70	70	70	70
<b>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b>	30	25	10	10	31,35	22,07	21,88	21,88	21,88	21,88	21,88
<b>SiO<sub>2</sub></b>	12	15	3	6	13,40	13,40	13,40	13,40	13,40	13,40	13,40
<b>Tepung</b>	4	4	-	2,5	1,61	2,15	2,15	1,61	2,15	2,54	2,54
<b>Boraks</b>	10	8	1	2	4,578	4,578	4,578	4,58	4,578	4,578	4,578
<b>Perak</b>	0,1	0,1	-	-	0,1	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	0,3
<b>KNO<sub>3</sub></b>	30	-	-	-	0,12	0,87	0,12	0,06	-	-	-
<b>Sampel Batuan</b>	15	15	3	5	20	20	20	20	20	20	20
<b>Emas Max (ppm)</b>	1,7664	1,8712	1,6001	1,526	1,148	1,2275	1,1770	1,263	1,027	1,3248	1,3364
<b>Emas Min (ppm)</b>	0,853	0,841	0,848	0,900	1,037	1,1770	1,1270	0,953	0,841	1,010	1,2906

Kandungan utama fluks adalah natrium karbonat, boraks dan timbal oksida.. Adapun hasil percobaan didapatkan timbal oksida 70 g sebagai pengumpul logam mulia yang baik dan mengatasi keseimbangan leburan dalam cawan lempung apabila berlebih dapat merusak cawan lempung. Silika 13,40 g, boraks 4,578 dan natrium karbonat 21,88 g bertindak sebagai pemecah mineral kapur dan magnesium yang sulit larut digunakan oksida logam untuk membentuk cairan slag (ampas bijih) sehingga semua pengotor dalam sampel bisa terbuang ketika berlebihan akan menimbulkan kehilangan logam mulia dikarenakan encer yang berlebih. Tepung 2,54 g dan natrium nitrat untuk mendapatkan dan pembentukan ukuran berat dari logam timbal yang baik ketika tepung dan natrium nitrat berlebih atau kekurangan maka akan berpengaruh terhadap pembentukan timbal oksida yang sebagai salah satu pengikat logam mulia. Adapun pengujian sampel DMLZ 2534668 memiliki kesamaan dengan sampel DMLZ 2533737, yang membedakan adalah jumlah ukuran penambahan pereaksi masing-masing.

#### 4.1.4 Komposisi Fluks dalam sampel DMLZ 2533737

Tabel 5. Kandungan fluks dalam sampel DMLZ 2533737

Pereaksi Fluks 773 (g)	Percobaan									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
<b>PbO</b>	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70
<b>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></b>	21,88	21,88	21,88	21,88	19,46	19,46	19,46	19,46	19,46	19,46
<b>SiO<sub>2</sub></b>	13,40	13,40	13,40	13,40	13,48	13,48	13,48	13,48	13,48	13,84
<b>Tepung</b>	2,15	2,15	2,15	2,15	2,90	2,94	2,94	2,15	2,15	2,15
<b>Boraks</b>	4,578	4,578	4,578	4,578	0,368	1,93	4,57	1,93	1,93	1,93
<b>Perak</b>	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
<b>KNO<sub>3</sub></b>	-	4	6	5,5	-	-	-	-	3	3
<b>Sampel Batuan</b>	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
<b>Emas Max (ppm)</b>	3,319	3,050	3,060	3,112	2,845	2,615	2,700	2,666	2,869	2,988
<b>Emas Min (ppm)</b>	2,890	1,790	1,644	2,803	2,627	6,613	2,396	2,618	2,817	2,642



Data dalam tabel 4 dan tabel 5 menunjukkan kadar emas maksimum dan minimum. Kamposisi fluks dalam sampel DMLZ 2534668 adalah pada percobaan 11 dan DMLZ 2534668 percobaan 10. Adapun sampel DMLZ 2534668 menghasilkan kadar emas maksimum adalah 1,3364 ppm dan minimum 1,2906 ppm sedangkan sampel DMLZ 2533737 kadar emas maksimum 2,988 ppm dan minimum 2,642 ppm.

#### 4.1.5 Uji Fire Assay

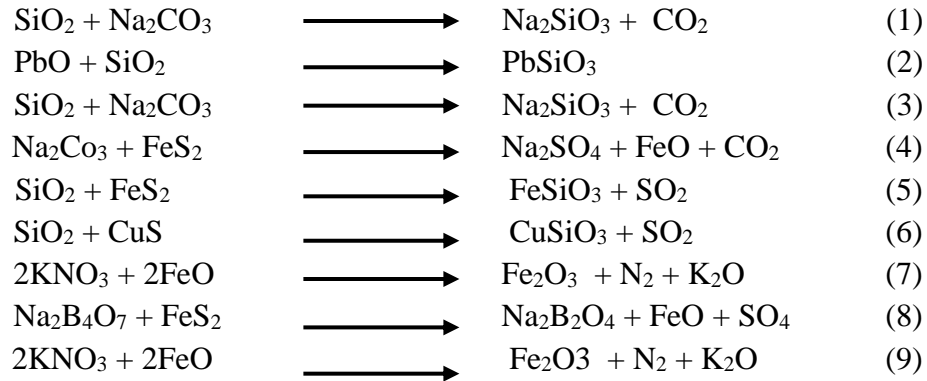
*Fire assay* adalah preprasi sampel batuan dengan fluks, peleburan fluks dengan sampel batuan dalam wadah crusibel atau *crucible fusion*. Proses pemisahan antara logam timbal dengan logam mulia atau *cupellation*. Adapun masing-masing mineral yang ada pada sampel batuan akan kontak dengan campuran fluks saat dalam leburan, sebagaimana dapat dilihat hasil leburan pada Gambar 8.



**Gambar 8.** Hasil leburan berbentuk ampas bijih (slag) dan logam mulia

Pada proses leburan, terjadi reaksi pembentukan antara campuran fluks dengan mineral-mineral yang terdapat pada sampel batuan. Adapun reaksi pembentukan

ampas bijih dan pemisahan logam timbal ditunjukkan dengan reaksi seperti persamaan reaksi 1 dan persamaan reaksi 9 (Irzon, R dan Kurnia., 2014) :



Pada temperatur timbal oksida dinaikkan pada suhu 950 °C direduksi menjadi Pb. Jika temperatur dinaikkan maka bijih sampel batuan akan dipecahkan oleh fluks yang lain dan ampas bijih (slag) yang kental akan terbentuk dan pada waktu yang bersama logam mulia seperti emas (Au) dan perak (Ag) lepas dari bijih sampel batuan dan segera menyatu dengan Timbal (Pb) cair ditunjukkan dengan reaksi seperti persamaan reaksi 10 (Irzon, R dan Kurnia., 2014) :



Pada saat temperatur masih tinggi pada suhu 950°C, kekentalan ampas bijih (slag) berangsur turun, akhirnya menjadi sangat encer sehingga timbal (Pb) akan turun bersama logam mulia seperti emas (Au) dan perak (Ag) yang dikoleksi oleh timbal (Pb) menuju ke dasar wadah krusibel karena mempunyai berat jenis yang besar.

Ampas bijih (slag) yang dihasilkan memiliki warna hitam dan putih. Adapun warna hitam menunjukkan kandungan besi dan mangan sedangkan untuk warna keputihan susu buram memiliki kandungan calsium, magnesium, aluminium,

seng dan barium memiliki tekstur yang bergaris pada ampas bijih (slag) (Irzon, R dan Kurnia., 2014).

Pemisahan ampas bijih (slag) dengan logam timbal yang mengikat logam mulia dilakukan dengan menuangkan kedalam cetakan baja. Setelah dingin, ampas bijih akan terpisah dari logam timbal. Lapisan ampas bijih akan menutupi permukaan logam timbal dan memisahkan antara logam timbal dengan ampas bijih sehingga yang di dapatkan sisa logam timbal dan pemanasan logam timbal sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 9.

a.



b.



**Gambar 9.** Hasil leburan dan pemanasan berbentuk logam timbal a: Hasil leburan dan pemanasan berbentuk logam timbal. b : Proses leburan logam timbal dalam *furnace* dengan suhu 950°C

Pada pemanasan logam mulia dan logam timbal dalam leburan pada temperatur 900-1000 °C akan menyebabkan logam timbal meleleh dan terserap oleh kupel sehingga terpisah antara logam mulia dan timbal dalam leburan *furnace*. Pada proses ini didapatkan logam mulia sebagaimana dapat dilihat pada Gambar 10.



**Gambar 10.** Bead ( campuran logam mulia antara emas (Au) dan perak (Ag) )

Tahap akhir proses *fire Assay* adalah pemisahan dilakukan untuk mendapatkan logam mulia emas (Au) yang diikat dari perak (Ag). Campuran emas dan perak dipisahkan menggunakan larutan *aquaregea* (air raja) dengan perbandingan 1 : 3 sehingga didapatkan larutan emas dalam bentuk cairan sementara perak dalam keadaan mengendap. Konsentrasi emas diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

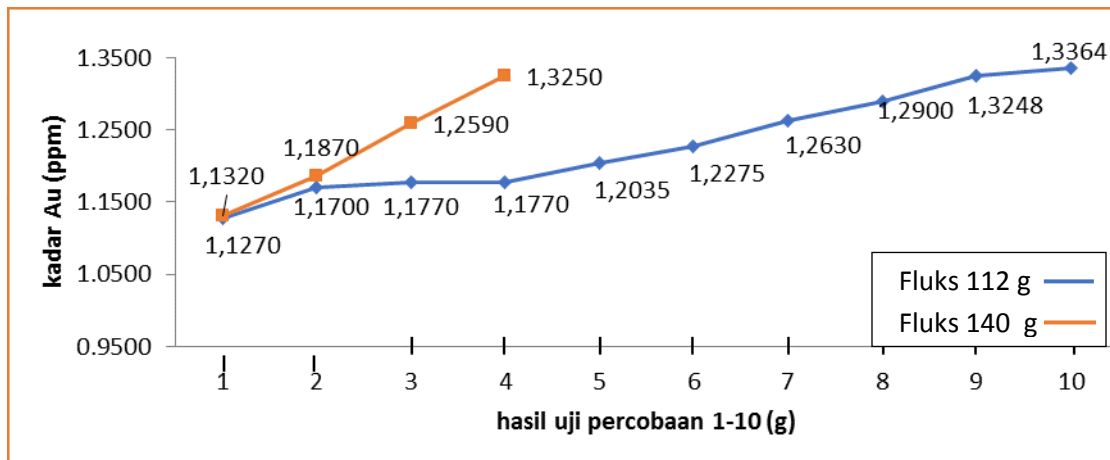
#### **4.1.6 Optimalisasi komposisi fluks**

Dalam penelitian ini digunakan fluks 100 g sampai 140 g dengan variasi 110, 112, 120 dan 130 g dengan sampel batuan DMLZ 2534668 dan DMLZ 2533737 sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 11. Adapun sampel sertifikat referensi

material (SRM) dengan kadar standar 1,32 ppm dengan deviasi 0,06 ppm sebagaimana ditunjukkan pada gambar 13.

#### 4.1.7 Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2534668

Data kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2534668 yang dilebur dalam *furnace* pada suhu 1100 °C ditunjukkan pada Gambar 11.

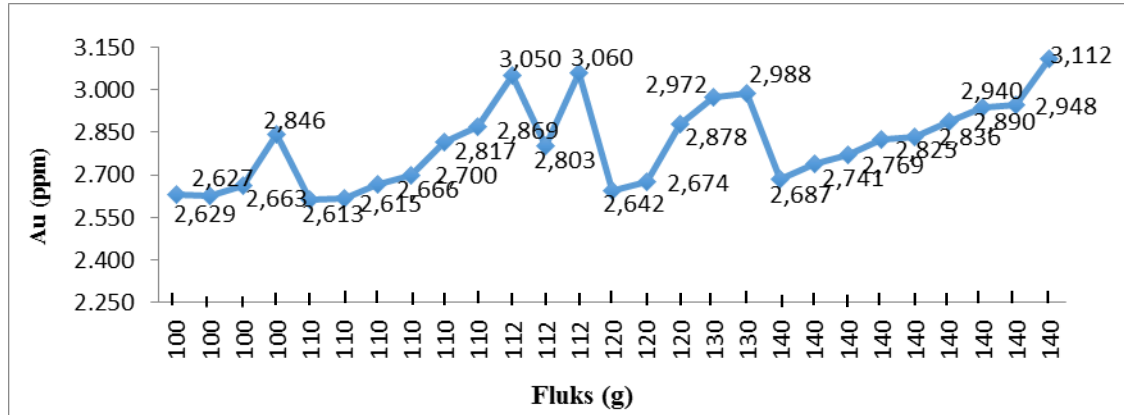


**Gambar 11.** Kadar emas dalam sampel 2534668 dengan fluks 112 g dan 140 g

Berdasarkan Gambar 11, fluks terbaik 112 g diperoleh rentang kadar 1,1270-1,3364 ppm yang ditunjukkan nilai deviasi yang relatif kecil yaitu 0,071 ppm. Dibandingkan dengan fluks 140 g diperoleh nilai 1,1320 - 1,3250 ppm yang ditunjukkan nilai deviasi yaitu 0,084 yang relatif besar dan tinggi adapun selisih kadar disebabkan perlakuan sampel dan kontaminasi dengan sampel yang lain. Pada penelitian ini, didapatkan 112 g sebagai jumlah fluks optimal dalam sampel DMLZ 2534668 menunjukkan bahwa terdapat kesesuaian yang sangat dekat dengan rentang selisih yang lebih kecil untuk nilai kadar yang didapatkan.

#### 4.1.8 Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2533737

Data kadar emas komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2534668 yang dilebur dalam *furnace* pada suhu 1100 °C ditunjukkan pada Gambar 12.

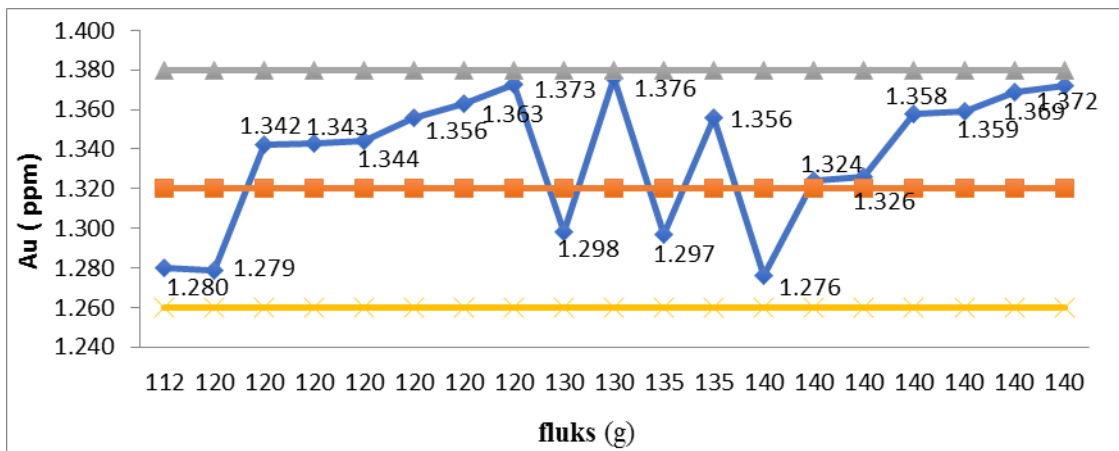


**Gambar 12.** Kadar emas dalam sampel 2533737 dengan fluks 100 g - 140 g

Berdasarkan Gambar 12, fluks terbaik 140 g diperoleh rentang kadar 2,687-3,112 ppm yang ditunjukkan nilai deviasi yang relatif kecil yaitu 0,089 ppm. Dibandingkan dengan fluks 110 g, fluks 100 g, 112 g, 120 g, dan 130 g ditunjukkan relatif besar dan tinggi yaitu 0,169 ppm. Adapun selisih kadar yang lain disebabkan perlakuan sampel dan kontaminasi dengan sampel yang lain.

#### 4.1.9 Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) 2534668

Data kadar emas komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) yang dilebur dalam *furnace* pada suhu 1100°C ditunjukkan pada Gambar 13.

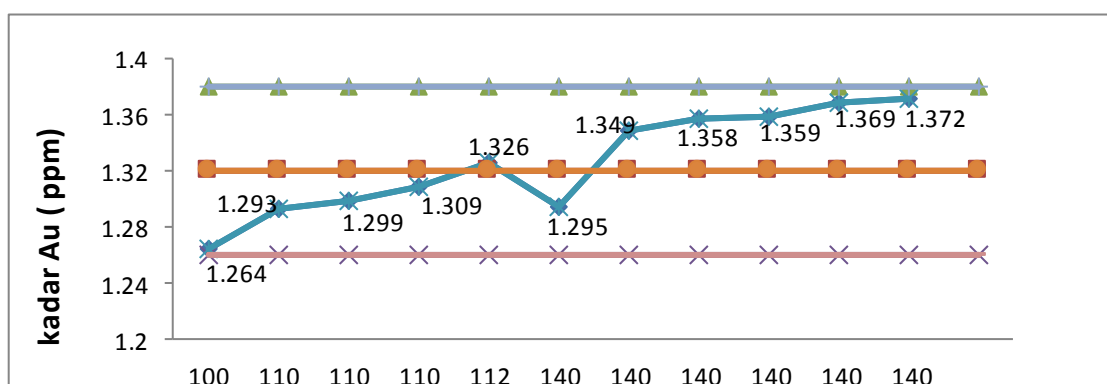


**Gambar 13.** Kadar emas komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM)

Berdasarkan Gambar 13, fluks terbaik 120 g diperoleh rentang kadar 1,342-1,363 ppm yang ditunjukkan nilai deviasi yang relatif kecil yaitu 0,030 ppm. Dibandingkan dengan fluks 130 g, 135 g dan 140 g ditunjukkan relatif besar dan tinggi yaitu 0,035 ppm. Komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) yang optimal yaitu 120 g. Nilai relatif yang berjauhan disebabkan oleh faktor perlakuan sampel, kontaminasi dan kekuatan asam basa pada sampel.

#### 4.1.10 Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) 2533737

Data kadar emas komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) yang dilebur dalam *furnace* pada suhu 1100°C ditunjukkan pada Gambar 14.



**Gambar 14.** Grafik data komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM)

Berdasarkan Gambar 14, fluks terbaik 140 g diperoleh rentang kadar 1,349-1,372 ppm yang ditunjukkan nilai deviasi yang relatif kecil yaitu 0,024 ppm. Dibandingkan fluks 100 g, dan 112 g yang ditunjukkan relatif besar dan tinggi yaitu 0,028 ppm. komposisi fluks dalam sampel sertifikat referensi material (SRM) yaitu bobot 140 g. Nilai relatif yang berjauhan disebabkan oleh faktor perlakuan sampel, kontaminasi dan kekuatan asam basa pada sampel.

#### **4.2 Penentuan Validasi Metode**

Validasi metode penelitian merupakan hal penting sehingga hasil penelitian dapat dikatakan memiliki tingkat kepercayaan yang tinggi. Akurasi dan presisi metode akan ditetapkan dengan membandingkan hasil yang diperoleh dengan nilai yang sudah diketahui oleh (SRM), Hasil uji kadar emas SRM dengan komposisi sampel DMLZ 2534668 dan DMLZ 2533737. Parameter dalam validasi metode ini



diantaranya perbandingan hukum presisi dan hukum *horwitz* dengan perbandingan statistik dari nilai t hitung dan t Tabel.

#### **4.2.1 Uji Presisi ( keterulangan)**

Uji presisi dilakukan untuk mengetahui kedekatan atau kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan yang lainnya pada serangkaian pengujian. Uji presisi hasil pengukuran digambarkan dalam bentuk persentasi relativ standar deviasi (%RSD. Uji presisi yang dilakukan termasuk jenis uji keterulangan. Hasil uji presisi untuk sampel 2534668 didapatkan data % CV presisi adalah 5.84 % sedangkan sampel 2533737 % CV presisi adalah 5.35 % hasil perhitungan ada pada Lampiran 7.

#### **4.2.2 Hukum *Horwitz***

Uji presisi dilakukan untuk melihat kedekatan antara hasil uji yang dilakukan secara berulang pada sampel. Sebagai syarat keberterimaan digunakan persamaan koefisien variasi Horwitz sesuai AOAC (*Association of Official Analytical Chemist, 2005*) yang menjadi acuan dalam penelitian ini. Presisi suatu metode dikatakan memenuhi syarat keberterimaan jika nilai % RSD lebih kecil dari CV *Horwitz* sehingga hasil pengukuran memiliki nilai presisi yang memenuhi persyaratan.

Hasil pengujian sampel 2534668 didapatkan data % CV presisi adalah 5.84 % dan % CV *Horwitz* adalah 15.51 hasil perhitungan ada pada Lampiran 7 sedangkan sampel 2533737 % CV presisi adalah 5.35 dan % CV *Horwitz* adalah 13.70 hasil perhitungan ada pada Lampiran 7.

#### **4.2.3 Uji Akurasi ( % *recovery* )**

Setelah uji presisi maka dapat dilanjutkan dengan uji akurasi. Metode analisis dalam perhitungan memberikan persen perolehan kembali komposisi fluks dalam

sampel SRM sebesar 101,2 % ( Lampiran 5) sedangkan komposisi fluks dalam sampel SRM sebesar 100% ( Lampiran 6). Berdasarkan nilai perolehan kembali ( % *recovery*) ketepatan laboratorium yaitu Akurasi (%) = 100% maka analisis telah memenuhi batas standar penerimaan laboratorium.

#### **4.2.4 Kekeliruan (% Bias)**

% Bias (Kekeliruan) hasil uji dari metode uji yang dievaluasi terhadap *true value* (nilai kebenaran) menggambarkan seberapa tinggi akurasi dari metode uji tersebut. Hasil data perhitungan memberikan persen komposisi fluks dalam sampel SRM sebesar 1.24 % sedangkan komposisi fluks dalam sampel SRM sebesar 0.013 %.

#### **4.2.5 Uji T Hitung dan T Tabel**

Uji t membandingkan rata-rata ulangan yang dilakukan oleh dua metode dan membuat asumsi dasar atau hipotesis nol. Uji t memberikan jawaban “ya atau tidak” terhadap pembenaran dari hipotesis nol dengan keyakinan yang pasti, seperti 95 % atau bahkan 99 %. Nilai kritik untuk t didapat dari Tabel. Jika nilai t hitung lebih besar dari nilai tabel maka hipotesis nol dapat ditolak yang berarti terdapat perbedaan yang signifikan antara dua metode.

Berdasarkan hasil uji t hitung dibandingkan dengan uji Tabel dengan sampel SRM komposisi fluks 2534668 diperoleh t hitung adalah 2.08 dan tabel 2.11 (Lampiran 5) sedangkan sampel SRM komposisi fluks 2533737 diperoleh t hitung adalah 0.014 dan t Tabel 2.23 (Lampiran 6). Hasil uji menunjukkan bahwa t hitung lebih kecil dari pada t Tabel diterima dalam skala laboratorium.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

1. Komposisi fluks yang terbaik menggunakan sampel DMLZ (*Deep Mill Level Zone*) adalah komposisi fluks 112 g dalam sampel DMLZ 2534668 yaitu

silika 13,40 g, PbO 70 g, terigu 2,54 g, boraks 4,94 g, natrium karbonat 23,81 g, perak 0,3 g sedangkan komposisi fluks 140 dalam sampel DMLZ 2533737 g yaitu silika 13,84 g, PbO 70 g, terigu 2,56 g, boraks 2,09 g, natrium karbonat 21,17 g, perak 0,3 g.

2. Proses analisis sampel DMLZ 2534668 diperoleh presisi adalah 5,84 % dan Hukum *Horwitz* adalah 5,35 % sedangkan sampel DMLZ 2533737 diperoleh presisi adalah 6,70% dan Hukum *Horwitz* adalah 13,67% yang menunjukkan bahwa metode *fire assay* ini dinyatakan valid.

## 5.2 Saran

1. Menggunakan sampel yang berbeda dari tambang bawah tanah dengan komposisi fluks yang berbeda.

## DAFTAR PUSTAKA

- Austin, L. S., 1970, *The Fire Assay of Gold, Silver, and lead in Ores and Metallurgical Products*, Pulished by the Mining and Scientific Press, University of California, San Francisco.
- Amrin, dan Ardilla, D., 2013, *Analisis Besi (Fe) Dan Aluminium (Al) Dalam Tanah Lempung Secara Spektroskopi Serapan Atom*, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Padang.

- Assadiyah, F. I., Fuad, A., Muft, N., 2013, The influence on concentration of NaCN solution in malachite quartz rock cyanidation process toward gold grade and gold cyanide solution conductivity, Jurusan kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang.
- Bassett, J., 1994, *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, Jakarta: Kedokteran EGC
- Djuhairiningrum, T., 2004, *Kajian Teoritis Pengaruh Unsure Matriks Terhadap Hasilanalisis Dengan Metoda Spektroskopi Serapan Atom (SSA)*, Pusat Pengembangan Bahan Galian Dan Geologi Nuklir-BATAN.
- Freeport Indonesia (PTFI). 2007. *Sekilas Tentang Kami*.<http://ptfi.co.id>.
- Tinjauan Umum Terhadap dan Bagaimana kami beroperasi Proses*.  
<http://ptfi.co.id/diakses> tanggal 27 Agustus 2016
- Underground Geotech & Hydrology Dept.
- Huda, T., Ismilayli, N., Santoso, S. J., 2009, Studi adsorpsi ion Au (III) dengan menggunakan asam humat, *skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Yogyakarta.
- Hendra, T., 2011, Studi optimasi recovery perak dari decopperized anode smile dengan selective leaching ammonium hidroksida, *skripsi*, FMIPA Universitas Indonesia, Jakarta.
- Idarwati, 2013, Mineralisasi Dan Pola Alterasi Daerah Lakea, Kabupaten Buol, Prov. Sul. Tengah, Jakarta.
- Indarto, S., Sudarsono., Setiawan, I., Permana, H., Kuasar, A., Yuliyanti, A., Yuniati, M.D., 2014, Batuan Pembawa Emas pada Mineralisasi Sulfida Berdasarkan Data Petrografi dan kimia daerah Cihonje, Gumelar, Banyumas, Jawa Tengah, Pusat penelitian Geoteknologi-LIP ISSN 0125-9849, ISSN 2354-6638, 24 (2): 115-130.
- Irzon, R., dan Kurnia., 2014, Optimasi Teknik Fire Assay Dan Kondisi Kupelasi Untuk Memperoleh Komposisi Fluks Pada Analisis Kadar Emas, Pusat Survei Geologi Bandung, 15(1): 55-62
- Johnson, W. M., Jane, M. L., 1994, *Pendahuluan Metode Fire Assay*, Quality Analysis Consultants, PT Freeport Indonesia.
- Kopkhar, S.M., 1990. *Konsep dasar kimia analitik*. Jakarta, Universitas Indonesia

- Lutvi M., dan Damayanti R., 2009, Karakterisasi Merkuri dalam Sedimen dan Air Pada Pengolahan Tailing Amalgamasi di Kegiatan Pertambangan Emas Rakyat Secara Sianidasi, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral, *Prosiding Pertambangan*.
- Maulana, A.M., dan Jaya, A., 2015, Studi Deposit Emas Metamorf-Host Di Sulawesi, Indonesia
- Mulyasuryani, A., Bambang, I., dan Danar, P., 2011, Pemurnian Emas dari Bijih Emas Berkadar Rendah Menggunakan Karbon Aktif dari Arang Tempurung Kelapa Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya, Jawa Timur, *Jurnal Natur Indonesia*, 14(1): 1-6.
- Nadianita, A., 2007, Analisa logam berat besi (Fe), Krom (Cr), Tembaga (Cu), pada sedimen diperairan sekitar pantai makasaar secara Spektrometri Serapan Atom (SSA), Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin.
- Nasmi, I. S., 2007, Analisis Logam Berat Tembaga dan Timbal (Pb) pada Sedimen *lanun Thalassia Himpriahsi* diperairan Pulau Barrang Lompo Kota Madya Makassar, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin.
- Purnamawanti, D.I., dan Tapilatu, S.R., 2012, Genesa Dan Kelimpahan Mineral Logam Emas Dan Asosiasinya Berdasarkan Analisi Spetrografi, Dan Atomic Absorbs Spektroskopi Serapan Atom (SSA), 5 (2), hal. 167-171.
- Puspitaningrum, D. W., 2010, Ekstraksi Emas Dari Batuan Menggunakan Metode Sianidasi Dan Amalgamasi Dengan Penambahan Ketela Pohon, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.
- Rusdiarso, B., 2007 Studi Ekstraksi Pelarut Emas (Iii) Dalam Larutan Konsentrat Tembaga Pt Freeport Dengan 8-Metylxantin (Study On Solvent Extraction Of Au (III) In Cu-Concentrate Solution At PT Freeport By Using 8-Methylxantine) Jurusan Kimia FMIPA, UGM, Sekip Utara, Yogyakarta 55281
- Sensostania, H., Rachmat, T., T., Danar, P, 2013, Ozonisasi Emas Dalam Larutan NaCl, 2(2): Pp.477-481.
- Skoog, dan Douglas A., 2000, Principle Of Instrumental Analysis, Philadelphia.

- Supriadijaja, A., 2007, Penentuan Kadar Emas (Au) Dan Perak (Ag) Metode Fire Assay Dengan Perbandingan Hasil Analisis Peleburan Tungku Gas Terhadap Tungku Solar, *Jurnal Riset Geologi Dan Pertambangan*, 1 (1): 51-55
- Supriadijaja, A., dan Widodo, 2009., Studi Penggunaan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Pada Pelarutan Bijih Emas Sukabumi Selatan Dengan Larutan Sianida, Sukabumi Selatan: LIPI.
- Svehla, G., 1979, Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro, Jakarta: PT Kalman Media Pusaka.
- Susiyadi, D. M., Dasna, I. W., Budiasih, E., 2013, Jurusan kimia Fakultas matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Malang.
- Setiawan, H., Pujiyanto, A., Lubis, H., Mujinah., Kurniasih, D., Hambali., Ritawidya, R., Mutalib, A., 2012, Pembuatan Larutan H<sup>198</sup>AuCl<sub>4</sub> dari Logam Emas (foil), sebagai Bahan Baku Utama Sintesis Nanopartikel Au Pamam Dendrimer, Pusat Radioisotop dan Radiofarmaka BATAN Kawansan PUSPIPTEK Serpong Tangerang Selatan, Program Pasca Sarjana, Jurusan Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
- Underwood, A.L, and Day, R.A. 2001. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi Keenam. Jakarta : Erlangga
- Wahyudi, T., Lili, T., Arief, S, Azhari, Rezky, I., Leni., 2014, Karakterisasi Mineralogi Dan Sifat Fisika-Kimia Limbah Pengolahan Emas Karakterisasi Mineralogi Dan Sifat Fisika-Kimia Limbah Pengolahan Emas.

## LAMPIRAN

### Lampiran 1. Prosedur metode *fire assay*

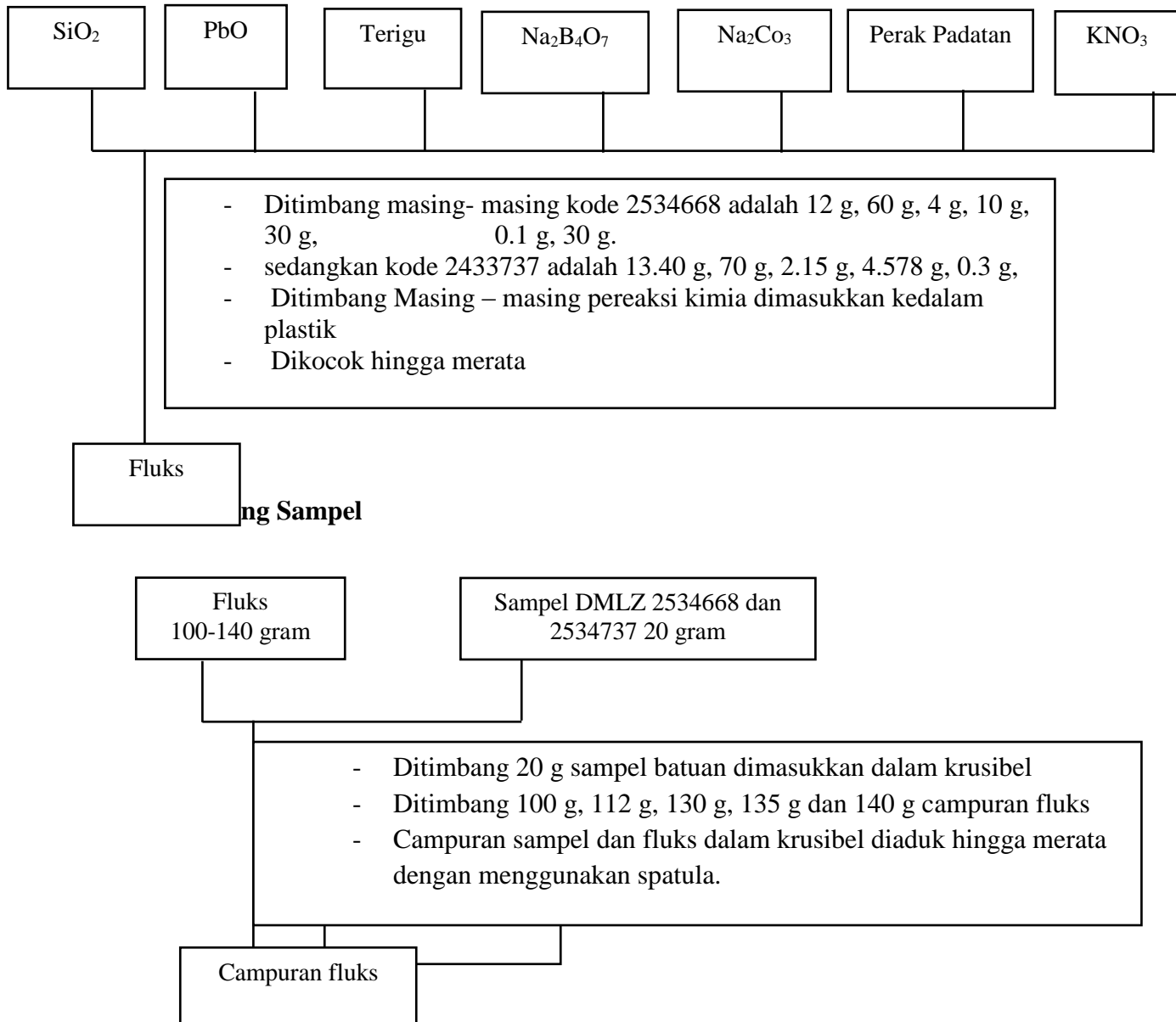
#### a. Preparasi Sampel

**Sampel Batuan  
DMLZ (Deev Mill  
Level Zone)**

44

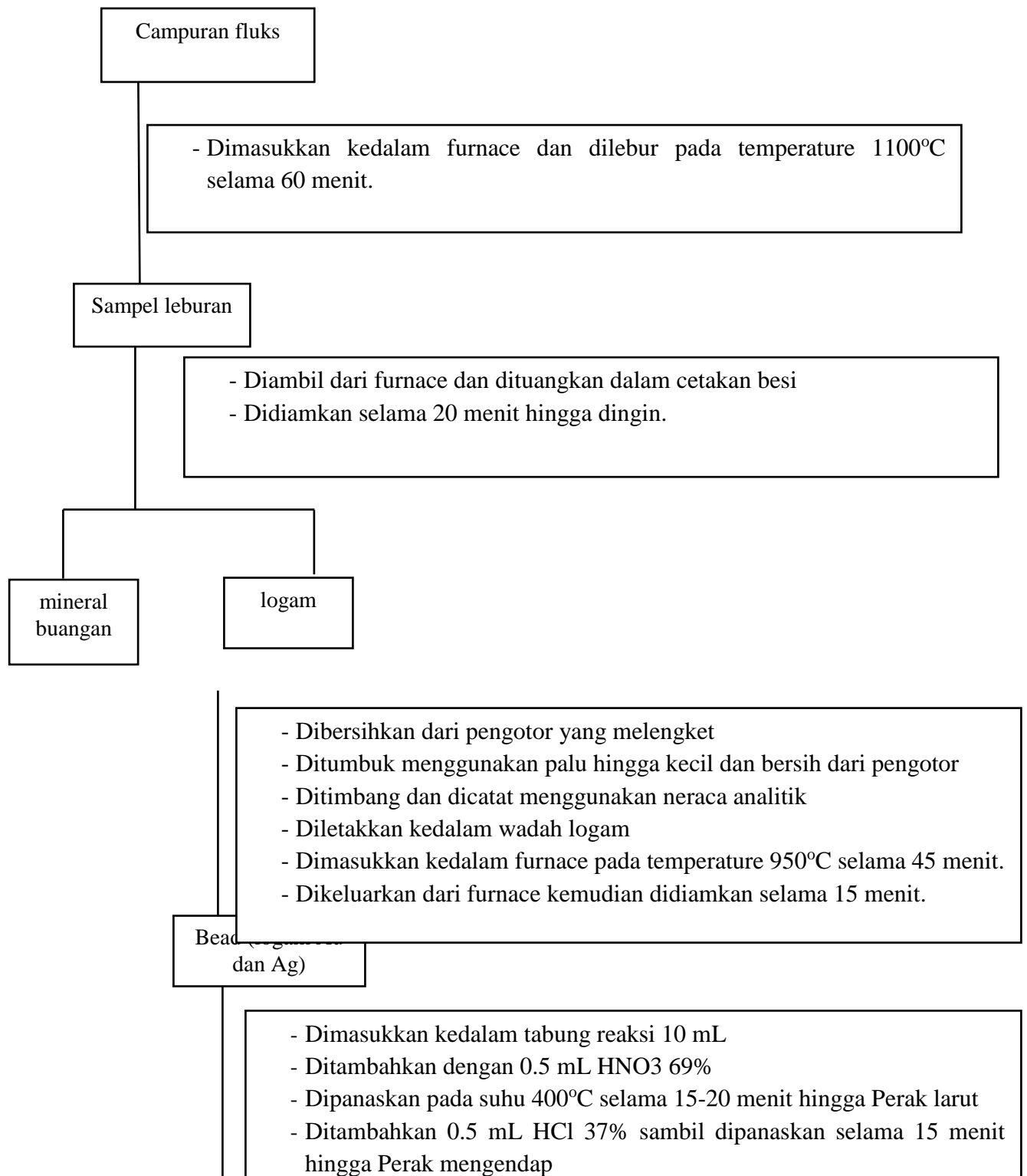
- Diambil sebanyak 1 kg

### b. Pembuatan komposisi fluks





#### d. Peleburan Sampel Campuran Fluks



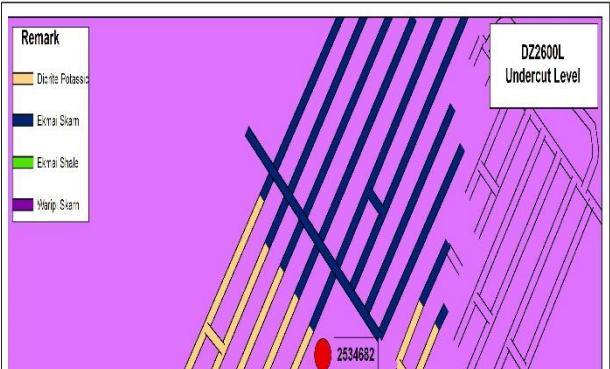
Bead (logam Au dan Ag)

- Dimasukkan kedalam tabung reaksi 10 mL
- Ditambahkan dengan 0.5 mL HNO<sub>3</sub> 69%
- Dipanaskan pada suhu 400°C selama 15-20 menit hingga Perak larut
- Ditambahkan 0.5 mL HCl 37% sambil dipanaskan selama 15 menit hingga Perak mengendap
- Tambahkan lagi 1 mL HCl 37%
- Impitkan dengan aquades hingga tanda batas
- Kocok hingga homogen
- Analisis dengan Spektrofotometer serapan atom (AAS).

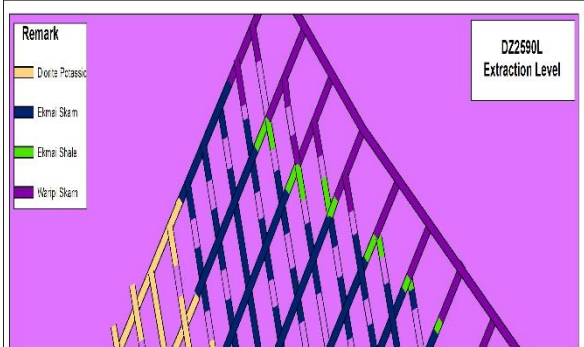
Hasil

Lampiran 2. Dokumentasi

Kode 2534668



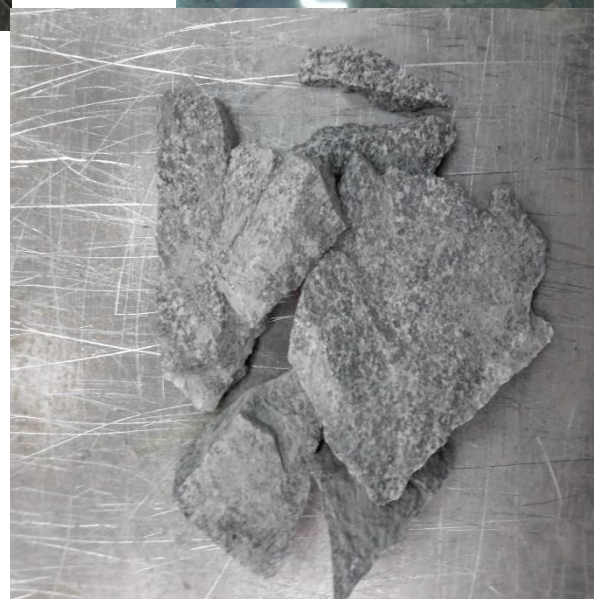
Kode 2533737

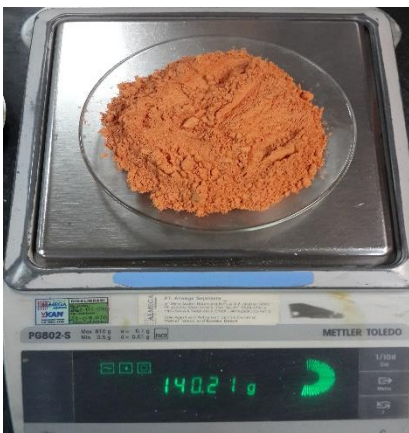
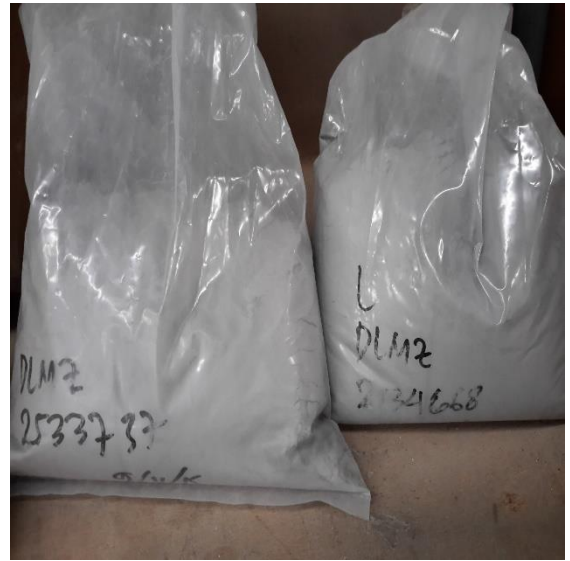


Sampel 2534668



Sampel 2533737





**Lampiran 3.** Kadar Emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2534668

No.	Berat Fluks	Berat logam timbal	Ppm Au	keterangan
1	112	26.76	1.2275	Temp Furnace 1000-1092
2	112	23.24	1.2035	0.1 gram
3	112	25.77	1.1700	
4	112	30.83	1.1270	

5	112	30.82	1.2630	0.3 gram
6	112	31.33	1.1770	
7	112	28.16	1.2900	
8	112	29.17	1.3248	0.3 gram
9	112	29.62	1.3364	
10	112	25.63	1.1770	
11	140	32.12	1.3250	
12	140	32.16	1.2590	
13	140	31.13	1.1320	
14	140	27.29	1.1870	0.3 gram
Rerata pengukuran		1.2285		
SD pengukuran		0.07		
Presisi (% CV)		5.84		
% CV Horwitz		15.51		

**Lampiran 4.** Kadar emas dengan komposisi fluks dalam sampel DMLZ 2533737

No.	Berat Fluks	Berat logam Timbal	Ppm Au	Keterangan
1	100	26.74	2.869	0.3 gram
2	100	26.03	2.845	
3	100	27.25	2.817	
4	100	25.67	2.700	

5	110	43.13	2.666	0.3 gram
6	110	44.91	2.663	
7	110	38.98	2.629	0.3 gram
8	110	39.13	2.627	
9	110	38.00	2.615	0.3 gram
10	110	42.47	2.613	0.3 gram
11	112	31.46	2.803	
12	112	36.80	3.050	
13	112	38.87	3.060	0.3 gram
14	112	17.14	3.112	
15	120	46.25	2.642	
16	120	36.50	2.674	0.3 gram
17	120	38.16	2.878	
18	130	48.70	2.940	0.3 gram
19	130	47.59	2.972	
20	130	40.12	2.988	
21	140	36.96	2.687	0.3 gram
22	140	41.99	2.741	0.3 gram
23	140	23.15	2.769	
24	140	34.19	2.825	
25	140	32.29	2.836	
26	140	33.54	2.890	
27	140	34.33	2.948	

Rerata pengukuran	2.810
SD pengukuran	0.150
Presisi (% CV)	5.35
% CV Horwitz	13.70

**Lampiran 5.** Kadar Emas komposisi fluks dalam sampel Certifikat Referensi Material

No.	Penimbangan	Konsentrasi terukur (mgram/L)	Berat fluks
1	1	1.280	112
2	2	1.279	120
3	3	1.342	120

4	4	1.343	120
5	5	1.344	120
6	6	1.356	120
7	7	1.363	120
8	8	1.373	120
9	9	1.298	130
10	10	1.376	130
11	11	1.297	135
12	12	1.356	135
13	13	1.276	140
14	14	1.324	140
15	15	1.326	140
16	16	1.358	140
17	17	1.359	140
18	18	1.369	140
19	19	1.372	140
Rerata pengukuran		1.336	
SD pengukuran		0.0343	
Presisi (% CV)		2.57	
% CV Horwitz		15.32	
Sertifikat CRM		1.32	
SD Sertifikat		0.060	
Akurasi (% Recovery)		101.2	
% Bias		0.67	
t hitung		2.08	
t-tabel		2.11	

**Lampiran 6.** Kadar Emas komposisi fluks dalam sampel Certifikat Referensi Material

No.	Penimbangan	Konsentrasi terukur (mgram/L)	Berat fluks
1	1	1.264	100



2	2	1.249	110
3	3	1.293	110
4	4	1.299	110
5	5	1.309	110
6	6	1.326	112
7	7	1.295	140
8	8	1.349	140
9	9	1.358	140
10	10	1.359	140
11	11	1.369	140
12	12	1.372	140
Rerata pengukuran		1.320	
SD pengukuran		0.04	
Presisi (% CV)		3.15	
% CV Horwitz		15.34	
Sertifikat CRM		1.32	
SD Sertifikat		0.060	
Akurasi (% Recovery)		100.0	
% Bias		0.013	
t -hitung		0.014	
t-tabel		2.23	

## Lampiran 7. Perhitungan hasil nilai validasi metode

### 1. Rata-Rata Pengukuran

$$\bar{X} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n}$$

$$\bar{X} = \frac{1,2275 + 1,2035 + \dots + 1,1870}{14}$$

$$\bar{X} = \frac{17,1992}{14}$$

$$\bar{X} = 1,2285$$

## 2. Standar Deviasi

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{(\sum_{i=1}^n x_i)^2}{n}}{n-1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{(1,2275^2 + 1,2035^2 + \dots + 1,1870^2) - \frac{(1,2275 + 1,2035 + \dots + 1,1870)^2}{14}}{14-1}}$$

$$s = \sqrt{\frac{21,19614986 - \frac{295,81076}{14}}{13}}$$

$$s = \sqrt{\frac{21,19614986 - 21,1293}{13}}$$

$$s = \sqrt{\frac{0,0668098}{13}}$$

$$s = \sqrt{0,00514}$$

$$s = 0,07169$$

## 3. Presisi

$$(\% cv) = \frac{s}{\bar{X}} \times 100\% \quad (\% cv) = \frac{0,07169}{1,2285} \times 100\% \quad (\% cv) = 5,84$$

#### 4. Hukum Horwitz

$$\% cv \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5} \log C$$

$$\% cv \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5} \log \left( \frac{1,2285}{1.000.000} \right)$$

$$\% cv \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5} (-5,910621052)$$

$$\% cv \text{ Horwitz} = 2^1(-2,955310526)$$

$$\% cv \text{ Horwitz} = 2(3,055310526)$$

$$\% cv \text{ Horwitz} = 15,51197$$

$$\% bias = \frac{\text{rata} - \text{rata pengukuran} - SRM}{SRM} \times 100\%$$

$$\% bias = \frac{1,336 - 1,32}{1,32} \times 100\%$$

$$\% bias = \frac{0,016}{1,32} \times 100\%$$

$$\% bias = 0,12 \times 100\%$$

#### 5. Statistik Uji

$$t_{hitung} = \frac{\bar{X} - \mu}{sd / \sqrt{n}}$$

$$t_{hitung} = \frac{1,336 - 1,32}{0,0343482 / \sqrt{19}}$$

$$t_{hitung} = \frac{0,016}{0,0343482 / 4,359}$$

$$t_{hitung} = \frac{0,016}{0,0079} \quad t_{hitung} = 2,025$$

$$t_{tabel} = t(\alpha; n - 2) = t(0,05; 17) = 2,11$$

## Lampiran 8. Uji Tabel

Titik Persentase Distribusi t (df = 1 – 40)

df	Pr	0.25	0.10	0.05	0.025	0.01	0.005	0.001
	0.50	0.20	0.10	0.050	0.02	0.010	0.002	
1	1.00000	3.07768	6.31375	12.70620	31.82052	63.65674	318.30884	
2	0.81650	1.88562	2.91999	4.30265	6.96456	9.92484	22.32712	
3	0.76489	1.63774	2.35336	3.18245	4.54070	5.84091	10.21453	
4	0.74070	1.53321	2.13185	2.77645	3.74695	4.60409	7.17318	
5	0.72689	1.47588	2.01505	2.57058	3.36493	4.03214	5.89343	
6	0.71756	1.43976	1.94318	2.44691	3.14267	3.70743	5.20763	
7	0.71114	1.41492	1.89458	2.36482	2.99795	3.49948	4.78529	
8	0.70639	1.39682	1.85955	2.30600	2.89646	3.35539	4.50079	
9	0.70272	1.38303	1.83311	2.26216	2.82144	3.24984	4.29681	
10	0.69981	1.37218	1.81246	2.22814	2.76377	3.16927	4.14370	
11	0.69745	1.36343	1.79588	2.20099	2.71808	3.10581	4.02470	
12	0.69548	1.35622	1.78229	2.17881	2.68100	3.05454	3.92963	
13	0.69383	1.35017	1.77093	2.16037	2.65031	3.01228	3.85198	
14	0.69242	1.34503	1.76131	2.14479	2.62449	2.97684	3.78739	
15	0.69120	1.34061	1.75305	2.13145	2.60248	2.94671	3.73283	
16	0.69013	1.33676	1.74588	2.11991	2.58349	2.92078	3.68615	
17	0.68920	1.33338	1.73961	2.10982	2.56693	2.89823	3.64577	
18	0.68836	1.33039	1.73406	2.10092	2.55238	2.87844	3.61048	
19	0.68762	1.32773	1.72913	2.09302	2.53948	2.86093	3.57940	
20	0.68695	1.32534	1.72472	2.08596	2.52798	2.84534	3.55181	
21	0.68635	1.32319	1.72074	2.07961	2.51765	2.83136	3.52715	
22	0.68581	1.32124	1.71714	2.07387	2.50832	2.81876	3.50499	
23	0.68531	1.31946	1.71387	2.06866	2.49987	2.80734	3.48496	
24	0.68485	1.31784	1.71088	2.06390	2.49216	2.79694	3.46678	
25	0.68443	1.31635	1.70814	2.05954	2.48511	2.78744	3.45019	
26	0.68404	1.31497	1.70562	2.05553	2.47863	2.77871	3.43500	
27	0.68368	1.31370	1.70329	2.05183	2.47266	2.77068	3.42103	
28	0.68335	1.31253	1.70113	2.04841	2.46714	2.76326	3.40816	

## Lampiran 9. Hasil uji metalurgi

Figure 1. Sampling Location Map of 2533737, 2534668, and 2534682

### Metallurgical Responses

Basic flotation tests were undertaken at Metallurgical Laboratory to observe their metallurgical responses. Table 1 below indicates the copper (Cu), gold (Au), iron (Fe) and acid soluble copper (CuOx) contents in the feed samples.

Table 1. Copper, Gold, Iron and Acid Soluble Copper Contents in the Feed Samples

No.	Sample Name	Cu (%)	Au (g/t)	Fe (%)	CuOx (%)
1	2533737	1.250	2.849	3.285	0.041
2	2534668	1.137	0.933	5.160	0.047
3	2534682	0.715	1.871	3.220	0.033

The flotation test results are shown in Table 2 below. 2534668 sample produces lower mass yield (11.48%) and higher concentrate grade (9.34%Cu) whereas 2533737 and 2534682 samples produce higher mass yield (34.61% and 25.46%) and lower concentrate grade (3.29%Cu and 2.44%Cu) than the standard values (mass yield < 12.5% and concentrate grade > 3.5%Cu).

## Lampiran 10. Hasil uji XRD mineralogi

### XRD Mineralogy

Table 3 below indicates minerals composition of 2533737, 2534668, and 2534682 feed samples as assessed by XRD. The result of 2533737 feed sample indicates that Feldspar, Quartz, Mica, and Clay are dominant minerals present in this sample, followed by Cu-Sulfide, Sulfate, Fe-Oxide, and Carbonate. The copper mineral present in this sample is chalcopyrite (4.0).

The result of 2534668 feed sample indicates that Mica, Quartz, Feldspar, and Fe-Sulfide are dominant minerals present in this sample, followed by Cu-Sulfide, Carbonate, Sulfate, and Fe-Oxide. The copper mineral present in this sample is chalcopyrite (4.8).

Meanwhile, the result 2534682 feed sample indicates that Quartz, Mica, Feldspar, and Fe-Sulfide are dominant minerals present in this sample, followed by Sulfate, Cu-Sulfide, Fe-Oxide, and Carbonate. The copper mineral present in this sample is chalcopyrite (2.5).

**Table 3. XRD Results of Feed Samples**

XRD Mineral Summary:	DMLZ-2533737 FEED	DMLZ-2534668 FEED	DMLZ-2534682 FEED
Quartz, SiO <sub>2</sub>	21.6	26.5	32.9
Feldspar, (Na, K, Ca)AlSi <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	40.9	11.5	21.4
Andalusite/Vesuvianite/Epidote/Zeolite	0.0	0.0	0.0
Garnet	0.0	0.0	0.0
Olivine	0.0	0.0	0.0
Pyroxene	0.0	0.0	0.0
Carbonate (cal, dolo), CaCO <sub>3</sub> / Ca,Mg(CO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	1.1	3.1	1.4
Sulfate (anhy, gyp, jar, alunite), CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O	3.3	3.0	3.7
Chalcanthite (CuSO <sub>4</sub> .5H <sub>2</sub> O	0.0	0.0	0.0
Fe-Sulfide (pyr & mar), FeS <sub>2</sub>	1.1	10.5	6.4
Zn-Sulfide (sphalerite), ZnS	0.0	0.0	0.0
Pb-Sulfide (galena), PbS	0.0	0.0	0.0
Molybdenite, MoS <sub>2</sub>	0.0	0.1	0.0
Cu-Sulfide (ch, cov, bor, dig)	4.0	4.8	2.5
Fe-Oxide (mag, hem, goe & wue), Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , FeOOH	2.8	1.9	2.0
Mn-Oxide (pyrolusite)	0.0	0.0	0.0
Brucite	0.0	0.0	0.0
Mica (mus, bio, phlog, clint)	19.1	38.5	28.4
Muscovite $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$	11.4	32.6	26.3
Biotite $K(Mg,Fe)_2-3Al_2Si_2(OH)_2$	7.7	5.9	2.1
Total Clay	5.6	0.0	1.2
Kaolinite, Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	0.0	0.0	1.2
Clinochlore (chlorite), (Mg,Fe)5Al(Si,Al)4O <sub>10</sub> (OH) <sub>8</sub>	5.6	0.0	0.0
Talc	0.0	0.0	0.0
Amphibole/Serpentine	0.6	0.0	0.0
Zunyite	0.0	0.0	0.0
<b>Total:</b>	<b>100.00</b>	<b>100.00</b>	<b>100.00</b>
<b>Sulfide Distribution</b>	<b>DMLZ-2533737 FEED</b>	<b>DMLZ-2534668 FEED</b>	<b>DMLZ-2534682 FEED</b>
Pyrite, FeS <sub>2</sub>	1.1	10.5	6.4
Marcasite, FeS <sub>2</sub>	0.0	0.0	0.0
Pyrrhotite, Fe <sub>1-x</sub> S	0.0	0.0	0.0
Zn-Sulfide, ZnS	0.0	0.0	0.0
Galena, PbS	0.0	0.0	0.0
Molybdenite, MoS <sub>2</sub>	0.0	0.1	0.0
Covellite, CuS	0.0	0.0	0.0
Bornite, Cu <sub>5</sub> FeS <sub>4</sub>	0.0	0.0	0.0
Digenite/Chalcocite, Cu <sub>2</sub> S	0.0	0.0	0.0
Chalcopyrite, CuFeS <sub>2</sub>	4.0	4.8	2.5