

# Pemurnian Silika pada Abu Layang dari Pembangkit Listrik di Paiton (PT YTL) dengan Pelarutan Asam Klorida dan Aqua regia

Denida Mega Anggia, Suprpto

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

*e-mail:* suprpto@chem.its.ac.id

**Abstrak**—Penelitian mengenai pemurnian silika melalui pelarutan menggunakan asam klorida (HCl) dan aqua regia pada abu layang yang berasal dari PT YTL, Paiton, telah dilakukan. Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah konsentrasi asam dan waktu pelarutan HCl. Pengaruh pelarutan unsur Fe, Ca, dan Al dari sampel juga diteliti. Dari hasil XRD abu layang, terkandung mineral *quartz*, *mullite*, *hematite* dan kalsium oksida. Kondisi paling baik pada saat pelarutan sampel adalah menggunakan pelarutan aqua regia, mampu menghasilkan kadar Si sebesar 68,07%, sedangkan kondisi paling baik pelarutan HCl adalah pada konsentrasi HCl 1 M dengan waktu pelarutan 2.5 jam, mampu menghasilkan kadar Si sebesar 34,05%. Peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar silika yang diperoleh.

**Kata Kunci**— pelarutan; pemurnian; silica; abu layang.

## I. PENDAHULUAN

Peningkatnya permintaan logam secara global (Halada et al., 2008) telah memotivasi para peneliti untuk mengembangkan pemurnian logam dari material sekunder seperti abu layang. Abu layang merupakan limbah yang dihasilkan dalam pembakaran batubara pada pembangkit tenaga listrik, yang pada umumnya mengandung komponen terbesar yaitu silika ( $\text{SiO}_2$ ) 60% dan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 30% (Matjie et al., 2005).

Berdasarkan laporan tahunan abu layang dari PLTU Suralaya menjelaskan bahwa terdapat sekitar 700 ribu ton dan 1 juta ton dari bahan ini sudah menjadi timbunan (Sudjatmiko, 2005). Tidak hanya itu, menurut data Kementerian Lingkungan Hidup pada tahun 2006 menyebutkan bahwa limbah abu layang yang dihasilkan mencapai 52,2 ton/hari (Setiaka, 2011), sedangkan menurut Suara Pembaharuan pada tahun 2006 menyebutkan bahwa di Jawa Tengah diperkirakan ada 68 industri yang sudah menggunakan batubara dengan jumlah kebutuhan batubara mencapai 125 ribu ton/bulan dan menghasilkan limbah abu batubara (*fly ash* dan *bottom ash*) sebanyak 10 ribu ton/bulan. Banyaknya PLTU dan industri di Indonesia yang menggunakan batubara sebagai bahan bakar produksinya, menimbulkan kekhawatiran lahan pembuangan serta masalah pencemaran lingkungan dan kesehatan dikarenakan adanya kandungan senyawa-senyawa oksida yang dapat mencemari lingkungan dan dikategorikan kedalam limbah B3 (Bahan Berbahaya dan Beracun) (Menteri Lingkungan Hidup, 2006). Oleh karena itu, dibutuhkan strategi manajemen yang lebih baik (lebih ke pemanfaatan) dari abu layang.

Kandungan silika yang besar dalam abu layang seperti pada PLTU Afrika Selatan 56,1% (Shemi et al., 2015), PLTU Suralaya 48,3% (Diana, 2010), dan PLTU Paiton 30,25% (Agustin, 2013), akan sangat ekonomis jika diolah dan dimanfaatkan dalam bidang industri (Misran et al., 2007). Peranannya yang tak kalah penting dalam berbagai macam ruang lingkup, seperti bioteknologi (Galliker, 2010; Cheng, 2012), lingkungan (Liu, 2013; Le, 2013), komposit (Nandiyanto, 2011) dan medis (Slowing, 2008; Kwon, 2013; Estevez, 2009; Lu, 2007; Tang, 2013; Xu, 2003) menjadikan tantangan yang menarik untuk dapat memanfaatkan kembali kandungan silika dari bahan mineral dengan nilai ekonomi yang rendah.

Pada dasarnya pemurnian silika dari abu layang dapat dilakukan dengan cara melarutkan kandungan unsur-unsur seperti Fe, Ca, dan Al menggunakan pelarut asam (Kheloufi, 2009). Hal ini akan menguntungkan untuk mendapatkan silika dengan kadar yang murni dikarenakan kandungan unsur-unsur yang dianggap sebagai pengganggu dapat larut dalam pelarut asam sedangkan silika tidak dapat larut (Shcherban, 1995). Pelarut asam yang biasa digunakan untuk pelarutan unsur-unsur logam pada sampel adalah  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$  dan HCl telah dipelajari pada beberapa penelitian, seperti yang dilakukan oleh Adjiantoro et al., pada tahun 2010, yang melakukan pemurnian silikon tingkat metalurgi (MG-Si) menggunakan metode pelarutan asam dengan memvariasikan jenis asam. Dari hasil penelitiannya menunjukkan bahwa proses pelarutan MG-Si dengan asam merupakan salah satu cara yang ekonomis untuk menurunkan kandungan pengotor logam seperti Al, Ca, Fe, Mg dan Ti, dimana keefektifan larutan asam yang paling tinggi adalah HCl (70,22%) dan  $\text{HNO}_3$  (55,11%). Kemudian pada penelitian berikutnya, Adjiantoro et al., ditahun 2012 melakukan variasi waktu menggunakan pelarutan HCl terhadap MG-Si, dimana pelarutan selama 120 jam mendapatkan efisiensi larutan HCl terhadap unsur pengotor dengan gerakan pengadukan mekanik mencapai 99,04%. Kemudian Pratomo et al., ditahun 2013, menggunakan sampel abu sekam padi, mendapatkan kadar silika tertinggi sebesar 97,30% menggunakan pelarutan HCl dengan teknik pengadukan. Penelitian menggunakan pelarutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dilakukan oleh Aphane et al., (2015), yang mengamati pengaruh konsentrasi  $\text{H}_2\text{SO}_4$  terhadap pelarutan abu layang, didapatkan total efisiensi ekstraksi Si sebesar 8%, sedangkan Kusumawati, dalam penelitiannya menggunakan pelarut HCl memperoleh total efisiensi ekstraksi Si pada abu layang sekitar 89%. Pemurnian

sampel silikon tingkat metalurgi (MG-Si) menggunakan pelarutan aqua regia ditemukan paling efektif dalam periode waktu yang lama (Juneja et al., 1986). Chen et al., (1999), melaporkan bahwa penggunaan aqua regia cukup baik untuk menganalisis secara total logam yang ada pada sampel tanah dan digunakan untuk mengetahui adanya unsur-unsur secara maksimal. Unsur-unsur yang masih terdapat pada residu pelarutan oleh aqua regia kebanyakan merupakan ikatan dari mineral silikat.

Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan pemurnian silika pada abu layang dari pembangkit listrik di PT YTL, Paiton, menggunakan pelarutan asam klorida (HCl) dan aqua regia dengan diberikan pengaruh konsentrasi asam HCl dan waktu pelarutan HCl.

## II. URAIAN PENELITIAN

### A. Alat dan Bahan

#### 1) Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker, kaca arloji, spatula, pipet ukur, pipet mikrometer, corong, labu ukur, *hotplate* dengan sistem pengadukan magnetit, *magnetic stirrer*, termometer, kertas saring dan ayakan 250-125 $\mu$ m. Serta digunakan pula beberapa instrumen diantaranya *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) Shimadzu AA6800, *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) Prodigy Leeman Laboratories, *X-Ray Diffraction* (XRD) X'pert Pro PANalytical, *Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy* (XRF) PANalytical tipe Minipal 4, dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu 8400S.

#### 2) Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu layang yang berasal dari PT YTL yang berlokasi di Paiton, Jawa Timur, asam hidroklorida 37% (Merck), asam nitrat 65% (Merck), aqua regia, besi (III) nitrat nona hidrat ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), kalsium diklorida dihidrat ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dan aquademin.

### B. Prosedur Kerja

#### 1) Pengambilan dan Preparasi Sampel

Sampel yang diambil dari PT YTL, Paiton-Jawa Timur berwujud serbuk halus dan kering. Sampel dihomogenkan agar terdistribusi secara merata kemudian dikeringkan pada suhu 110°C selama 1 jam untuk menghilangkan kandungan air pada sampel, kemudian material diayak dengan ayakan berukuran 250-125  $\mu$ m.

#### 2) Karakterisasi Awal Abu Layang

Sampel abu layang dianalisis komposisi kimianya dengan alat fluoresensi sinar-X (XRF). Hasil analisis yang diperoleh berupa persentase berat (%) dari senyawa oksidanya. Fasa dan kandungan mineral abu layang dianalisa dengan difraktogram sinar-X (XRD). Hasil dari analisis ini berupa intensitas dan sudut difraksi ( $2\theta$ ) yang kemudian diidentifikasi jenis mineralnya dengan mencocokkan sudut difraksi sampel dengan pola difraktogram standar pada database *software Match (Phase Identification from Powder Diffraction)*. Karakteristik gugus fungsi abu layang dianalisa dengan FTIR.

#### 3) Pelarutan Sampel Menggunakan Aqua regia

Pada penelitian ini rasio padat-cair yang digunakan adalah 1:50. Sampel ditimbang 1 g dan dilarutkan menggunakan aqua regia sebanyak 50 mL

pada suhu 85 $\pm$ 5°C dengan kecepatan pengadukan 300 rpm. Filtrat yang diperoleh disaring menggunakan kertas saring, kemudian diencerkan dengan aquademin dan dianalisa kadar unsur Ca dan Fe menggunakan AAS, sedangkan unsur Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Endapan berupa silika yang diperoleh dikeringkan hingga uap air hilang pada suhu 110°C selama 1 jam, kemudian 0,1 g silika tersebut dilarutkan dengan  $\pm$ 8 mL HF pada suhu pemanasan  $\pm$ 50°C, setelah itu filtrat disaring dan diencerkan menggunakan aquademin, kemudian dianalisa kadar silika nya menggunakan ICP-OES. Silika yang diperoleh dianalisa kandungan mineraloginya menggunakan XRD.

#### 4) Pelarutan Sampel Terhadap Konsentrasi Asam Klorida

Sampel sebanyak 1 g dilarutkan menggunakan asam klorida dengan variasi konsentrasi asam 1 M, 2 M dan 4 M selama 1 jam, rasio padat-cair 1:50, dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 85 $\pm$ 5°C. Filtrat dari hasil pelarutan disaring dengan kertas saring, kemudian diencerkan dengan aquademin untuk dianalisis kadar Ca dan Fe menggunakan AAS sedangkan kadar Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Endapan berupa silika dikeringkan hingga uap air hilang pada suhu 110°C selama 1 jam, kemudian 0,1 g silika tersebut dilarutkan dengan  $\pm$ 8 mL HF pada suhu pemanasan  $\pm$ 50°C, setelah itu filtrat disaring dan diencerkan menggunakan aquademin, kemudian dianalisa kadar silika nya menggunakan ICP-OES.

#### 5) Pelarutan Sampel Terhadap Waktu Pelarutan Asam Klorida

Pelarutan sampel dilakukan menggunakan konsentrasi optimum 1 M pada variasi waktu pelarutan 1 jam, 2,5 jam dan 5 jam. Kondisi pelarutan dan perlakuan dibuat sama seperti pada pelarutan sampel terhadap konsentrasi asam klorida sebelumnya.

## III. HASIL DAN DISKUSI

### A. Karakterisasi Awal Abu Layang

#### 1) Karakterisasi Awal Menggunakan XRF

Sampel awal berupa serbuk halus di preparasi terlebih dahulu dengan pengayakan dan pengeringan menggunakan oven. Ayakan yang digunakan berukuran 250-125  $\mu$ m. Sampel yang lolos dan tertahan diantara ayakan berukuran 250-125  $\mu$ m yang digunakan untuk proses selanjutnya. Pengayakan ini bertujuan untuk menyeragamkan ukuran partikel sampel yang akan diproses lebih lanjut (Wicaksono, 2012), selain itu, pengayakan juga bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel sampel sehingga akan mempercepat laju reaksi pelarutan antara unsur-unsur pada abu layang dengan asam. Berikut ini merupakan komposisi kimia abu layang PT YTL, Paiton yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

TABEL 4.1 KOMPOSISI KIMA ABU LAYANG PT YTL, PAITON

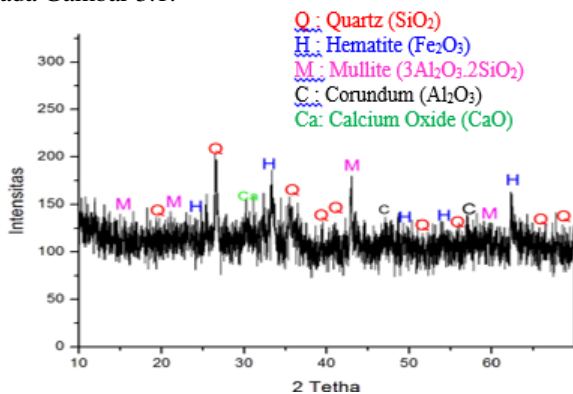
Senyawa	Berat (%)	Senyawa	Berat (%)
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36,10 $\pm$ 0,20%	Eu <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,30 $\pm$ 0,03%
CaO	25,70 $\pm$ 0,10%	MnO	0,27 $\pm$ 0,01%
SiO <sub>2</sub>	22,70 $\pm$ 0,50%	HgO	0,23 $\pm$ 0,01%
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,60 $\pm$ 0,20%	Re <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0,20 $\pm$ 0,01%
MoO <sub>3</sub>	2,20 $\pm$ 1,20%	NiO	0,11 $\pm$ 0,01%
K <sub>2</sub> O	1,39 $\pm$ 0,05%	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,09 $\pm$ 0,01%
TiO <sub>2</sub>	1,30 $\pm$ 0,01%	CuO	0,07 $\pm$ 0,00%

SO <sub>3</sub>	1,10 ± 0,06%	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,04 ± 0,01%
SrO	0,58 ± 0,01%	ZnO	0,04 ± 0,00%
BaO	0,44 ± 0,02%	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01 ± 0,01%

Hasil XRF pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa kandungan besi dan kalsium yang terdapat pada sampel memiliki persentase paling tinggi diantara logam lainnya yakni 36,10% dan 25,70%, kemudian diikuti oleh kandungan silika dan aluminium sebesar 22,70% dan 7,60%. Banyaknya kandungan silika pada sampel abu layang, berpotensi untuk dimanfaatkan dan diolah kembali mengingat banyaknya aplikasi dari penggunaan silika.

2) Karakterisasi Awal Menggunakan XRD

Sampel awal sebelum dilarutkan dengan asam dianalisis terlebih dahulu kandungan fasa mineralnya menggunakan difraktometer sinar-X (XRD). Prinsip dari alat ini yaitu menentukan struktur kristal suatu padatan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Berikut ini merupakan hasil analisis XRD dari sampel abu layang yang ditunjukkan pada Gambar 3.1.

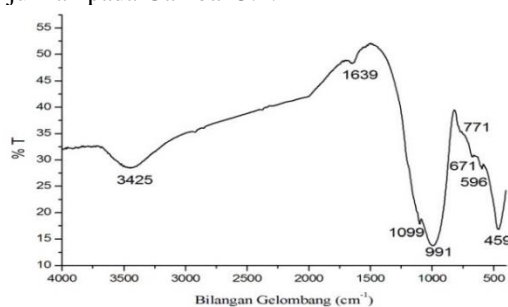


Gambar 3.1 Difraktogram Abu Layang PT YTL, Paiton

Pola difraktogram sampel dari Gambar 3.1, dapat terlihat bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa amorf, yang terlihat dari ketidakteraturan dan intensitas puncak yang tidak terlalu tajam dan fasa kristalin yang berasal dari *quartz* (SiO<sub>2</sub>), *hematite* (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), kalsium oksida (CaO), *corundum* (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan *mullite* (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>).

3) Karakterisasi Awal Menggunakan FTIR

Sampel awal sebelum dilarutkan menggunakan asam dianalisis dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsional pada sampel abu layang. Prinsip analisis spektroskopi FTIR didasarkan pada karakteristik gugus-gugus fungsi yang terdapat pada sampel. Hasil uji dari spektroskopi FTIR pada sampel awal abu layang ditunjukkan pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2 Spektrum FTIR Abu Layang PT YTL, Paiton

Secara kualitatif, spektra IR abu layang membuktikan adanya silikat yang ditandai dengan adanya puncak

dengan intensitas paling tinggi pada bilangan gelombang antara 1200-950 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan daerah vibrasi ulur asimetri gugus Si-O-Si atau Si-O-Al. Vibrasi ulur asimetri gugus Si-O-Si atau Si-O-Al terletak pada bilangan gelombang 991,44 cm<sup>-1</sup> dan 1.099,46 cm<sup>-1</sup>.

Vibrasi ulur simetris Al-O-Si terdapat pada bilangan gelombang 750-490 cm<sup>-1</sup> (Panias, 2006). Adanya vibrasi ulur simetris Al-O-Si pada sampel abu layang terdapat pada bilangan gelombang 771,55 cm<sup>-1</sup>, 671,25 cm<sup>-1</sup> dan 596,02 cm<sup>-1</sup>. Ikatan antara Al-O-Si ini menandakan adanya alumina silikat yang merupakan fasa mullite (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.2SiO<sub>2</sub>) yang diperoleh dari hasil analisa XRD. Puncak pada bilangan gelombang 459,07 cm<sup>-1</sup> merupakan pita vibrasi tekuk (*bending*) gugus Si-O-Si dan O-Si-O.

Puncak pada bilangan gelombang 3.425,69 cm<sup>-1</sup> merupakan daerah vibrasi ulur -OH, H-O-H, sedangkan puncak pada bilangan gelombang 1.639,55 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi tekuk (*bending*) H-O-H yang menandakan adanya kandungan H<sub>2</sub>O pada sampel (Panias, 2006).

B. Pelarutan Sampel dengan Asam

1) Pelarutan Sampel dengan Aqua regia

Pelarutan dengan aquaregia bertujuan untuk mengetahui pengaruh penghilangan unsur Fe, Ca, dan Al sehingga diharapkan didapatkan silika dengan kadar kemurnian yang tinggi. Pembuatan aqua regia didasarkan pada penelitian dari Baghalha pada tahun 2009, yang menggunakan rasio HNO<sub>3</sub>:HCl 1/3. Penggunaan rasio 1:3 ini dikarenakan memiliki efektivitas yang tinggi untuk mengekstraksi logam (Bidari, 2015).Kandungan Ca, Fe dianalisa menggunakan AAS sedangkan unsur Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar unsur Fe, Ca dan Al terhadap pelarutan aqua regia yang ditunjukkan pada Tabel 3.2.

TABEL 3.2 KADAR UNSUR FE, CA DAN AL TERHADAP PELARUTAN AQUA REGIA

Unsur	Kadar (ppm)	Kadar (mg)	Kadar (%)
Fe	841,67	84,17	8,41
Ca	473,74	47,37	4,73
Al	499,92	49,94	4,99

Reaksi pada saat sampel dilarutkan menggunakan aqua regia antara HCl dengan HNO<sub>3</sub> akan menghasilkan gas Cl<sub>2</sub> dan gas NOCl yang merupakan oksidator kuat. Residu berupa silika dari pelarutan aqua regia dianalisa kadar Si nya dengan menggunakan. Penggunaan pelarut HF ini dikarenakan silika efisien larut pada asam hidroflluorida (Wilson, et al., 2006). Berikut ini merupakan hasil analisis kadar Si terhadap pelarutan aqua regia yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

TABEL 4.2 KADAR SI TERHADAP PELARUTAN AQUA REGIA

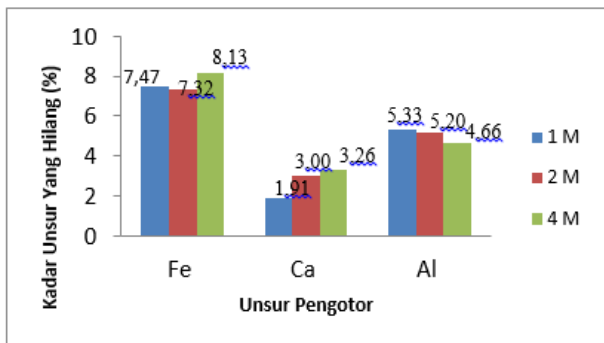
Unsur	Kadar (ppm)	Kadar (mg)	Kadar (%)
Si	7229,26	337,03	68,07%

2) Pelarutan Sampel dengan Asam Klorida

a. Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida

Pelarutan sampel dengan asam klorida dipilih agar dapat memisahkan silika pada sampel dari unsur pengganggu seperti Ca, Fe dan Al. Hal ini dikarenakan sifat khas silika yang memiliki kelarutan rendah terhadap asam (Iler, 1979), serta dapat melarutkan unsur Fe, Ca

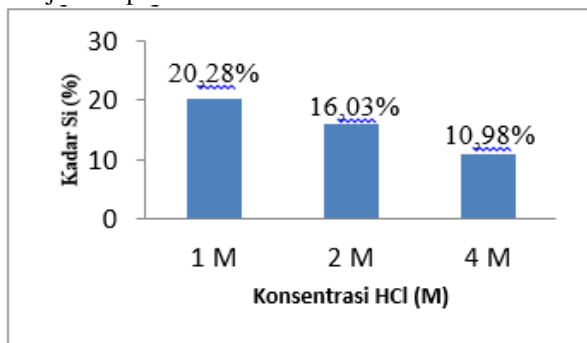
dan Al dengan baik sehingga didapatkan silika dengan kadar yang lebih murni. Pelarutan sampel menggunakan variasi konsentrasi asam klorida bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi HCl terhadap pelarutan komposisi kimia abu layang seperti Fe, Ca dan Al sehingga didapatkan silika dengan kadar yang lebih tinggi. Berikut ini merupakan hasil analisis prosentase kadar unsur Fe, Ca dan Al yang dapat dihilangkan terhadap konsentrasi HCl yang ditunjukkan pada Gambar 3.3.



Gambar 3.3 Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Penghilangan Unsur Pengotor (T: 85±5°C, t: 1 jam, L/S: 50/1 dan 300 rpm)

Peningkatan konsentrasi HCl hingga 4 M akan meningkatkan pelarutan dari unsur Fe dan Ca berturut-turut meningkat dari 7,47% menjadi 8,13% untuk Fe, dan dari 1,91% meningkat menjadi 3,26% untuk Ca, namun pelarutan unsur Al, menurun seiring meningkatnya konsentrasi asam yakni dari 5,33% turun menjadi 4,66%. Penurunan ini dikarenakan kemampuan HCl yang tidak terdisosiasi sempurna sehingga tidak mampu menguraikan aluminium oksida menjadi ion Al<sup>3+</sup> (Fitri, 2013). Bila ditinjau secara teori, semakin tinggi konsentrasi asam maka akan semakin banyak logam yang dapat larut, hal ini dikarenakan semakin banyaknya ion H<sup>+</sup> dari HCl yang terdifusi, sehingga aluminium, besi dan kalsium oksida pada abu layang dapat bereaksi dengan ion Cl<sup>-</sup> membentuk larutan AlCl<sub>3</sub>, FeCl<sub>3</sub>, CaCl<sub>2</sub> (Fitri, 2013).

Silika dari residu pelarutan yang diperoleh dianalisis kadar Si nya menggunakan HF. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar Si terhadap konsentrasi HCl yang ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Kadar Si terhadap Konsentrasi HCl (T: 85±5°C, t: 1 jam, L/S: 50/1 dan 300 rpm)

Peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar silika yakni berturut-turut sebesar 20,28%, 16,03% dan 10,98%. Hasil ini serupa pada penelitian Pratomo et al., (2013), yang menggunakan pelarutan HCl terhadap abu sekam padi dimana peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar Si yang diperoleh (Pratomo et al.,

2013). Nuryono dan Narsito pada tahun 2004, mendapatkan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam klorida maka semakin lama waktu yang diperlukan untuk pembentukan silika gel dari natrium silikat. Peningkatan konsentrasi asam menyebabkan semakin tinggi konsentrasi proton (H<sup>+</sup>) dalam larutan dan sebagian gugus siloksi (Si-O<sup>-</sup>) membentuk gugus silanol (Si-OH). Berikut ini merupakan kondisi yang terjadi pada proses kondensasi melalui mekanisme nukleofil seperti reaksi berikut ini:

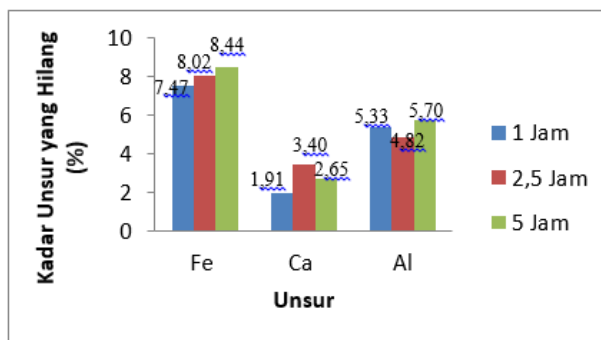


(Nuryono dan Narsito, 2004)

Pada penambahan asam klorida 1 M, silika berada sebagai campuran ion -SiO<sup>-</sup> dan silanol (-SiOH). Peningkatan konsentrasi asam akan menyebabkan sebagian gugus -Si-O<sup>-</sup> terprotonasi dan delokalisasi elektron terganggu sehingga atom Si dapat terserang oleh atom O dari spesies -Si-O<sup>-</sup> lain seperti yang ditunjukkan pada reaksi (3.2). Apabila penambahan asam dilanjutkan maka akan terjadi peningkatan konsentrasi -Si-OH dan penurunan konsentrasi -Si-O<sup>-</sup> sehingga reaksi akan menjadi lambat, dikarenakan apabila semua gugus -Si-O<sup>-</sup> terprotonasi maka tidak ada atom O yang cukup efektif untuk menyerang atom Si (Nuryono dan Narsito, 2004).

b. Pengaruh Waktu Pelarutan Asam Klorida

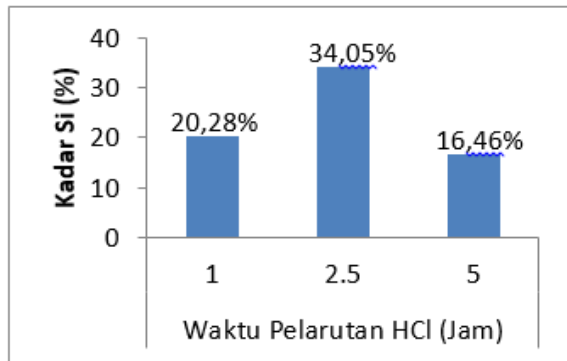
Pelarutan sampel dilakukan menggunakan konsentrasi optimum HCl 1 M dengan menggunakan variasi waktu pelarutan 1 jam, 2,5 jam dan 5 jam. Berikut ini merupakan hasil analisis prosentase kadar unsur Fe, Cadan Al yang dapat dihilangkan terhadap waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 3.5



Gambar 3.5 Pengaruh Waktu Pelarutan HCl terhadap Penghilangan Unsur Pengotor (HCl 1 M, T: 85±5°C, L/S: 50/1 dan 300 rpm)

Peningkatan waktu pelarutan HCl akan meningkatkan pelarutan dari unsur Fe dan Al, yakni untuk Fe dari 7,47% meningkat menjadi 8,44% sedangkan Al dari 5,33% meningkat menjadi 5,70%. Waktu kontak yang lama antara sampel dengan pelarut akan menghasilkan peningkatan pelarutan dari unsur pengotor (Kusuma, 2012), namun pada unsur Ca, pelarutan maksimum berada pada waktu 2,5 jam sebesar 3,40%, lalu menurun pada waktu pelarutan 5 jam sebesar 2,65%. Penurunan pelarutan unsur Ca pada waktu 5 jam ini dapat dikarenakan kemampuan ion H<sup>+</sup> pada HCl yang tidak terdisosiasi secara sempurna sehingga tidak mampu menguraikan kalsium oksida menjadi ion Ca<sup>2+</sup>.

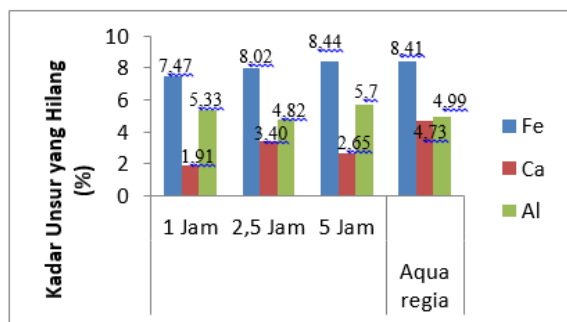
Residu pelarutan berupa silika dianalisis kadar silikanya menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar Si terhadap waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 3.6.



Gambar 3.6 Kadar Si terhadap Waktu Pelarutan HCl (HCl 1 M, T: 85±5°C, L/S: 50/1 dan 300 rpm)

Kadar Si terhadap waktu pelarutan HCl yang diperoleh meningkat dari waktu pelarutan HCl 1 jam ke 2.5 jam yakni berturut-turut sebesar 20,28% dan 34,05%, kemudian menurun pada waktu pelarutan 5 jam menjadi 16,46%. Penurunan kadar Si pada waktu 5 jam ini dikarenakan rendahnya kadar unsur Ca dan unsur pengganggu lainnya yang dapat dihilangkan dari sampel sehingga menyebabkan kadar silika nya menurun.

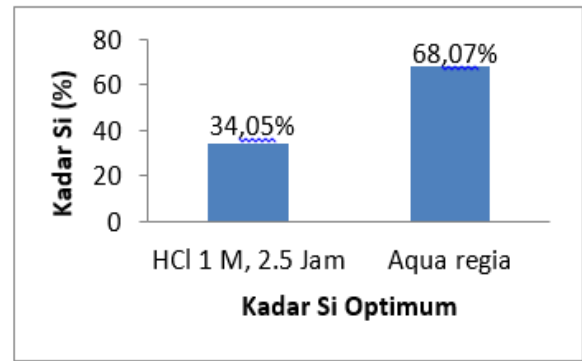
Hasil pelarutan sampel dengan aqua regia kemudian dibandingkan dengan waktu pelarutan HCl. Berikut ini merupakan pengaruh pelarutan unsur pengotor (Ca, Fe dan Al) terhadap aqua regia dan waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 3.7.



Gambar 3.7 Pengaruh Waktu Pelarutan HCl dan Aqua regia Terhadap Pelarutan Unsur Pengotor (T: 85±5°C, S/L: 1/50 dan 300 rpm)

Pengaruh waktu pelarutan HCl 1 M dan aqua regia menyebabkan pengaruh yang berbeda untuk tiap unsur Ca, Fe dan Al. Pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa pada waktu pelarutan 5 jam menghasilkan kadar pelarutan Fe yang hampir serupa dengan pelarutan menggunakan aqua regia. Pelarutan unsur Ca dengan aqua regia menghasilkan prosentase kadar yang lebih tinggi dibandingkan dengan HCl pada waktu optimum pelarutan Ca 2,5 jam, yakni 3,4% yang meningkat menjadi 4,73% menggunakan aqua regia. Pelarutan unsur Al dengan HCl pada waktu 5 jam menghasilkan prosentase yang lebih tinggi daripada pelarutan dengan aqua regia yakni sebesar 5,70% dan 4,99% untuk pelarutan dengan aqua regia. Penurunan pelarutan Al dengan aqua regia ini dikarenakan adanya HNO<sub>3</sub> di dalam aqua regia yang memiliki tingkat kereaktifan yang kecil terhadap pelarutan logam Al. Selain itu, HNO<sub>3</sub> hanya dapat bereaksi dengan Al dalam konsentrasi yang tinggi pada suhu 90°C (Fitri, 2013).

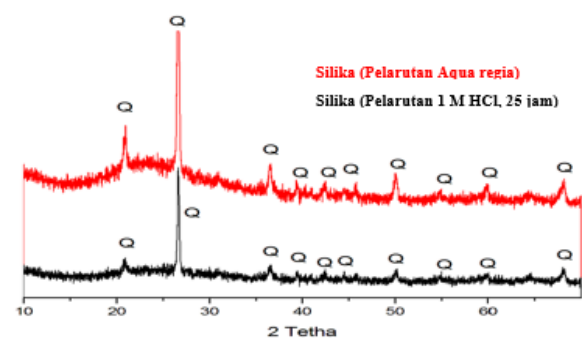
Kadar silika optimum dari pelarutan dengan aqua regia dan HCl ditunjukkan pada Gambar 3.8.



Gambar 3.8 Kadar Si Optimum pada Pelarutan Aqua regia dan HCl (T: 85±5°C, L/S: 50/1 dan 300 rpm)

Berdasarkan Gambar 3.8, pelarutan dengan aqua regia menghasilkan kadar silika lebih tinggi dari HCl yakni sebesar 68,07%. Tingginya kadar silika yang diperoleh dikarenakan banyaknya unsur-unsur Fe, Ca dan Al yang lebih banyak larut dengan aqua regia, serta adanya unsur-unsur lainnya seperti K, Ti, Mo yang juga ikut larut sehingga pelarutan dengan aqua regia lebih efektif untuk mendapatkan silika dengan kadar kemurnian yang tinggi.

Silika hasil pelarutan aquaregia dan HCl 1 M selama 2.5 jam dianalisa kandungan mineraloginya menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) untuk mengetahui kandungan mineral yang masih terdapat di dalam silika tersebut. Silika hasil pelarutan HCl pada konsentrasi 1 M selama 2.5 jam dipilih karena pada kondisi tersebut menghasilkan kadar silika yang tinggi. Hasil difraktogram silika hasil pelarutan dengan aqua regia dan HCl ditunjukkan pada Gambar 3.10.



Gambar 3.10 Difraktogram Silika terhadap Pelarutan Aqua regia dan HCl

Hasil difraktogram menunjukkan bahwa setelah dilarutkan dengan asam, unsur pengotor seperti hematite, corundum, mullite dan kalsium dioksida dapat dihilangkan dari sampel dan didominasi oleh silika dalam bentuk quartz. Adanya silika amorf ditandai dengan gundukan pada 2θ sekitar 20°-40° yang merupakan ciri dari fasa amorf (Krisbiantoro, 2015). Pelarutan dengan aqua regia menyebabkan perubahan intensitas puncak quartz lebih tajam dari pelarutan dengan HCl, peningkatan intensitas ini membuktikan bahwa pelarutan dengan aquaregia lebih efektif menurunkan kandungan unsur-unsur pengganggu (Kheloufi et al., 2009).

IV. KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dilakukan pemurnian silika pada abu layang yang berasal dari PT YTL (Paiton) menggunakan pelarutan asam klorida (HCl) dan aqua regia untuk menghilangkan pengotor selain silika. Kondisi paling baik pelarutan abu layang adalah pelarutan dengan aqua regia, mampu menghasilkan kadar



Si sebesar 68,07%, sedangkan kondisi paling baik pelarutan abu layang dengan HCl adalah pada konsentrasi 1 M HCl dan waktu pelarutan 2,5 jam mampu menghasilkan kadar Si sebesar 34,05%. Peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar silika yang diperoleh.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Bapak Suprpto, M.Si, Ph.D, selaku dosen pembimbing, PT YTL-Paiton atas bantuan sampel abu layang dan semua pihak yang telah membantu dalam penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Adjiantoro, B., Mabruhi, E. 2010. *Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi dengan Menggunakan Metoda Pelarutan Kimia*. Serpong: Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI.
- [2] Adjiantoro, B., Mabruhi, E. 2012. *Pengaruh Waktu Pelindian pada Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi Menggunakan Larutan HCl*. Serpong: Pusat Penelitian Metalurgi-LIPI.
- [3] Agustin, R. 2013. *Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika (SiO<sub>2</sub>) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara. Jember: Tugas Akhir Jurusan Kimia Universitas Negeri Jember.*
- [4] Aphane M. E., Merwe, E. M., Doucet, F. J., Petrik, L. 2015. *The Effect of Sulfuric Acid Concentration on The Removal of Reactive Aluminium from South African Coal Fly Ash*. Department of Chemistry, Unisa, South Africa.
- [5] Bidari, B. R., 2015, *Peningkatan Kadar Emas Pada Batuan Dari Pulau Buru (Maluku) Dengan Pelarutan Asam Dan Kombinasi Asam-Kalium Iodida*. Surabaya: Skripsi Jurusan Kimia FMIPA ITS.
- [6] Fitri, N. T. D., 2013, *Ekstraksi dan Penentuan Kadar Ion Aluminium Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara*. Skripsi Jurusan Kimia Universitas Negeri Jember.
- [7] Galliker, P., Hommes, G., Schlosser, D., Corvini, P. F. X., Shahgaldian, P. 2010. *Laccase-Modified Silica Nanoparticles Efficiently Catalyze The Transformation Of Phenolic Compounds*: Artikel, ELSEVIER, 349, 1-8.
- [8] Halada, K., Shimada, M., Ijima, K. 2008. *Forecasting of the consumption of metals up to 2050*. Mater. Trans. 49 (3), 402-410.
- [9] Kheloufi, A., Berbar, Y., Kefai, A., Medjahed, S. A., Kerkar F. 2009. *Improvement of Impurities Removal from Silica Sand by Leaching Process*. Algeria: Silicon Technology Development Unit.
- [10] Kurniati, 2009, *Ekstraksi Silika White Powder dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi Dieng*. Surabaya: UPN Press.
- [11] Juneja, J. M., Mukherjee, T. K. 1986. *A Study of the Purification of Metallurgical Grade Silicon*. Bombay: Elsevier Science Publishers.
- [12] Le, V. H., Thuc, C. N. H., Thuc, H. H. 2013. *Synthesis of Silica Nanoparticles from Vietnamese Rice Husk by Sol-Gel Method*: Artikel, Springer, 8(58), 1-10.
- [13] Lu, J., Liong, M., Zink, J. I., Tamanoi, F. 2007. *Mesoporous Silica Nanoparticles as a Delivery System for Hydrophobic Anticancer Drugs* : Artikel, WILEY, 8, 1341-1346
- [14] Matjie, R. H., Bunt, J. R., Van Heerden, J. H. P. 2004. *Extraction of alumina from Coal Fly Ash Generated From a Selected Low Rank Bituminous South African Coal*. Article Elsevier: South Africa
- [15] Misran, H., Singh, R., Begu, S., Yarmo, M. A. 2007. *Processing of Mesoporous Silica Materials (MCM-41) from Coal Fly Ash*. Journal of Materials Processing Technology. 186, 8-13.
- [16] Nuryono, Narsito. 2004. *Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat*. Jurusan Kimia, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta. Indo. J. Chem., 2005, 5(1), 23-30.
- [17] Panias, D., Giannopoulou, I. P., Perraki, 2006. *Effect of Synthesis Parameters on Mechanical Properties of Fly Ash-Based Geopolymers*. Colloids and Surfaces A: Physicochemistry Engineering Aspects, Accepted Manuscript.
- [18] Pratomo, I., Wardhani, S., Purwonugroho, D. 2013. *Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel*. Kimia Studentjournal, Vol. 2, No. 1, pp. 358-364- Universitas Brawijaya, Malang.
- [19] Shcherban S., Rayzman V, Pevzner I. 1995. *Technology of Coal Fly Ash Processing into Metallurgical and Silicate Chemical Products*. Paper presented at 210<sup>th</sup> ACS National Meeting Chicago, IL August 20-25, Volume 40, No.4, p. 863-867.
- [20] Wicaksono, A.A., 2012, *Pengaruh Temperatur pada Proses Bayer terhadap Ekstraksi Alumina pada Biji Nepheline*. Depok: Skripsi Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia.