

KARAKTERISTIK KUPEL BERBASIS MAGNESIA DAN ABU TULANG SINTESIS

Characteristic of Cupel based on Magnesia and Synthetic Bone Ash

Rustini¹⁾, Dede Taufik²⁾, Maulid Purnawan²⁾, Ria Julyana²⁾, dan Ig. Adi Widjanarko²⁾

¹⁾Lab Geomin PT ANTAM (Persero) Tbk.
Jl. Pemuda – Jl Raya Bekasi Km. 18 Pulogadung, Jakarta 13010

²⁾Balai Besar Keramik
Jl. Ahmad Yani no. 392 Bandung

Naskah masuk: 19 Desember 2018, Revisi: 25 Januari 2019, Diterima: 1 Februari 2019

ABSTRAK

Proses kupelasi banyak digunakan untuk penentuan logam mulia konsentrasi rendah dalam material geologi. Proses ini membutuhkan kupel sebagai wadah pemisahan logam mulia dari oksida timbal (PbO). Dalam penelitian ini telah dilakukan pembuatan dan karakteristik kupel berbasis magnesia dan abu tulang dengan cara *press*. Kupel diuji porositas, ketahanan kejut suhu dan kemampuan penyerapan PbO. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kupel dengan komposisi campuran abu tulang dan *Dead Burnt Magnesite* (DBM) sebesar 15 : 80 dan 35 : 60 merupakan komposisi terbaik untuk menghasilkan kupel dengan porositas diatas 30%, tahan kejut suhu sebanyak 5 siklus dan mampu menyerap timbal monoksida dengan batasan Au yang tersisa berada dalam rentang penerimaan Laboratorium PT Antam.

Kata Kunci: Kupel, Kupelasi, magnesia, Abu tulang, PbO

ABSTRACT

Cupellation process is often being used for determining low concentrations of precious metals in geological material. This process requires cupel as vessel in separation of precious metals from lead oxide (PbO). In this research, cupel based on magnesia and bone ash has been characterized and made by pressing method. The cupels were tested for porosity, thermal shock resistance and PbO absorption ability. The results showed that cupel with a mixture of bone ash and *Dead Burnt Magnesite* (DBM) composition of 15: 80 and 35: 60 were the best composition with porosity above 30%, thermal shock resistance as much as 5 cycles and able to absorb lead monoxide while the remaining Au is within the range limit of PT Antam's Laboratory acceptance.

Keywords: Cupel, Cupellation, Magnesia, Bone Ash, PbO

I. PENDAHULUAN

Proses kupelasi merupakan salah satu tahapan proses dalam analisis *lead fire assay* yang banyak digunakan untuk penentuan emas konsentrasi rendah dalam material geologi. Proses kupelasi banyak digunakan karena akurat dan memiliki batas deteksi rendah serta dapat mengakomodasi hampir semua jenis bijih. Tidak hanya dilakukan oleh produsen logam mulia, tetapi proses kupelasi juga dilakukan oleh industri yang memproduksi logam mulia sebagai produk sampingan serta industri yang memproduksi logam mulia dari bahan daur ulang.

Proses kupelasi dilakukan dengan menempatkan campuran timbal dan emas yang telah dibersihkan dari terak cair (*lead button*) dalam sebuah kupel dan kemudian dipanaskan pada suhu 1000 – 1100 °C. Proses kupelasi bertujuan untuk menghilangkan timbal yaitu dengan mengoksidasi timbal menjadi timbal monoksida (PbO) yang dapat diserap oleh kupel dan menyisakan sejumlah amalgam emas-perak yang berbentuk butiran (*bead*). *Bead* kemudian dilarutkan dalam asam nitrat untuk memisahkan emas dari perak [1][2][3][4][5][6].

Kupel merupakan wadah berpori berbentuk kerucut yang biasanya terbuat dari magnesium oksida, semen ataupun abu tulang. Ukuran kupel dipilih berdasarkan berat dari *lead button*. Untuk *lead button* dengan berat 32 gram atau kurang, biasanya digunakan kupel dengan diameter 3,8 cm. Untuk *lead button* dengan berat 32 – 48 gram, digunakan kupel berukuran 4,4 cm. Berat kupel sebaiknya 4/3 kali lebih besar dari berat *lead button* [7]. Kupel harus memiliki porositas yang cukup untuk memungkinkan timbal monoksida terserap namun tidak memungkinkan *bead* terserap.

Banyaknya proses kupelasi yang dilakukan tentunya akan menyebabkan banyaknya kebutuhan akan kupel. Kupel yang telah digunakan biasanya langsung dibuang (*disposable*) karena telah jenuh mengandung oksida timbal. Saat ini, kebutuhan kupel di Indonesia masih dicukupi dari impor. Sebagai contoh, PT Antam Tbk membutuhkan sekitar 12.000 kupel per tahun untuk laboratoriumnya. Namun demikian, proses penyediaan kupel dan tidak konsistennya mutu produk yang diimpor merupakan hambatan besar bagi produsen.

Beberapa penelitian tentang kupel yang telah dilakukan umumnya lebih mengarah kepada metode *fire assay*. Shrivastava mempelajari tentang cara mengurangi waktu pemrosesan selama kupelasi yaitu dengan cara menggunakan satu blok besar wadah yang terbuat dari magnesia yang mampu menampung banyak sampel bijih [8]. Jotannovic, dkk. membandingkan metode penentuan kadar emas dalam perhiasan dengan menggunakan metode konvensional *fire assay* dan *X-Ray Fluorescent (XRF)* [9]. Penelitian mengenai pembuatan kupel sendiri masih jarang dilakukan. Pengaruh komposisi magnesia dan abu tulang sebagai bahan baku yang paling banyak digunakan untuk membuat kupel masih belum banyak dipelajari. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh komposisi magnesia dan abu tulang terhadap karakteristik fisik kupel dan kemampuan penyerapan kupel terhadap PbO.

II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *dead burnt magnesite* (DBM) ukuran halus sebagai sumber magnesia, abu tulang

sintesis dari Balai Besar Keramik serta *ball clay* dari Belitung sebagai perekat. Komposisi yang digunakan dapat dilihat pada Tabel 1.

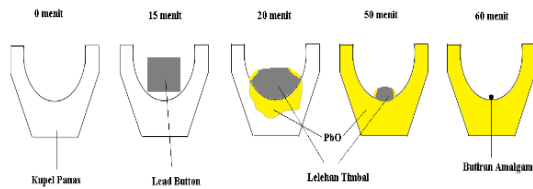
Tabel 1. Komposisi Bahan Kupel

	1	2	3	4
DBM (%)	95	80	60	35
Abu tulang (%)	-	15	35	60
<i>Ball Clay</i> (%)	5	5	5	5

Semua bahan dicampur dengan penambahan aditif berupa *carboxymethylcellulose* (CMC) dan air sebanyak 8%. Campuran kemudian digranulasi hingga ukuran 50 mesh. Bahan kemudian dicetak membentuk kupel dengan cara *press* pada tekanan 250 kg/cm². Ukuran cetakan disesuaikan dengan ukuran kupel yang diinginkan. Kupel dikeringkan dan dibakar pada variasi temperatur 1150 – 1220°C. Kupel diuji sifat fisiknya berupa densitas dan porositas (ASTM C20:2005) serta ketahanan kejut suhu (ASTM C1100:1998) yang dioperasikan pada suhu 1000 °C. Sifat mikro kupel diuji dengan analisis SEM dan XRD.

Uji penyerapan timbal dilakukan di PT Antam untuk melihat seberapa besar kemampuan pemisahan kupel terhadap emas dari timbal yaitu

dengan proses kupelasi. Skema proses kupelasi diperlihatkan pada gambar 1 [10].



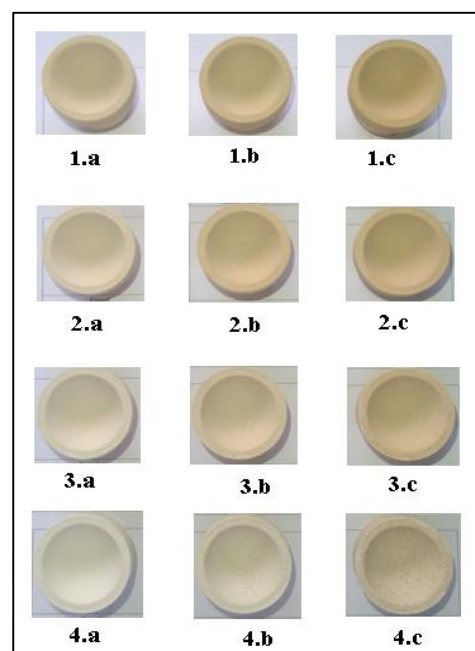
Gambar 1. Tahapan kupelasi

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Kupel merupakan wadah berpori yang terbuat dari bahan refraktori. Pemilihan bahan berbasis magnesia dan abu tulang disebabkan karena dibutuhkan bahan berbasis basa agar tidak bereaksi dengan logam mulia dan timbal namun mampu menyerap timbal oksida. Proses kupelasi dilakukan pada dua temperatur yang ekstrem yaitu suhu ruang dan $\pm 1000^{\circ}\text{C}$ sehingga material kupel harus memiliki ketahanan kejut suhu yang baik. Hasil pembentukan kupel dapat dilihat pada Gambar 2.

Berdasarkan pengamatan visual, perbedaan jumlah abu tulang dalam komposisi kupel berimplikasi pada warna produk. Seperti terlihat pada Gambar 2, warna produk dengan kandungan abu tulang lebih sedikit (posisi atas) berwarna coklat tua dibandingkan produk dengan persentase abu tulang lebih banyak

(posisi bawah). Abu tulang memiliki titik leleh lebih rendah dari pada DBM yaitu 1650°C dan 2800°C [11] yang mengakibatkan kupel dengan presentase abu tulang lebih banyak memiliki tingkat sintering yang lebih baik. Hipotesa tersebut sesuai dengan kondisi kupel hasil pembakaran 1150°C (Gambar 2. 1a, 2a, 3a dan 4a), yaitu kupel komposisi 1 tingkat sinteringnya masih rendah karena butiran massa masih mudah terlepas dari bodi saat disentuh dengan tangan. Berbeda dengan komposisi 4 dimana butiran massa sudah tidak mudah terlepas dari bodi.



Gambar 2. Kupel dengan variasi 4 komposisi dan 3 suhu pembakaran, a. Suhu pembakaran 1150°C ; b. Suhu pembakaran 1200°C ; c. Suhu pembakaran 1220°C

Perbedaan suhu pembakaran pun berpengaruh terhadap tingkat sintering kupel yaitu mulai temperatur 1200°C semua komposisi mencapai tingkat sintering memadai untuk proses kupelasi sesuai dengan hasil pengujian pada Tabel 2.

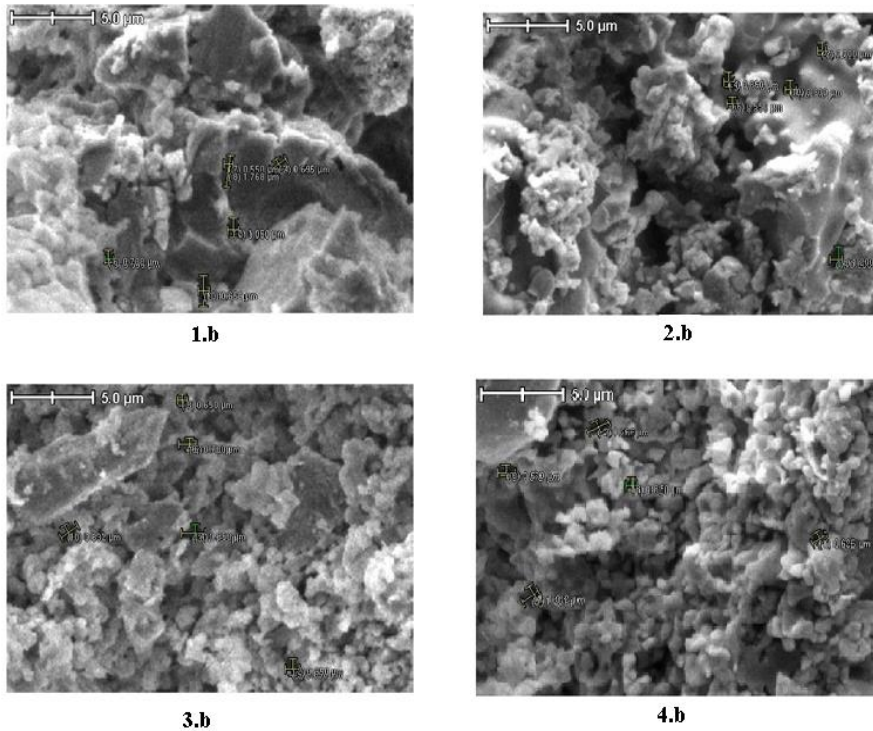
Tabel 2. Analisa Fisik dan Kejut Suhu dari Kupel

Kode	Suhu bakar (°C)	Porositas (%)	Kejut suhu, (5 putaran)
1	1150	38.58	Retak putaran 3
	1200	36.26	baik
	1220	35.14	baik
2	1150	35.71	Retak putaran 3
	1200	32.16	baik
	1220	31.50	baik
3	1150	33.63	Retak putaran 3
	1200	31.25	baik
	1220	29.91	baik
4	1150	33.04	Retak putaran 1
	1200	31.53	Retak putaran 3
	1220	28.32	Retak putaran 3

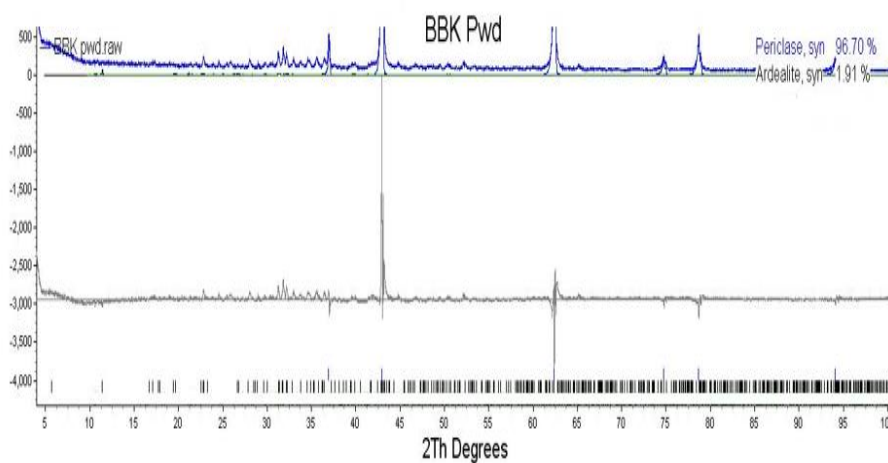
Berdasarkan pengujian kejut suhu, kupel yang dibakar suhu 1150°C umumnya mengalami retak pada putaran ketiga disebabkan oleh tingkat sintering belum optimal dan porositas yang masih tinggi yaitu diatas 35%. Pada pembakaran 1200°C dan 1220°C, kupel tidak mengalami

retak sampai 5 kali putaran uji kejut suhu kecuali pada komposisi 4. Jumlah abu tulang dalam komposisi 4 yang mencapai 60 % menurunkan ketahanan kejut suhu kupel karena pada suhu 1200°C mengalami penyusutan tinggi seperti penelitian Smolina, dkk. yang menemukan bahwa pada suhu tersebut abu tulang mengalami penyusutan hingga 23 %[12][13]. Penyusutan tinggi pun berdampak pada porositas kupel yang lebih kecil dibandingkan dengan persentase abu tulang yang lebih sedikit. Penurunan porositas kupel akan menurunkan kemampuannya menyerap PbO sehingga tidak disarankan untuk diaplikasikan dalam proses kupelasi.

Dari hasil analisis SEM (Gambar 3) diperoleh perkiraan rentang ukuran pori dari kupel yang terbentuk hampir serupa yaitu 0,5 – 1,5 µm. Secara kualitatif, ukuran pori terbesar pada komposisi 1 dan ukuran pori terkecil pada komposisi 4. Ukuran pori dikendalikan agar PbO mampu terserap ke dalam kupel secara optimal, namun emas tidak ikut terserap dalam kupel.



Gambar 3. Hasil analisis SEM untuk kupel komposisi 1 hingga 4 yang dibakar pada suhu 1200°C



G

Gambar 4. Hasil analisis XRD untuk kupel komposisi 2 yang dibakar pada suhu 1200°C

Dari hasil uji XRD pada kupel komposisi dua (Gambar 4) diperoleh 2 mineral utama yaitu *periclase* dan *ardialite*. Periclase diperoleh dari DBM

yang diproduksi dari magnesit yang dikalsinasi pada suhu 1650 - 1800°C[11]. Proses kalsinasi tersebut menstabilkan magnesite sehingga

tidak mengalami perubahan struktur dan penyusutan dimensi pada saat pembakaran 1200 °C sehingga produk kupel tidak mengalami deformasi tinggi. Selain *periclase*, terdapat mineral *ardialite* yang terbentuk dari pembakaran abu tulang yang berperan dalam penyusutan kupel.

Hasil uji coba kupel yang dilakukan di PT Antam ditampilkan pada Gambar 5 dan Tabel 3. Dari hasil percobaan dapat dilihat bahwa semua kupel mampu menyerap PbO dengan

batasan Au yang tersisa berada dalam rentang penerimaan Laboratorium PT Antam. Berat *lead button* yang dimasukkan sebesar 45 gr dan hasil Au yang terserap sekitar 1 ppm.



Gambar 5. Kondisi kupel setelah analisis *fire assay*

Tabel 3. Hasil Uji Pemisahan Emas dari Timbal

No	Sampel	Au (ppm)	Kondisi Kupel Setelah Kupelasi
1	Komposisi 1, 1150 °C, (1a)	0.99	OK, penyerapan tidak rata (belang)
2	Komposisi 2, 1150 °C, (2a)	0.97	Retak, terpotong jadi 2 bagian (vertikal)
3	Komposisi 1, 1200 °C, (1b)	1.00	Retak
4	Komposisi 2, 1200 °C, (2b)	1.00	Retak
5	Komposisi 1, 1220 °C, (1c)	0.97	Retak
6	Komposisi 2, 1220 °C, (2c)	0.98	OK, penyerapan rata
7	Komposisi 3, 1220 °C, (3c)	0.98	OK, penyerapan rata
8	Komposisi 4, 1220 °C, (4c)	0.99	Retak
	Rata – rata pemisahan emas	1	
	Catatan : Batas Kendali Atas	1.12	
	Batas Kendali Bawah	0.88	

Pada suhu 886°C, Pb dalam *lead button* teroksidasi membentuk lelehan PbO. Tegangan antarmuka dari PbO, lelehan timbal dan *bead* yang dihasilkan merupakan faktor penentu lelehan timbal dan *bead* tidak menembus ke dalam kupel namun PbO dapat menembus kupel. PbO memiliki tegangan antar muka yang

rendah sehingga dapat bersifat adhesif dan membasahi kupel serta terabsorpsi secara kapiler ke dalam kupel. Di lain sisi, lelehan timbal dan *bead* memiliki tegangan antar muka yang tinggi sehingga tidak dapat membasahi kupel dan berada tetap di atas kupel [10].

Retak pada kupel no. 2 disebabkan karena kupel yang belum sinter karena suhu pembakaran pembuatan kupel belum optimum. Retak pada kupel nomor 3,4,5 dan 8 berasal dari retak ketika pembentukan kupel dengan cara *press*, bukan karena pembakaran ketika proses kupelasi. Kupel yang baik digunakan untuk *lead fire assay* adalah kupel dengan komposisi 2 dan 3 dengan suhu pembakaran diatas 1200°C.

IV. KESIMPULAN

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa pembuatan kupel berbasis magnesia dan abu tulang telah berhasil dilakukan. Komposisi campuran abu tulang dan DBM sebesar 15 : 80 dan 35 : 60 merupakan komposisi terbaik untuk menghasilkan kupel dengan porositas diatas 30%, tahan kejut suhu sebanyak 5 siklus dan mampu menyerap timbal monoksida dengan batasan Au yang tersisa berada dalam rentang penerimaan Laboratorium PT Antam.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] C. I. Cerceau, C. de F. Carvalho, A. C. S. Rabelo, C. G. dos Santos, S. M. D. Gonçalves, and E. V. V. Varejão, "Recovering lead from cupel waste generated in gold analysis by Pb-Fire assay," *J. Environ. Manage.*, vol. 183, pp. 771–776, 2016.
- [2] M. Martinon-torres *et al.*, "Some problems and potentials of the study of cupellation remains : the case of post-medieval Montbéliard , France," *ArchéoSciences*, vol. 32, pp. 1–12, 2008.
- [3] W. J. Mastandrea, "Cupellation at Kea: Investigating Potential Applications of the Minoan Conical Cup," Cornell University, 2016.
- [4] R. Irzon and Kurnia, "Kupelasi Fire Assaying Untuk Menentukan Kadar Logam Mulia dalam Contoh Kuarsa," in *Prosiding PPIS*, 2015, pp. 173–182.
- [5] A. Supriadidjaja, "Penentuan Kadar Emas (Au) Dan Perak (Ag) Metoda Fire Assay : Perbandingan Hasil Analisis Peleburan Tungku Gas Terhadap Tungku Solar," *J. Ris. Geol. Pertamb.*, vol. 1, no. 1, pp. 51–59, 2007.
- [6] R. Irzon, "OPTIMASI TEKNIK FIRE ASSAY DAN KONDISI KUPELASI UNTUK

- MEMPEROLEH FIRE ASSAY TECHNIQUE OPTIMATION AND CUPELLATION CONDITION TO OBTAINED,” *J.G.S.M.*, vol. 15, no. 1, pp. 55–62, 2014.
- [7] and G. W. D. Haffty J., Riley L.B., *A Manual on Fire Assaying and Determination of the Noble Metals in Geological Materials*, vol. 1, no. 1445. U.S. Government Printing Office Washington, 1977.
- [8] S. Shrivastava and S. Porwal, “LEAD TIME REDUCTION IN CUPELLATION PROCESS IN FIRE ASSAYING,” in *International Conference & Exhibition on Total Engineering, Analysis, & Manufacturing Technologies*, 2009.
- [9] A. Jotanović, M. Memić, Š. Suljagić, and J. Huremović, “Comparison of x-ray fluorescent analysis and cupellation method for determination of gold in gold jewellery alloy,” *Bull. Chem. Technol. Bosnia Herzegovina*, vol. 38, pp. 13–18, 2012.
- [10] K. S. Mcintosh, “the Systems Engineering of Automated Fire Assay Laboratories for the,” University of Stellenbosch, 2004.
- [11] C. Sadik, O. Moudden, A. El Bouari, and I. E. El Amrani, “Review on the elaboration and characterization of ceramics refractories based on magnesite and dolomite,” *J. Asian Ceram. Soc.*, vol. 4, no. 3, pp. 219–233, 2016.
- [12] I. Smolina, P. Szymczyk, and E. Chlebus, “Influence of Sintering Temperature and Compression Speed on Properties of Hydroxyapatite Disks,” *Aktual. Probl. Biomech.*, no. 11, pp. 121–126, 2016.
- [13] M. M. . Sharmin, T. ; Zaman, and M. S. Rahman, “Synthesis and Characterization of Bone & Teeth Ash and Analysis of Their Influence on the Properties of Bone China,” *Int. J. Mater. Sci. Appl.*, vol. 6, no. 4, p. 171, 2017.