RECOVERY TIMBAL (Pb) DARI ANODE SLIME HASIL ELECTROLYTIC REFINING MENGGUNAKAN METODE SULFATISASI

Sonia Rahayu[1], Dilia Puspa[2]

[1,2]*Politeknik Negeri Sriwijaya*
E-mail : soniarahayu2204@gmail.com

ABSTRACT

Anode slime is a residue generated from the *electrolytic refining* process that still contains lead (Pb) and has the potential to be recovered. This study aimed to identify the initial characteristics of anode slime, evaluate the effect of the sulfation method on Pb recovery, and determine the percentage of Pb recovery obtained. The sulfation process was carried out using H_2SO_4 at concentrations of 1 M, 2 M, 3 M, and 4 M with temperatures of 80°C, 100°C, and 120°C. The products obtained were analyzed using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) to determine the Pb content in the filtrate and precipitate. The results showed that the initial Pb content in the anode slime was 2.48%. The sulfation process successfully converted Pb into $PbSO_4$ with a sulfation percentage exceeding 99% under all treatment conditions. The optimum condition was achieved at an H_2SO_4 concentration of 4 M and a temperature of 100°C, resulting in a filtrate Pb content of 0.035%, a Pb content in the $PbSO_4$ precipitate of 3.6944%, and a Pb recovery percentage of 99.29%. These results indicate that the sulfation method using H_2SO_4 is effective for recovering lead from anode slime produced during the *electrolytic refining* process.

Keywords : *Anode Slime; Lead (Pb); Sulfation; Recovery; H_2SO_4; AAS.*

PENDAHULUAN

Anode slime merupakan residu yang dihasilkan dari proses *electrolytic refining* dan mengandung berbagai unsur logam, seperti Cu, Pb, Au, Ag, Se, Te, As, Ni, Pt, dan unsur lainnya. Pada pengolahan *anode slime*, logam dasar seperti Cu dan Pb umumnya dipisahkan pada tahap awal sebelum dilakukan ekstraksi logam mulia seperti Au dan Ag (Rodliyah et al., 2017). Pada industri pemurnian timah, *anode slime* juga mengandung Sn sebagai komponen utama serta Pb, Cu, Fe, As, dan logam minor lainnya (Prasetyo et al., 2023). Kandungan Pb dalam *anode slime* hasil *electrolytic refining* timah dilaporkan mencapai 17,51% sehingga memiliki potensi untuk dipulihkan dan dimanfaatkan sebagai produk bernilai tambah (Rahmawati et al., 2022).

Kompleksitas komposisi kimia *anode slime* menyebabkan proses pemisahan dan *recovery* logam tidak mudah dilakukan. Keberadaan logam pengotor seperti Pb, Cu, dan Fe dapat memengaruhi proses ekstraksi logam lainnya sehingga diperlukan metode pemisahan yang selektif dan efisien (Kurniawan et al., 2021). Pemanfaatan *anode slime* secara optimal juga penting untuk meningkatkan efisiensi pemanfaatan sumber daya sekaligus mengurangi residu hasil proses metalurgi. Pendekatan hidrometalurgi menjadi salah satu alternatif yang dapat digunakan karena memiliki keunggulan dalam selektivitas proses dan efisiensi energi untuk pengolahan material yang mengandung logam bernilai (Habashi, 2016).

Penelitian mengenai *recovery* Pb dari *anode slime* telah dilakukan melalui berbagai metode hidrometalurgi. Rodliyah et al. (2011) melakukan pelindian Pb dari *anode slime* menggunakan larutan amonium asetat dan menunjukkan bahwa Pb dapat dipisahkan secara selektif dari komponen lainnya. Mishra et al. (2021) juga melakukan *recovery* Pb dari *anode slime* melalui metode hidrometalurgi menggunakan proses pelindian dan presipitasi. Sementara itu, Liu et al. (2020) melalui kajian hidrometalurgi terhadap *anode slime* menunjukkan bahwa material tersebut mengandung berbagai logam berharga dan logam pengotor, termasuk Pb, Cu, dan Fe, sehingga pemisahan Pb menjadi salah satu tahap penting dalam pengolahan *anode slime*.

Selain pelindian, sulfatisasi menggunakan H_2SO_4 merupakan salah satu pendekatan yang dapat digunakan dalam pemisahan Pb. Wang et al. (2013) menunjukkan bahwa penggunaan asam sulfat pada *anode slime* dapat mengubah Pb menjadi $PbSO_4$ yang lebih stabil dan mudah dipisahkan dari komponen lainnya. Proses sulfatisasi dapat dilanjutkan dengan pemanasan $PbSO_4$ untuk menghasilkan PbO sebagai produk antara sebelum dilakukan proses reduksi menjadi logam Pb. Abdel-Aal et al. (2004) menjelaskan bahwa konversi $PbSO_4$ menjadi PbO dan tahap reduksi selanjutnya dapat berlangsung melalui pemanasan pada temperatur tinggi.

Penelitian mengenai *recovery* Pb dari *anode slime* telah banyak dilakukan, sebagian penelitian masih berfokus pada tahap pelindian atau pemisahan awal Pb. Kajian yang secara khusus mengintegrasikan sulfatisasi dengan tahapan konversi $PbSO_4$ menjadi produk antara PbO pada *anode slime* hasil *electrolytic refining* masih terbatas. Selain itu, beberapa penelitian menggunakan sistem pereaksi yang relatif kompleks dengan penambahan bahan seperti NaCl, $NaClO_3$, atau agen pengoksidasi lainnya (Chen et al., 2020; Wang et al., 2013). Kondisi tersebut menunjukkan adanya celah penelitian untuk mengkaji penggunaan H_2SO_4 sebagai pereaksi sulfatisasi dengan kondisi proses yang lebih sederhana serta mengevaluasi pengaruh konsentrasi dan temperatur terhadap *recovery* Pb.

Penelitian ini mengkaji *recovery* Pb dari *anode slime* hasil *electrolytic refining* menggunakan metode sulfatisasi dengan H_2SO_4. Kebaruan penelitian terletak pada penggunaan variasi konsentrasi H_2SO_4 sebesar 1, 2, 3, dan 4 M serta temperatur sulfatisasi 80, 100, dan 120 °C

untuk mengevaluasi efektivitas pembentukan $PbSO_4$, yang selanjutnya dikonversi melalui proses oksidasi menjadi PbO sebagai produk antara. Pendekatan ini menggabungkan prinsip hidrometalurgi pada tahap sulfatisasi dan pirometalurgi pada tahap konversi $PbSO_4$ menjadi PbO.

METODE

Penelitian dilakukan selama April–Mei 2026 di Laboratorium PT Timah Tbk, Desa Sungai Baru, Kecamatan Muntok, Kabupaten Bangka Barat, Kepulauan Bangka Belitung. Bahan yang digunakan berupa *anode slime* hasil proses *electrolytic refining*, asam sulfat (H_2SO_4), dan akuades. Peralatan yang digunakan meliputi *beaker glass*, *magnetic stirrer*, *hot plate*, termometer, timbangan analitik, gelas ukur, alat penggerus, ayakan 200 mesh, corong kaca, kertas saring, *crucible* porselen, oven pengering, *stopwatch*, dan *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS).

Penelitian menggunakan rancangan percobaan dengan **konsentrasi H_2SO_4 dan temperatur sulfatisasi sebagai variabel bebas**. Konsentrasi H_2SO_4 divariasikan pada 1, 2, 3, dan 4 M, sedangkan temperatur sulfatisasi divariasikan pada 80, 100, dan 120 °C. Variabel tetap meliputi massa *anode slime* 100 g, volume larutan H_2SO_4 500 mL, ukuran partikel 200 mesh, kecepatan pengadukan 300 rpm, waktu reaksi sulfatisasi 90 menit, dan waktu oksidasi 60 menit. Dengan demikian, terdapat 12 kombinasi perlakuan antara konsentrasi H_2SO_4 dan temperatur sulfatisasi.

Anode slime terlebih dahulu dikeringkan pada temperatur 270 °C selama 2 jam untuk mengurangi kadar air. Sampel yang telah kering kemudian dihaluskan menggunakan alat penggerus hingga diperoleh ukuran partikel yang lebih kecil dan selanjutnya diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Sampel yang telah memenuhi ukuran partikel kemudian ditimbang sebanyak 100 g untuk setiap perlakuan. Sebelum proses sulfatisasi, dilakukan analisis awal menggunakan AAS untuk mengetahui kandungan Pb dalam *anode slime*.

Larutan H_2SO_4 dengan konsentrasi 1, 2, 3, dan 4 M masing-masing disiapkan sebanyak 500 mL. Larutan ditempatkan dalam *beaker glass* dan dipanaskan menggunakan *hot plate* yang dilengkapi *magnetic stirrer*. Sebanyak 100 g *anode slime* dimasukkan secara perlahan ke dalam larutan H_2SO_4 yang telah mencapai temperatur perlakuan. Proses sulfatisasi dilakukan pada temperatur 80, 100, dan 120 °C selama 90 menit dengan kecepatan pengadukan 300 rpm. Pada tahap ini Pb dalam sampel direaksikan dengan H_2SO_4 sehingga terbentuk $PbSO_4$. Setelah reaksi selesai, campuran didiamkan dan kemudian disaring menggunakan corong dan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan fraksi padat.

Secara sederhana, pembentukan $PbSO_4$ dalam proses sulfatisasi dinyatakan melalui reaksi:

$$PbO + H_2SO_4 \rightarrow PbSO_4 + H_2O$$

Filtrat hasil sulfatisasi dianalisis menggunakan AAS untuk menentukan konsentrasi Pb yang masih berada dalam larutan, sedangkan padatan hasil penyaringan digunakan untuk tahapan pencucian dan pengolahan selanjutnya.

Endapan hasil sulfatisasi dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan sisa larutan dan pengotor yang masih menempel pada padatan. Endapan kemudian dikeringkan dan diperkecil ukurannya sebelum dilakukan proses oksidasi. Proses oksidasi dilakukan menggunakan *furnace* pada temperatur 800 °C selama 60 menit untuk mengubah $PbSO_4$ menjadi PbO sebagai produk antara dalam proses *recovery* Pb. Endapan hasil oksidasi selanjutnya digunakan untuk menentukan jumlah Pb yang berhasil diperoleh. Dokumentasi penelitian menunjukkan bahwa proses oksidasi dilakukan terhadap endapan $PbSO_4$ yang telah dikeringkan dan diperkecil ukurannya.

Analisis kandungan Pb dilakukan menggunakan ***Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)**. Pengukuran dilakukan terhadap sampel *anode slime* awal, filtrat hasil sulfatisasi, dan endapan $PbSO_4$ untuk mengetahui distribusi Pb selama proses. Kandungan Pb awal digunakan sebagai dasar dalam mengevaluasi keberhasilan proses, sedangkan kandungan Pb pada filtrat dan endapan digunakan untuk mengetahui efektivitas sulfatisasi pada setiap kombinasi perlakuan.

Data hasil AAS digunakan untuk menentukan kandungan Pb pada masing-masing fraksi dan menghitung persentase *recovery* Pb. Persentase *recovery* dihitung berdasarkan perbandingan massa Pb yang berhasil diperoleh dalam produk hasil proses terhadap massa Pb awal dalam *anode slime*, dengan persamaan:

$$\%\ \boldsymbol{Recovery\ Pb} = \frac{\boldsymbol{mPb\ hasil\ recovery}}{\boldsymbol{mPb\ awal}} \boldsymbol{x\ 100\%}$$

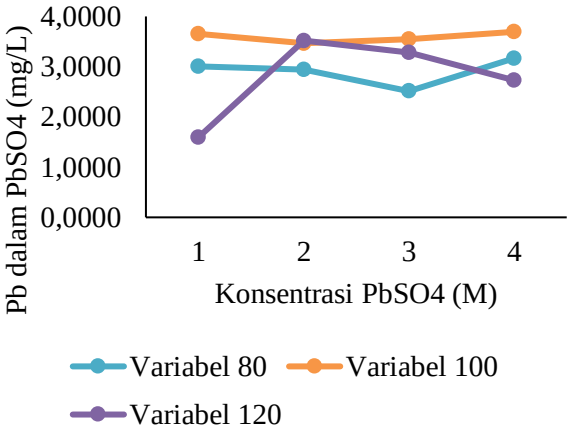
Massa Pb hasil *recovery* dihitung berdasarkan kadar Pb hasil analisis dan massa produk yang diperoleh. Selanjutnya, data *recovery* Pb dibandingkan pada setiap variasi konsentrasi H_2SO_4 dan temperatur untuk menentukan kondisi perlakuan yang menghasilkan *recovery* tertinggi. Dalam penelitian ini, kondisi terbaik diperoleh berdasarkan nilai persentase *recovery* Pb terbesar.

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) menunjukkan bahwa *anode slime* yang digunakan dalam penelitian mengandung Pb sebesar **2,48%**. Dengan massa sampel sebesar 100 g, kandungan Pb awal yang terdapat dalam sampel diperkirakan sebesar 2,48 g. Keberadaan Pb tersebut menunjukkan bahwa *anode slime* masih berpotensi dimanfaatkan sebagai sumber Pb sekunder melalui proses pemisahan dan *recovery*. Hasil analisis Kadar awal Pb pada *anode slime* disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Analisa Anode Slime Awal

Sampel	% Sn	% H_2O	% Pb
Slime 1	39,65	30,34	2,4884



Gambar 1. Kadar Pb pada Endapan $PbSO_4$

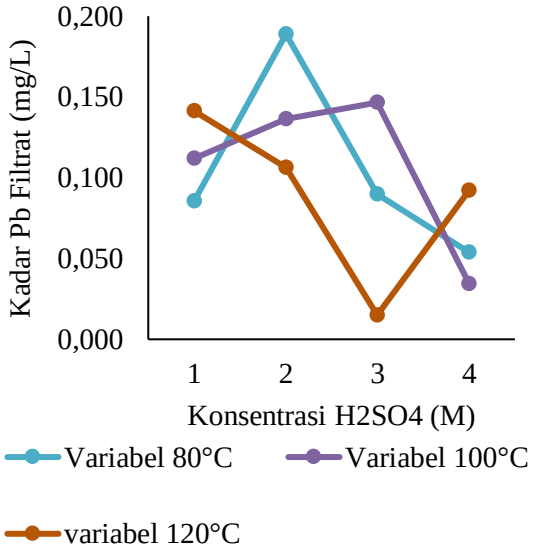
Kandungan Pb awal menjadi dasar dalam mengevaluasi keberhasilan proses sulfatisasi dan menentukan persentase *recovery* Pb pada setiap kondisi operasi.

Hasil analisis AAS menunjukkan bahwa kandungan Pb pada endapan $PbSO_4$ berada pada rentang **1,5950–3,6944%**. Pada temperatur 80 °C, kadar Pb dalam endapan berturut-turut sebesar 3,0014; 2,9416; 2,5124; dan 3,1663% untuk konsentrasi H_2SO_4 1–4 M. Pada temperatur 100 °C, kadar Pb meningkat menjadi 3,6484; 3,4668; 3,5508; dan **3,6944%**, dengan nilai tertinggi pada H_2SO_4 4 M. Sementara itu, pada temperatur 120 °C kadar Pb masing-masing sebesar 1,5950; 3,5188; 3,2808; dan 2,7305%.

Peningkatan kadar Pb dalam endapan pada kondisi tertentu menunjukkan bahwa ketersediaan ion sulfat berperan dalam pembentukan $PbSO_4$. Pada konsentrasi H_2SO_4 yang lebih tinggi, jumlah ion sulfat yang tersedia untuk bereaksi dengan Pb menjadi lebih besar sehingga pembentukan $PbSO_4$ dapat berlangsung lebih efektif. Kondisi tersebut juga terlihat pada temperatur 100 °C, ketika konsentrasi H_2SO_4 4 M menghasilkan kadar Pb dalam endapan tertinggi, yaitu 3,6944%. Laporan penelitian menyatakan bahwa kondisi tersebut menunjukkan jumlah ion sulfat telah mencukupi untuk mengikat Pb secara efektif menjadi $PbSO_4$.

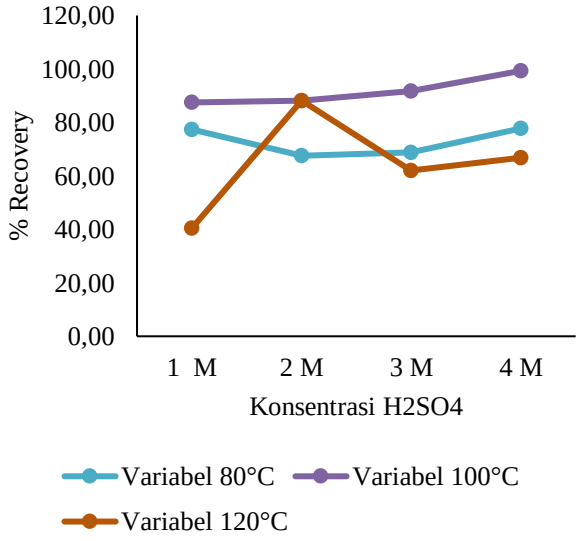
Peningkatan konsentrasi H_2SO_4 tidak selalu menghasilkan kenaikan kadar Pb secara linear. Fenomena tersebut dapat dikaitkan dengan karakteristik *anode slime* yang tidak homogen serta keberadaan unsur pengotor yang dapat mengonsumsi sebagian reagen. Selain itu, terbentuknya lapisan produk pada permukaan partikel dapat menghambat kontak antara reagen dengan bagian dalam partikel. Kondisi tersebut menyebabkan peningkatan konsentrasi reagen tidak selalu menghasilkan peningkatan perpindahan massa Pb secara proporsional. Dalam laporan, fenomena ini dikaitkan dengan mekanisme reaksi padat-cair berdasarkan *shrinking core model*, yaitu reaksi dapat dipengaruhi oleh difusi reagen melalui lapisan produk yang terbentuk (Rao, 2006).

Efektivitas proses sulfatisasi juga dapat dievaluasi berdasarkan kandungan Pb yang masih terdapat dalam filtrat. Setelah sulfatisasi dan filtrasi, Pb yang tidak berhasil dipisahkan sebagai bagian dari endapan akan tetap berada pada fraksi cair. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan Pb dalam filtrat berada pada rentang **0,0150–0,1890%**, sedangkan persentase sulfatisasi pada seluruh kondisi perlakuan dilaporkan lebih dari 99%.



Rendahnya kandungan Pb pada filtrat menunjukkan bahwa sebagian besar Pb dari *anode slime* berhasil berpindah ke fraksi padat sebagai $PbSO_4$. Secara kimia, pembentukan $PbSO_4$ yang relatif sukar larut memungkinkan Pb dipisahkan melalui filtrasi setelah proses sulfatisasi. Dengan demikian, keberhasilan sulfatisasi tidak hanya ditunjukkan oleh tingginya kadar Pb pada endapan, tetapi juga oleh rendahnya Pb yang tersisa dalam filtrat. Hasil tersebut menunjukkan bahwa H_2SO_4 efektif digunakan sebagai pereaksi sulfatisasi pada penelitian ini. Meskipun demikian, perbedaan kandungan Pb antarperlakuan menunjukkan bahwa konsentrasi asam dan temperatur tetap berperan dalam menentukan distribusi Pb antara filtrat dan endapan.

Nilai *recovery* Pb pada temperatur 80 °C berada pada rentang **67,54–77,75%**, sedangkan pada 100 °C meningkat menjadi **87,47–99,29%**. *Recovery* tertinggi diperoleh pada H_2SO_4 4 M dan 100 °C sebesar **99,29%**. Peningkatan *recovery* hingga 100 °C menunjukkan bahwa konsentrasi H_2SO_4 yang lebih tinggi menyediakan ion sulfat yang lebih banyak untuk membentuk $PbSO_4$, sementara kenaikan temperatur meningkatkan laju reaksi dan perpindahan massa. Namun, peningkatan temperatur hingga 120 °C tidak selalu meningkatkan *recovery*, yang menunjukkan adanya **temperatur optimum** dalam proses sulfatisasi. Pada penelitian ini, kombinasi **H_2SO_4 4 M dan 100 °C** merupakan kondisi paling efektif untuk memperoleh *recovery* Pb tertinggi.



Gambar 3. % Recovery Pb

Kondisi optimum diperoleh pada **konsentrasi H_2SO_4 4 M dan temperatur sulfatisasi 100 °C**. Pada kondisi tersebut diperoleh kandungan Pb dalam filtrat sebesar **0,035%**, kandungan Pb pada endapan $PbSO_4$ sebesar **3,6944%**, massa Pb dalam produk PbO sebesar **2,4708 g**, dan *recovery* Pb sebesar **99,29%** dari kandungan Pb awal sebesar 2,48 g.

Temuan utama penelitian menunjukkan bahwa keberhasilan *recovery* Pb tidak hanya ditentukan oleh tingginya konsentrasi H_2SO_4 atau temperatur secara individual, tetapi oleh **kombinasi kondisi operasi yang menghasilkan keseimbangan antara ketersediaan ion sulfat, laju reaksi, perpindahan massa, dan karakteristik matriks** *anode slime*. Konsentrasi H_2SO_4 4 M pada 100 °C memberikan kondisi yang paling efektif untuk pembentukan $PbSO_4$ dan menghasilkan *recovery* tertinggi. Sebaliknya, peningkatan temperatur hingga 120 °C tidak

memberikan peningkatan *recovery*, sehingga menunjukkan bahwa kondisi operasi optimum tidak selalu berada pada temperatur tertinggi.

Hasil ini memperkuat bahwa metode sulfatisasi menggunakan H_2SO_4 dapat digunakan untuk mengonsentrasikan dan memulihkan Pb dari *anode slime*. Nilai *recovery* sebesar 99,29% merupakan temuan utama penelitian dan menunjukkan efektivitas kombinasi perlakuan yang digunakan. Namun, karena proses penelitian berhenti pada tahap PbO, penelitian lanjutan masih diperlukan untuk menguji reduksi PbO menjadi **logam Pb** serta melakukan karakterisasi fase dan komposisi produk menggunakan metode seperti XRF, XRD, atau SEM-EDS

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, metode sulfatisasi menggunakan H_2SO_4 efektif diterapkan untuk *recovery* Pb dari *anode slime* hasil *electrolytic refining*. Variasi konsentrasi H_2SO_4 dan temperatur memengaruhi efektivitas proses, dengan kondisi optimum diperoleh pada **H_2SO_4 4 M dan temperatur 100 °C**, yang menghasilkan *recovery* Pb sebesar **99,29%**. Dengan demikian, tujuan penelitian untuk mengidentifikasi karakteristik Pb dalam *anode slime*, mengevaluasi pengaruh kondisi sulfatisasi, dan menentukan kondisi *recovery* optimum telah tercapai. Sebagai pengembangan penelitian, proses dapat dilanjutkan pada tahap **reduksi PbO menjadi logam Pb** serta karakterisasi menggunakan XRF, XRD, atau SEM-EDS untuk mengidentifikasi komposisi dan perubahan fase produk secara lebih lengkap.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada PT Timah Tbk atas penyediaan fasilitas penelitian, serta kepada Bapak Yordani dan Priyandi Pranata Kusumah selaku pembimbing lapangan atas diskusi dan tinjauan kritis terhadap draf awal artiker ini.

DAFTAR PUSTAKA

Abdel-Aal, E. A., Rashad, M. M., & El-Shall, H. (2004). *Kinetics and Mechanism of Sulfation of Lead Oxide*. Hydrometallurgy, 74(3–4), 189–194.

Binnemans, K., & Jones, P. T. (2023). Methanesulfonic acid (MSA) in hydrometallurgy. *Journal of Sustainable Metallurgy*, *9*(1), 26-45.

Gregurek, D., Peng, Z., & Wenzl, C. (2015). *Lead and Zinc Metallurgy*. JOM, 67(9), 1986–1987.

Habashi, F. (1999). *Handbook of Extractive Metallurgy* (Vol. 2). Wiley-VCH.

Habashi, F. (2016). *Extractive Metallurgy 1: Basic Thermodynamics and Kinetics*. Métallurgie Extractive Québec.

Mubarok, M. Z., & Lieberto, E. (2013). Recovery of valuable metals from anode slime of copper refining process. *Indonesian Mining Journal*, *16*(1), 1–1

Mubarok, Z., & Yahya, Y. (2014). Studi Perilaku Pelindian Timbal Dari Bijih Galena Nanggung Kabupaten Bogor Dalam Larutan Asam Asetat Dan Oksidator Hidrogen Peroksida. *Jurnal Metalurgi*, *29*(1), 51–62.

Novotny, V., & Olem, H. (1994). *Water Quality: Prevention, Identification, and Management of Diffuse Pollution*. New York: Van Nostrand Reinhold.

Palar, H. (2008). Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat. Jakarta: Rineka Cipta.

Rao, S. R. (2006). *Resource recovery and recycling from metallurgical wastes*. Elsevier.

Reilly, C. (1980). *Metal Contamination of Food*. London: Applied Science Publishers.

Rodliyah, I. (2012). *Pelindian Timbal dan Emas dari Lumpur Anoda Hasil Pemurnian Tembaga Secara Elektrolisis*. Tesis, Program Pascasarjana Institut Teknologi Bandung, Bandung.

Rodliyah, I., Ardha, N., Saleh, N., & Mubarok, M. Z. (2013). *Effect of oxidizing agents in extracting gold from anode slime*. *Indonesian Mining Journal, 16*(3), 154–161.

Rukini, A., Rhamdhani, M. A., Brooks, G. A., & Van den Bulck, A. (2023). Lead recovery from PbO using hydrogen as a reducing agent. *Metallurgical and Materials Transactions B, 54*(3), 996-1016.

Saha, R., Purwanto, H., Brooks, G., Akbar Rhamdhani, M., & Monaghan, B. (2023). *Hydrogen Reduction of Lead Oxide (PbO): Kinetics and Mechanism*. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 54(3), 998–1015.

Wang, J., Li, M., Peng, B., Chai, L., & Yan, H. (2013). *Sulfation Behavior of Lead-Bearing Materials During Sulfuric Acid Treatment*. Hydrometallurgy, 137, 1–7.

Zhang, Y., Liu, X., Wang, J., & Zhao, H. (2023). *Recovery of lead from metallurgical residues through sulfate conversion and thermal treatment*. *Journal of Cleaner Production, 412*, 137409. https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.137409.