



**EKSTRAKSI DAN PENENTUAN KADAR SILIKA ( $\text{SiO}_2$ ) HASIL  
EKSTRAKSI DARI ABU TERBANG (*FLY ASH*) BATUBARA**

**SKRIPSI**

Oleh

**Agustin Retnosari**

**NIM : 081810301041**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS JEMBER**

**2013**



**EKSTRAKSI DAN PENENTUAN KADAR SILIKA ( $\text{SiO}_2$ ) HASIL  
EKSTRAKSI DARI ABU TERBANG (*FLY ASH*) BATUBARA**

**SKRIPSI**

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat  
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)  
dan mencapai gelar Sarjana Sains

oleh

**Agustin Retnosari**  
**NIM 081810301041**

**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS JEMBER**  
**2013**

## **PERSEMBAHAN**

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT pencipta dan penguasa jagad raya. Tanpa kehendak-Nya tidak mungkin penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Skripsi ini saya persembahkan untuk keluarga besarku tercinta:

1. ayah dan ibuku Tersayang;
2. adikku Siti Choiriah Nur Vita Sari;
3. keponakanku Aji Wahyu Wibowo;
4. si mungil Intan Bella Dwi Kartika.

## MOTTO

“Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari suatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain, dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap.”

(terjemahan Q.S Al-Insyirah : 6-8)<sup>\*)</sup>

Keberhasilan adalah kemampuan untuk melewati dan mengatasi dari satu kegagalan ke kegagalan berikutnya tanpa kehilangan semangat.<sup>\*\*)</sup>

---

\*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2008. Al Qur'an dan Terjemahannya. Bandung: CV Penerbit Diponegoro.

\*\*\*) Winsto Churchill dalam Noel, B.2010.365. Hari berpikir positif. Jakarta: Daras Books.

## PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Agustin Retnosari

NIM : 081810301041

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika ( $\text{SiO}_2$ ) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batubara” adalah benar-benar hasil karya saya sendiri, kecuali dalam kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapatkan sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 30 April 2013

yang menyatakan,

Agustin Retnosari

NIM 081810301041

**SKRIPSI**

**EKSTRAKSI DAN PENENTUAN KADAR SILIKA ( $\text{SiO}_2$ ) HASIL  
EKSTRAKSI DARI ABU TERBANG (*FLY ASH*) BATUBARA**

Oleh

Agustin Retnosari

NIM 081810301041

Pembimbing:

Dosen Pembimbing Utama : Tanti Haryati, S.Si, M.Si

Dosen Pembimbing Anggota : Novita Andarini, S.Si, M.Si

## PENGESAHAN

Skripsi berjudul "Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika ( $\text{SiO}_2$ ) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batubara" telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : **SELASA 28 MAY 2013**

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Jember

Tim Penguji:

Ketua (DPU),



Tanti Haryati, S.Si, M.Si  
NIP. 198010292005012002

Sekretaris (DPA),



Novita Andarini, S.Si, M.Si  
NIP. 197211122000032001

Anggota I,



Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si  
NIP. 197107031997021001

Anggota II,



Drs. Mukh. Mintadi  
NIP. 196410261991031001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember,



Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D.  
NIP. 19610108198602 1 001

## RINGKASAN

**Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika ( $\text{SiO}_2$ ) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batubara;** Agustin Retnosari, 081810301041; 2013: (42) halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Kenaikan bahan bakar minyak telah mendorong banyak industri beralih ke batubara sebagai sumber energi. Sisa hasil pembakaran batubara akan menghasilkan limbah yang salah satunya berupa *fly ash* (abu terbang) dan *bottom ash* (abu dasar). *Fly Ash* adalah abu yang dihasilkan dari transformasi, pelelehan atau gasifikasi dari material anorganik yang terkandung dalam batubara. Pada satu proses pembakaran batubara dihasilkan *fly ash* sekitar 80% dan sisanya merupakan *bottom ash* yaitu sekitar 20%. Menurut data Kementerian Lingkungan Hidup limbah *fly ash* yang dihasilkan mencapai 85 ton/hari dan limbah *bottom ash* mencapai 48 ton/hari (Dinas LH Kabupaten Bandung, 2008). Sementara menurut peraturan (PP85/1999), limbah *fly ash* maupun *bottom ash* dapat dikategorikan sebagai limbah B3 (bahan beracun dan berbahaya). Banyaknya industri yang menggunakan batubara sebagai bahan bakar meninggalkan sejumlah permasalahan serius karena *fly ash* yang dihasilkan mengandung logam-logam berat yang signifikan jumlahnya. Pelepasan abu sisa pembakaran baik berupa *fly ash* maupun *bottom ash* akan berdampak buruk bagi lingkungan sehingga perlu adanya penanganan khusus untuk mengatasi dampak tersebut salah satunya dengan memanfaatkan limbah menjadi material baru yang mempunyai nilai ekonomis. Silika merupakan salah satu komponen *fly ash* yang paling dominan jumlahnya yaitu sekitar 30-36%. Silika banyak digunakan dalam penyulingan minyak sayur, produk farmasi, deterjen, bahan perekat, kromatografi kolom kemasan, dan keramik. Mengingat begitu banyak manfaat yang dapat diambil dari unsur silika, maka pada penelitian ini dilakukan ekstraksi silika menggunakan metode presipitasi. Selanjutnya silika yang dihasilkan dari ekstraksi akan dihitung kadarnya dengan menggunakan metode gravimetri.



Penelitian ini dilakukan mulai tanggal 1 Oktober 2012 sampai dengan 31 Januari 2013 di Laboratorium Kimia Dasar, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember. Variabel yang akan diukur dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi, dimana parameter yang diamati adalah banyaknya endapan silika kasar dan kadar silika yang dihasilkan pada proses ekstraksi.

Berdasarkan kedua variabel tersebut didapatkan bahwa kenaikan konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi dengan penambahn HCl 1 M pada rentang pH 6,5-7 menyebabkan peningkatan massa endapan silika kasar hasil ekstraksi dan kadar silika silika hasil ekstraksi. Kadar silika tertinggi pada penelitian ini dihasilkan oleh silika kasar yang berhasil diekstrak menggunakan NaOH 3 M dengan waktu ekstraksi 120 menit yaitu sebesar 33%.

## PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat, hidayah serta inayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika ( $\text{SiO}_2$ ) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batubara” dengan baik dan lancar. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Tanti Haryati, S.Si, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Utama yang telah banyak memberikan perhatian, materi dan perbaikan serta meluangkan waktu dalam penyusunan skripsi ini;
2. Novita Andarini, S.Si, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, pikiran, dan perhatian dalam membimbing penulisan skripsi ini;
3. Dr. Bambang Piluharto, S.Si, M.Si, dan Drs. Moh. Mintadi selaku dosen penguji yang telah meluangkan waktu dan pikiran dalam penyusunan skripsi ini;
4. ayah, ibu dan adikku serta keluarga besar tercinta, terima kasih atas segala doa, semangat, dan dukungannya baik moral maupun material;
5. Abdullah S.T sebagai motivator yang telah memberikan segala bentuk dukungan, semangat, perhatian, kritik dan sarannya;
6. sahabat-sahabatku Nisa Tiara Dani Fitri, Riska Eka Yuniawati S.TP, Heny Yunita Novianti, Nila Andriani, Widya Margayanti, Restu Tri Utami, S.Si, Meirinda Hermiastuti, Nanda Widayanti, Titis Adisti Hapsari, Rustin Nur Indahsari, Yola Lyliana Herlandien, Yustin Nur Hasanah, terimakasih telah menjadi sahabat yang benar-benar sejati untuk berbagi suka maupun duka;
7. sahabat-sahabatku 2008 Dodik Andinata, Alviona Noer Isnani, Nurul Azizah, Yanuard Arie Bungsu, Lisa Dewi Hartini, Novita Rahmawati, Alfisa Surya

Primaswara, Deny Susanti, S.Si, Ucik Gita Parasmita, Rima Nusba Ayunina, Putri Fajar Rianasari, Wiwin Setiani, Siti Nur Jannah, Karisma Wulan Ningtyas, Johan Prasetyo, Imam Safi'i, Ardian Syah Putra, S.Si, Agung Andrianto, Maimunah Nur Aini, Aisyah Poerwanta, S.Si, Khilda Tsamaratul Fikriyah, S.Si, Fendra Nicola, Tetty Prasiska, Siti Fatimah, terima kasih sudah menjadi sahabat konyol yang menjadikan hidup semakin berwarna;

8. sahabat *full house* Dzurrotun Najmin Nida, Amd.Gz, Anggun Kartika Sari, S.Pd, Mohammad Sifak, Dedy Cahyadi, S.TP, Khoirul Hadi Iswanto, S.T, terima kasih untuk segala bentuk kasih sayang dan semangat yang diberikan;
9. teman-teman di kost 71, terima kasih atas segala bentuk dukungan dan kasih sayang yang telah diberikan selama ini;
10. teman-teman Kimia angkatan 2008 yang telah berbagi kisah suka duka bersama dan pengalaman selama masa perkuliahan;
11. seluruh teknisi Laboratorium, mas Syamsul dkk, terima kasih atas bantuan dan kerjasamanya selama melaksanakan penelitian di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
12. semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu per satu.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini jauh dari kesempurnaan sehingga penulis mengharapkan kritik serta saran yang membangun demi kesempurnaan penulisan ini. Semoga skripsi ini bermanfaat dan menambah wawasan bagi penulis maupun pembaca yang membutuhkan.

Jember, 30 April 2013

Penulis

## DAFTAR ISI

	Halaman
<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN MOTTO</b> .....	iii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iv
<b>HALAMAN PEMBIMBINGAN</b> .....	v
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	vi
<b>RINGKASAN</b> .....	vii
<b>PRAKATA</b> .....	ix
<b>DAFTAR ISI</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xiv
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xv
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xvi
<b>BAB 1.PENDAHULUAN</b> .....	1
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	1
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	3
<b>1.3 Batasan Masalah</b> .....	3
<b>1.4 Tujuan</b> .....	3
<b>1.5 Manfaat</b> .....	3
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	4
<b>2.1 Abu Terbang Batubara (<i>Fly Ash</i>)</b> .....	4
2.1.1 <i>Fly Ash</i> kelas F .....	4
2.1.2 <i>Fly Ash</i> kelas C .....	5
<b>2.2 Sifat Kimia dan Sifat Fisika <i>Fly Ash</i></b> .....	5
<b>2.3 Silika (SiO<sub>2</sub>)</b> .....	6
<b>2.4 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silika</b> .....	7
2.4.1 Sifat Fisika .....	7

2.4.2	Sifat Kimia .....	7
2.4.3	Silika Presipitasi .....	8
2.4.4	Sifat Fisika dan Kimia Silika Presipitasi .....	9
<b>2.5</b>	<b>Ekstraksi</b> .....	9
2.5.1	Ekstraksi Cair-Cair .....	10
2.5.2	Ekstraksi Padat-Cair .....	11
<b>2.6</b>	<b>Spektroskopi Inframerah (FTIR)</b> .....	13
2.6.1	Vibrasi Molekul .....	14
2.6.2	Bentuk-bentuk Vibrasi .....	14
<b>2.7</b>	<b>Gravimetri</b> .....	15
2.7.1	Keadaan Lewat Jenuh dalam Pembentukan Endapan .....	16
2.7.2	Kemurnian Endapan .....	17
<b>BAB 3.</b>	<b>METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	19
<b>3.1</b>	<b>Tempat dan Waktu Penelitian</b> .....	19
<b>3.2</b>	<b>Alat dan Bahan Penelitian</b> .....	19
3.2.1	Alat .....	19
3.2.2	Bahan .....	19
<b>3.3</b>	<b>Diagram Alir Penelitian</b> .....	20
<b>3.4</b>	<b>Prosedur Penelitian</b> .....	20
3.4.1	Pembuatan Berbagai Larutan .....	20
3.4.2	Preparasi Sampel .....	20
3.4.3	Ekstraksi Silika dengan Metode Presipitasi .....	21
3.4.4	Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi .....	21
a.	Analisa Kualitatif dengan FTIR .....	21
b.	Analisa Kuantitatif dengan Gravimetri .....	22
<b>BAB 4.</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	23
<b>4.1</b>	<b>Proses Ekstraksi</b> .....	23
<b>4.2</b>	<b>Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi</b> .....	28
4.2.1	Analisis Silika Hasil Ekstraksi dengan FTIR .....	28

4.2.2 Analisis Kadar Silika Hasil Ekstraksi dengan Gravimetri ....	29
<b>4.3 Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Ekstraksi .....</b>	<b>35</b>
<b>BAB 5. PENUTUP .....</b>	<b>39</b>
<b>5.1 Kesimpulan .....</b>	<b>39</b>
<b>5.2 Saran .....</b>	<b>39</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>40</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>43</b>

## DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi kimia <i>fly ash</i> PLTU Paiton-Probolinggo .....	6
3.1 Rancangan ( <i>design</i> ) Penelitian .....	21
4.1 Massa endapan silika kasar (gram) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu pada pengulangan 1 .....	26
4.2 Massa endapan silika kasar (gram) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu pada pengulangan 2 .....	26
4.3 Kadar silika (%) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu .....	31
4.4 Massa endapan silika kasar rata-rata (gram) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu .....	35

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
4.1 Pembentukan silika dari <i>fly ash</i> yang diekstraksi dengan larutan NaOH (a) filtrat silika hasil ekstraksi, (b) endapan silika yang terbentuk setelah pengasaman, (c) endapan silika kasar yang telah dikeringkan .....	27
4.2 Spektra FTIR dari silika hasil ekstraksi .....	28
4.3 Kadar SiO <sub>2</sub> dengan variasi konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M dalam waktu 60, 90 dan 120 menit .....	32
4.4 Kadar SiO <sub>2</sub> dengan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit pada Konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M .....	33
4.5 Hasil ekstraksi SiO <sub>2</sub> kasar dengan variasi konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M dalam waktu 60, 90 dan 120 menit .....	36
4.6 Hasil ekstraksi SiO <sub>2</sub> kasar dengan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit pada konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M .....	37



## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<b>A. Pembuatan Larutan .....</b>	<b>43</b>
<b>B. Data Silika Kasar Hasil Ekstraksi .....</b>	<b>44</b>
<b>C. Data Gravimetri Hasil Ekstraksi .....</b>	<b>45</b>
<b>D. Perhitungan Kadar SiO<sub>2</sub> .....</b>	<b>46</b>
<b>E. Lampiran Gambar .....</b>	<b>52</b>

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kenaikan bahan bakar minyak telah mendorong banyak industri beralih ke batubara sebagai sumber energi. Salah satu contoh industri yang menggunakan batubara sebagai bahan bakar adalah PLTU (Pembangkit Listrik Tenaga Uap). Penggunaan batubara sebagai sumber energi menjadi pilihan yang paling diminati oleh para pengusaha dengan alasan lebih menghemat biaya operasional dan ketersediaannya di Indonesia juga cukup melimpah. Sisa hasil pembakaran batubara akan menghasilkan limbah yang salah satunya berupa *fly ash* (abu terbang) dan *bottom ash* (abu dasar) (Kartika, 2010).

*Fly Ash* adalah abu yang dihasilkan dari transformasi, pelelehan atau gasifikasi dari material anorganik yang terkandung dalam batubara. Pada satu proses pembakaran batubara dihasilkan *fly ash* sekitar 80% dan sisanya merupakan *bottom ash* yaitu sekitar 20%. Menurut data Kementerian Lingkungan Hidup limbah *fly ash* yang dihasilkan mencapai 85 ton/hari dan limbah *bottom ash* mencapai 48 ton/hari (Dinas LH Kabupaten Bandung, 2008). Sementara menurut peraturan (PP85/1999), limbah *fly ash* maupun *bottom ash* dapat dikategorikan sebagai limbah B3 (bahan beracun dan berbahaya). Komponen utama dari *fly ash* batubara yang berasal dari pembangkit listrik adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dan besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), sisanya adalah karbon, kalsium, magnesium, dan belerang. Banyaknya industri yang menggunakan batubara sebagai bahan bakar meninggalkan sejumlah permasalahan serius karena *fly ash* yang dihasilkan mengandung logam-logam berat yang signifikan jumlahnya. Pelepasan abu sisa pembakaran baik berupa *fly ash* maupun *bottom ash* akan berdampak buruk bagi lingkungan sehingga perlu adanya penanganan khusus untuk mengatasi dampak tersebut salah satunya dengan memanfaatkan limbah menjadi material baru yang mempunyai nilai ekonomis (Suprpto, 2009).

Silika merupakan salah satu komponen *fly ash* yang paling dominan jumlahnya yaitu sekitar 30-36%. Silika banyak digunakan dalam penyulingan minyak sayur, produk farmasi, deterjen, bahan perekat, kromatografi kolom kemasan, dan keramik (Brinker dan Scherer, 1990; Iler, 1979; Proctor *et al*, 1995). Penelitian tentang silika telah banyak dilakukan, diantaranya U. Kalaphaty *et al* (2002) yang berhasil mendapatkan silika dari sodium silikat pada pH 4,0 dan pH 7,0 dengan penambahan asam (klorida, sitrat, oksalat) yang kemudian ditentukan kemurniannya menggunakan XRD (Difraksi Sinar-X) pada sampel limbah abu sekam padi (*hull ash*). Harsono (2002) menyatakan telah melakukan pembuatan silika amorf dari limbah sekam padi. Hasil analisis komposisi menunjukkan bahwa kandungan unsur silika cukup dominan dalam abu sekam padi. Selain itu Kamisah D Pandiangan, dkk (2008) telah berhasil mengekstrak silika dari abu sekam padi untuk pembuatan katalis berbasis silika sekam padi dengan teknik sol-gel di mana dalam penelitiannya abu sekam padi diekstraksi dengan menggunakan KOH dengan variasi konsentrasi 1%; 1,5%; 2,5%; 5%; 10% dan variasi waktu yaitu 30, 60, 90, 120 menit. Berdasarkan penelitian tersebut hasil ekstraksi yang optimum didapatkan pada konsentrasi 1,5% dan dalam waktu 30 menit dengan berat rendemen sebesar 1,8690 gram. Patcharin Worathanakul, dkk (2009) juga telah berhasil mengekstrak silika yang terdapat pada limbah ampas tebu.

Mengingat begitu banyak manfaat yang dapat diambil dari unsur silika, maka pada penelitian kali ini akan dilakukan ekstraksi silika menggunakan metode yang telah dilakukan sebelumnya oleh Kamisah D Pandiangan, dkk (2008) dengan sampel yang berbeda yaitu *fly ash* dan variabel yang akan diteliti yaitu konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi. Selanjutnya silika yang dihasilkan dari ekstraksi akan dihitung kadarnya dengan menggunakan metode gravimetri.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan di atas maka perumusan masalah dalam penelitian ini adalah :

Bagaimana pengaruh konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi terhadap banyaknya silika kasar hasil ekstraksi dan kadar silika hasil ekstraksi?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

Mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi terhadap banyaknya silika kasar hasil ekstraksi dan kadar silika hasil ekstraksi.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan nantinya dapat digunakan sebagai :

1. Alternatif pemanfaatan limbah hasil pembakaran batubara (*fly ash*).
2. Diperoleh sumber alternatif silika yang dapat dimanfaatkan dalam kehidupan.

## 1.5 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. *Fly ash* yang digunakan berasal dari PLTU Paiton-Probolinggo.
2. Konsentrasi NaOH yang digunakan 1,5; 2; 2,5 dan 3 M.
3. Waktu ekstraksi 60, 90, dan 120 menit.

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Abu Terbang Batubara (*Fly Ash*)

*Fly ash* merupakan limbah industri yang dihasilkan dari pembakaran batubara yang memiliki ukuran butiran yang halus, berwarna keabu-abuan dan diperoleh dari hasil pembakaran batubara. Pada intinya *fly ash* mengandung unsur kimia antara lain silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), fero oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ), juga mengandung unsur tambahan lain yaitu magnesium oksida ( $\text{MgO}$ ), titanium oksida ( $\text{TiO}_2$ ), alkalin ( $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{K}_2\text{O}$ ), sulfur trioksida ( $\text{SO}_3$ ), pospor oksida ( $\text{P}_2\text{O}_5$ ) dan karbon. Karakteristik *fly ash* :

- a. Dari segi gradasinya, jumlah prosentase yang lolos dari saringan No. 200 (0,074 mm) berkisar antara 60% sampai 90%.
- b. Warna dari *fly ash* dapat bervariasi dari abu-abu sampai hitam tergantung dari jumlah kandungan karbonnya, semakin terang semakin rendah kandungan karbonnya.
- c. *Fly ash* bersifat tahan air (*hydrophobic*) (Ary setiawan, dkk, 2009).

*Fly ash* dapat dibedakan menjadi dua, yaitu *fly ash* kelas F (*fly-ash* yang normal yang dihasilkan dari pembakaran batubara antrasit atau batubara bituminus) dan *fly ash* kelas C yang dihasilkan dari batubara jenis lignite atau subbitumes. *Fly ash* kelas C kemungkinan mengandung zat kimia silika sampai dengan dengan 70%. (Nck, 2010).

#### 2.1.1 *Fly Ash* kelas F

Pembakaran batubara antrasit atau batubara bituminus biasanya menghasilkan *fly-ash* kelas F. *Fly ash* ini adalah pozzolanik di alam, dan mengandung kurang dari 20% kapur ( $\text{CaO}$ ). Karena memiliki sifat pozzolanik, *fly ash* kelas F dimanfaatkan seperti semen portland, kapur, atau kapur terhidrasi yang direaksikan dengan air dan

menghasilkan senyawa semen, atau penambahan aktivator kimia seperti natrium silikat sehingga menyebabkan pembentukan geopolimer ([www.silica.html](http://www.silica.html)).

### **2.1.2 Fly Ash kelas C**

*Fly ash* yang dihasilkan dari pembakaran lignit atau batubara subbitumes, selain memiliki sifat pozzolanik juga memiliki sifat yang berfungsi sebagai semen. Dengan keberadaan air, fly ash kelas C akan mengeras dari waktu ke waktu. *Fly ash* kelas C umumnya mengandung lebih dari 20% kapur (CaO). Alkali dan sulfat (SO<sub>4</sub>) yang terdapat dalam *fly ash* kelas C umumnya lebih tinggi daripada *fly ash* kelas F ([www.silica.html](http://www.silica.html)).

## **2.2 Sifat Kimia dan Sifat Fisika Fly Ash**

Sifat kimia dari *Fly Ash* batubara dipengaruhi oleh jenis batubara yang dibakar dan teknik penyimpanan serta penanganannya. Pembakaran batubara lignit dan subbituminous menghasilkan abu terbang dengan kalsium dan magnesium oksida lebih banyak dari pada jenis bituminous. Namun, memiliki kandungan silika, alumina, dan karbon yang lebih sedikit dari pada bituminous.

*Fly ash* batubara terdiri dari butiran halus yang umumnya berbentuk bola padat atau berongga. Ukuran partikel *fly-ash* hasil pembakaran batubara bituminous lebih kecil dari 0,075 mm. Kerapatan *fly-ash* berkisar antara 2100 sampai 3000 kg/m<sup>3</sup> dan luas area spesifiknya (diukur berdasarkan metode permeabilitas udara *Blaine*) antara 170 sampai 1000 m<sup>2</sup>/kg, sedangkan ukuran partikel rata-rata *flyash* batubara jenis sub-bituminous 0,01mm – 0,015 mm, luas permukaannya 1-2 m<sup>2</sup>/g, massa jenis (*specific gravity*) 2,2 – 2,4 dan bentuk partikel *mostly spherical*, yaitu sebagian besar berbentuk seperti bola, sehingga menghasilkan kelecakan (*workability*) yang lebih baik (Nugroho,P dan Antoni, 2007) (Nck, 2010).

Tabel 2.1 Komposisi kimia *fly ash* PLTU Paiton-Probolinggo :

No	Komposisi Kimia	Satuan	Abu Batubara dari PLTU Paiton
1.	SiO <sub>2</sub>	%	30,25 – 36,83
2.	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	14,52 – 23,78
3.	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	13,46 – 19,94
4.	CaO	%	11,40 – 16,57
5.	MgO	%	5,360 – 8,110
6.	Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	%	0,140 – 0,480
7.	Na <sub>2</sub> O	%	0,250 – 0,740
8.	K <sub>2</sub> O	%	0,630 – 1,320
9.	TiO <sub>2</sub>	%	0,830 – 1,050
10.	SO <sub>3</sub>	%	3,010 – 7,280
11.	P <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%	0,630 – 3,750

Sumber : PJB Paiton (2002)

### 2.3 Silika (SiO<sub>2</sub>)

Silikon dioksida atau silika adalah salah satu senyawaan kimia yang paling umum. Silika murni terdapat dalam dua bentuk yaitu kuarsa dan kristobalit. Silikon selalu terikat secara tetrahedral kepada empat atom oksigen, namun ikatan-ikatannya mempunyai sifat yang cukup ionik. Dalam kristobalit, atom-atom silikon ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dalam intan dengan atom-atom oksigen berada di tengah dari setiap pasangan. Dalam kuarsa terdapat heliks sehingga terbentuk kristal enansiomorf. Kuarsa dan kristobalit dapat saling dipertukarkan apabila dipanaskan. Proses ini lambat karena dibutuhkan pemutusan dan pembentukan kembali ikatan-ikatan dan energi pengaktifannya tinggi. Silika relatif tidak reaktif terhadap Cl<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu 25°C atau pada suhu yang lebih tinggi, tetapi dapat diserang oleh F<sub>2</sub>, HF aqua, hidroksida alkali dan leburan-leburan karbonat (Cotton, 1989).

Bentuk-bentuk silika merupakan beberapa struktur kristal yang penting bukan saja karena silika merupakan zat yang melimpah dan berguna, tetapi karena strukturnya ( $\text{SiO}_4$ ) adalah unit yang mendasar dalam kebanyakan mineral. Kristal silika memiliki dua ciri utama yaitu:

1. setiap atom silikon berada pada pusat suatu tetrahedron yang terdiri dari empat atom oksigen.
2. setiap atom oksigen berada ditengah-ditengah antara dua atom silikon (Keenan,1992).

## 2.4 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silika

### 2.4.1 Sifat Fisika

Nama IUPAC	: Silikon dioksida
Nama lain	: Kuarsa, Silika, Silikat oksida, Silikon (IV) oksida
Rumus molekul	: $\text{SiO}_2$
Massa molar	: $60,08 \text{ g mol}^{-1}$
Penampilan	: Kristal Transparan
Kepadatan	: $2,648 \text{ g cm}^{-3}$ .
Titik lebur	: $1600-1725 \text{ }^\circ \text{C}$
Titik didih	: $2230 \text{ }^\circ \text{C}$

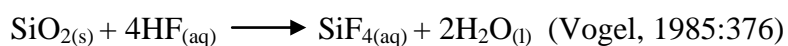
(Masramdhani, 2011).

### 2.4.2 Sifat Kimia

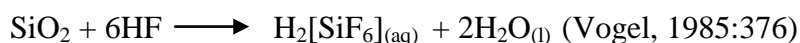
Mineral silika mempunyai berbagai sifat kimia antara lain sebagai berikut :

#### a. Reaksi Asam

Silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap asam hidroflluorida dan asam fospat.



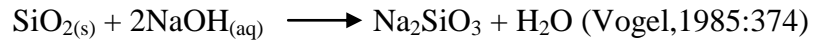
Dalam asam berlebih reaksinya adalah:



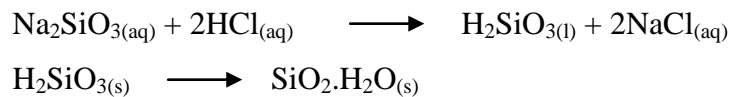


### b. Reaksi basa

Silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti dengan hidroksida alkali.



Secara komersial, silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral. Reaksi ini menghasilkan suatu dispersi pekat yang akhirnya memisahkan partikel dari silika terhidrat, yang dikenal sebagai silika hidrosol atau asam silikat yang kemudian dikeringkan pada suhu 110°C agar terbentuk silika gel. Reaksi yang terjadi :



(R. Bakri, dkk 2008).

### 2.4.3 Silika Presipitasi

Silika presipitasi yang biasa disebut *particulate* silika, terbentuk baik dari fase uap maupun dari presipitasi larutan. Silika presipitasi dalam bentuk *powder* atau bubuk memiliki struktur yang lebih terbuka dengan volume pori yang lebih tinggi daripada silika gel dalam bentuk yang sama. Silika dapat dipresipitasi dari larutan natrium silikat dengan menggunakan konsentrasi yang lebih rendah daripada dalam pembuatan gel. Proses presipitasi terjadi dalam beberapa langkah diantaranya adalah nukleasi partikel, pertumbuhan partikel menjadi ukuran yang diinginkan, koagulasi untuk membentuk akumulasi dengan kontrol pH dan konsentrasi ion natrium, serta penguatan kumpulan partikel tanpa nukleasi lebih lanjut. Silika banyak digunakan di industri karena sifat dan morfologinya yang unik, meliputi antara lain : luas permukaan dan volume porinya yang besar, dan kemampuan untuk menyerap berbagai zat seperti air, oli serta bahan radioaktif. Pada umumnya silika bisa bersifat hidrofobik ataupun hidrofilik sesuai dengan struktur dan morfologinya. (Bagus dan Budi, 2006 (Anonim)).

#### 2.4.4 Sifat Fisika dan Kimia Silika Presipitasi

Sifat Fisika :

Bentuk	: <i>powder</i>
Warna	: putih
<i>Solubility in water</i>	: 0,012 g/100ml
Kandungan silika	: ± 99 %
<i>Density</i>	: 2,634 g/cm <sup>3</sup>
<i>Surface area</i>	: 5-100 m <sup>2</sup> /g
<i>Spesific gravity</i>	: 2

Sifat Kimia :

Silika presipitasi memiliki dua gugus fungsi yang berbeda pada permukaannya, yaitu gugus (Si-OH) dan gugus siloxane (Si-O-Si). Kedua gugus fungsi ini mempengaruhi properti pada permukaan sekaligus aplikasi dari silika presipitasi itu sendiri. Suatu permukaan dengan 5-6 gugus silanol per nm<sup>2</sup>, menghasilkan silika presipitasi yang hidrofilik. Sedangkan gugus siloksan bersifat inert secara kimiawi dan kereaktifannya menghasilkan silika presipitasi dengan permukaan yang beragam. Sehingga reaksinya dengan organosilanes atau silikon membuatnya bersifat hidrofobik. Kandungan-kandungan dalam silika presipitasi dapat dianalisa dengan berbagai metode. Kandungan silika dapat diketahui secara gravimetri menggunakan *hydrofluoric acid*, analisa zat pengotor berupa logam dapat dilakukan dengan AAS, sedangkan kandungan sulfat dapat diperoleh dengan titrasi potensiometri (Anonim).

#### 2.5 Ekstraksi

Ekstraksi adalah proses pemisahan suatu zat dari campurannya dengan menggunakan pelarut. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak substansi yang diinginkan tanpa melarutkan material lainnya. Secara garis besar, proses pemisahan secara ekstraksi terdiri dari tiga langkah dasar yaitu :

1. Penambahan sejumlah massa pelarut untuk dikontakkan dengan sampel, biasanya melalui proses difusi.

2. Zat terlarut akan terpisah dari sampel dan larut oleh pelarut membentuk fase ekstrak.

3. Pemisahan fase ekstrak dengan sampel

(Wilson, et al., 2000).

Pemisahan zat-zat terlarut antara dua cairan yang tidak saling mencampur antara lain menggunakan alat corong pisah. Ada suatu jenis pemisahan lainnya dimana pada satu fase dapat berulang-ulang dikontakkan dengan fase yang lain, misalnya ekstraksi berulang-ulang suatu larutan dalam pelarut air dan pelarut organik, dalam hal ini digunakan suatu alat yaitu ekstraktor sokhlet. Metode sokhlet merupakan metode ekstraksi dari padatan dengan pelarut cair secara *kontinue*. Alatnya dinamakan sokhlet (ekstraktor sokhlet) yang digunakan untuk ekstraksi *kontinue* dari sejumlah kecil bahan. Istilah-istilah berikut ini umumnya digunakan dalam teknik ekstraksi:

1. Bahan ekstraksi : Campuran bahan yang akan diekstraksi
2. Ekstraktan (cairan penarik) : Pelarut yang digunakan untuk mengekstraksi
3. Pelarut (media ekstraksi) : Cairan yang digunakan untuk melangsungkan ekstraksi
4. Ekstrak : Bahan yang dipisahkan dari bahan ekstraksi
5. Larutan ekstrak : Pelarut setelah proses pengambilan ekstrak
6. Rafinat (residu ekstraksi) : Bahan ekstraksi setelah diambil ekstraknya
7. Ekstraktor : Alat ekstraksi

(Indra Wibawa, 2012).

### **2.5.1 Ekstraksi Cair-Cair**

Pada ekstraksi cair-cair, satu komponen bahan atau lebih dari suatu campuran dipisahkan dengan bantuan pelarut. Ekstraksi cair-cair terutama digunakan apabila pemisahan campuran dengan cara destilasi tidak mungkin dilakukan (misalnya karena pembentukan azeotrop atau karena kepekaannya terhadap panas) atau tidak ekonomis. Ekstraksi cair-cair selalu terdiri dari sedikitnya dua tahap, yaitu

pencampuran secara intensif bahan ekstraksi dengan pelarut dan pemisahan kedua fase cair itu sesempurna mungkin. Pada ekstraksi cair-cair, zat terlarut dipisahkan dari cairan pembawa (diluen) menggunakan pelarut cair. Campuran cairan pembawa dan pelarut ini adalah heterogen, jika dipisahkan terdapat 2 fase yaitu fase diluen (rafinat) dan fase pelarut (ekstrak). Perbedaan konsentrasi zat terlarut di dalam suatu fasa dengan konsentrasi pada keadaan setimbang merupakan pendorong terjadinya pelarutan (pelepasan) zat terlarut dari larutan yang ada. Gaya dorong (*driving force*) yang menyebabkan terjadinya proses ekstraksi dapat ditentukan dengan mengukur jarak sistem dari kondisi setimbang (Indra Wibawa, 2012).

Fase rafinat = fase residu, berisi cairan pembawa dan sisa zat terlarut.

Fase ekstrak = fase yang berisi zat terlarut dan pelarut.

Untuk mencapai proses ekstraksi cair-cair yang baik, pelarut yang digunakan memenuhi kriteria sebagai berikut :

- a. kemampuan tinggi melarutkan komponen zat terlarut di dalam campuran
- b. kemampuan tinggi untuk diambil kembali
- c. perbedaan berat jenis antara ekstrak dan rafinat lebih besar
- d. pelarut dan larutan yang akan diekstraksi harus tidak mudah campur
- e. tidak mudah bereaksi dengan zat yang akan diekstraksi
- f. tidak merusak alat secara korosi
- g. tidak mudah terbakar, tidak beracun dan harganya relatif murah

(Martunus & Helwani, 2004;2005).

### **2.5.2 Ekstraksi Padat-Cair**

Pada ekstraksi padat-cair, komponen yang dapat larut dipisahkan dari bahan padat dengan bantuan pelarut (ekstraktan). Pada ekstraksi ini, ketika bahan ekstraksi dicampur dengan pelarut maka pelarut akan bereaksi dengan bahan padat dan membentuk larutan ekstrak. Larutan ekstrak dengan konsentrasi yang tinggi terbentuk di bagian dalam bahan ekstraksi. Dengan cara difusi akan terjadi kesetimbangan konsentrasi antara larutan tersebut dengan larutan di luar bahan padat. Syarat yang

harus dipenuhi untuk mencapai kecepatan ekstraksi yang tinggi pada ekstraksi padat-cair adalah sebagai berikut:

- a. Karena perpindahan massa berlangsung pada bidang kontak antara fase padat dan fase cair, maka bahan itu perlu memiliki permukaan yang seluas mungkin.
- b. Kecepatan alir pelarut sedapat mungkin besar dibandingkan dengan laju alir bahan ekstraksi
- c. Suhu yang lebih tinggi (viskositas pelarut lebih rendah, kelarutan ekstrak lebih besar) pada umumnya menguntungkan kecepatan ekstraksi.

Ekstraksi padat-cair merupakan suatu proses yang melibatkan perpindahan massa antar fasa. Perbedaan aktivitas kimia antara fasa padatan dan fasa pelarut mencerminkan seberapa jauh sistem berada dari kesetimbangan, sehingga akan menentukan pula laju zat terlarut antar fasa. Proses ini merupakan proses yang bersifat fisik karena komponen terlarut kemudian dikembalikan lagi ke keadaan semula tanpa mengalami perubahan kimiawi (Lucas, 1949).

Dalam proses ekstraksi padat-cair diperlukan kontak yang sangat lama antara pelarut dan padatan. Proses ini paling banyak ditemui di dalam usaha untuk mengisolasi suatu substansi yang terkandung di dalam suatu bahan alam sehingga yang berperan penting dalam menentukan sempurnanya proses ekstraksi ini adalah sifat-sifat bahan alam tersebut dan juga bahan yang akan diekstraksi. Tingkat ekstraksi bahan ditentukan oleh ukuran partikel bahan tersebut. Bahan yang diekstrak sebaiknya berukuran seragam untuk mempermudah kontak antara bahan dan pelarut sehingga ekstraksi berlangsung dengan baik (Sudarmadji & Suhardi 1996).

Faktor-faktor yang berpengaruh dalam proses ekstraksi antara lain :

- a. Jenis pelarut

Jenis pelarut mempengaruhi senyawa yang tersari, jumlah zat terlarut yang terekstrak dan kecepatan ekstraksi.

- b. Suhu

Secara umum, kenaikan suhu akan meningkatkan jumlah zat terlarut ke dalam pelarut.

c. Rasio pelarut dan bahan baku

Jika rasio pelarut-bahan baku besar maka akan memperbesar pula jumlah senyawa yang terlarut. Akibatnya laju ekstraksi akan semakin meningkat.

d. Ukuran partikel

Laju ekstraksi juga meningkat apabila ukuran partikel bahan baku semakin kecil. Dalam arti lain, rendemen ekstrak akan semakin besar bila ukuran partikel semakin kecil.

e. Pengadukan

Fungsi pengadukan adalah untuk mempercepat terjadinya reaksi antara pelarut dengan zat terlarut.

f. Lama waktu

Lamanya waktu ekstraksi akan menghasilkan ekstrak yang lebih banyak, karena kontak antara zat terlarut dengan pelarut lebih lama.

(Ubay, 2011).

## 2.6 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi Inframerah merupakan metode yang digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik. Prinsip dasar spektroskopi inframerah yaitu interaksi antara vibrasi atom-atom yang berikatan/gugus fungsi dalam molekul yang dengan mengadsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Absorpsi terhadap radiasi inframerah dapat menyebabkan eksitasi energi vibrasi molekul ke tingkat energi vibrasi yang lebih tinggi. Untuk dapat mengabsorpsi, molekul harus mempunyai perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Daerah radiasi spektroskopi inframerah berkisar pada bilangan gelombang  $12800-10\text{ cm}^{-1}$ . Umumnya daerah radiasi inframerah terbagi dalam daerah inframerah dekat ( $12800-4000\text{ cm}^{-1}$ ), daerah inframerah tengah ( $4000-200\text{ cm}^{-1}$ ), daerah inframerah jauh ( $200-10\text{ cm}^{-1}$ ). Daerah yang paling banyak digunakan untuk berbagai keperluan adalah  $4000-690\text{ cm}^{-1}$ , daerah ini biasa disebut sebagai daerah inframerah tengah (Khopkar, 2008).

### 2.6.1 Vibrasi Molekul

Posisi relatif atom dalam molekul tidak pasti, tetapi berubah-ubah terus-menerus karena bervibrasi. Untuk molekul dwi-atom atau tri-atom, vibrasi dapat dianggap dan dihubungkan dengan energi absorpsi, tetapi untuk molekul poliatom vibrasi tidak dapat dengan mudah diperkirakan karena banyaknya pusat vibrasi yang berinteraksi. Umumnya vibrasi ini diklasifikasikan sebagai vibrasi ulur dan vibrasi tekuk. Vibrasi ulur menyangkut konstanta vibrasi antara dua atom sepanjang sumbu ikatan, sedangkan vibrasi tekuk karena berubahnya sudut antara dua ikatan dan ada empat tipe yaitu *scissoring*, *rocking*, *wagging* dan *twisting* (Khopkar, 2008).

### 2.6.2 Bentuk-bentuk Vibrasi

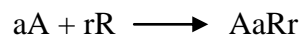
Bentuk-bentuk vibrasi dari molekul dwiatom atau triatom mudah untuk dihitung, tetapi untuk molekul-molekul poliatom perhitungannya lebih sulit. Tiga derajat kebebasan diasumsikan untuk N-posisi yang tetap dengan tiga koordinat yaitu  $3N$  yang masing-masing sesuai dengan satu derajat kebebasan. Jadi untuk molekul dengan N atom akan mempunyai  $(3N)$  derajat kebebasan. Ditinjau dari gerakan molekul dalam ruang, molekul berotasi mengelilingi titik beratnya, atom-atomnya mempunyai gerakan sendiri-sendiri. Semua vibrasi dapat diuraikan ke dalam bentuk normal dengan sifat-sifat dalam ruang dan frekuensi vibrasinya sendiri-sendiri. Tiga dari derajat kebebasan ini termasuk gerakan transisi dari molekul sepanjang sumbu saling tegak lurus dalam ruang. Kemudian ada tiga derajat kebebasan yang berhubungan dengan rotasi molekul di sekitar ketiga sumbu. Jadi ada  $(3N-6)$  derajat kebebasan untuk gerakan vibrasi.  $(3N-6)$  derajat kebebasan yang sisa menunjukkan bentuk normal dari vibrasi molekul, jadi molekul akan memiliki  $(3N-6)$  vibrasi bebas. Sebuah molekul linear berotasi dalam dua dimensi, sehingga akan mempunyai  $(3N-5)$  bentuk normal. Jika energi vibrasi yang menyebabkan puncak absorpsi diubah oleh vibrasi lain dalam molekul, maka terjadi kopling vibrasi. Kopling yang kuat antara vibrasi ulur terjadi bila satu atom dapat melakukan dua vibrasi. Ikatan yang sejenis di antara gugus-gugus yang bervibrasi diperlukan agar terjadi interaksi di antara vibrasi

tekuk. Jika salah satu sisi dari sudut yang mengalami vibrasi tekuk mengalami vibrasi ulur, maka terjadilah kopling di antara keduanya (Khopkar, 2008).

## 2.7 Gravimetri

Analisis gravimetri merupakan metode analisis kuantitatif berdasarkan bobot yaitu proses isolasi serta penimbangan suatu unsur atau suatu senyawaan tertentu dari unsur tersebut dalam bentuk yang semurni mungkin. Sebagian besar penetapan-penetapan pada analisis gravimetri menyangkut perubahan unsur atau radikal yang akan ditetapkan menjadi sebuah senyawaan yang murni dan stabil yang dapat dengan mudah diubah menjadi satu bentuk yang sesuai untuk ditimbang. (Vogel, 1994).

Suatu metode gravimetri untuk analisis biasanya didasarkan pada suatu reaksi kimia seperti :



dimana a adalah molekul analit A, bereaksi dengan r molekul R. Produknya AaRr, biasanya berupa zat yang sangat sedikit dapat larut, yang dapat ditimbang dalam keadaan demikian setelah pengeringan atau yang dapat dipanggang menjadi senyawa lain yang susunannya diketahui kemudian ditimbang. Biasanya reagensia berlebih R ditambahkan untuk menekan kelarutan endapan (Underwood, 1986).

Pengendapan merupakan hal yang paling penting pada analisis gravimetri. Bahan yang akan ditetapkan diendapkan dari dalam suatu larutan dalam bentuk yang sedikit dapat-larut, sehingga tak terjadi kehilangan yang berarti bila endapan dipisahkan dengan menyaringnya dan ditimbang. Faktor-faktor yang menentukan keberhasilan proses pengendapan adalah :

1. Endapan harus sukar larut, sehingga tak akan terjadi kehilangan yang berarti bila endapan dikumpulkan dengan menyaringnya. Dalam praktek, hal ini berarti bahwa jumlah zat itu yang tetap tertinggal dalam larutan, tidak melampaui jumlah minimum yang terdeteksi oleh neraca analitik.
2. Endapan harus mudah dipisahkan dari larutan dengan penyaringan, dan dapat dicuci sampai bebas dari zat pengotor yang larut.



3. Endapan harus dapat diubah menjadi suatu zat yang murni dengan komposisi kimia yang tertentu, ini dapat dicapai dengan pemijaran.

Kemurnian endapan bergantung antara lain pada zat-zat yang ada dalam larutan baik sebelum maupun setelah penambahan reagensia, dan juga pada kondisi eksperimen pengendapan yang tepat (Vogel, 1994).

Dalam prosedur gravimetri yang lazim, suatu endapan ditimbang dan dari nilai ini bobot analit dalam sampel dihitung. Maka presentase analit A adalah :

$$\% A = \frac{\text{Bobot A}}{\text{Bobot sampel}} \times 100$$

Untuk menghitung bobot analit dari bobot endapan sering digunakan faktor gravimetri. Faktor ini didefinisikan sebagai berapa gram analit dalam 1 g (atau ekuivalennya 1 g) endapan.

$$\text{Faktor gravimetri} = \frac{\text{Mol analit dalam endapan} \times \text{BM analit}}{\text{BM endapan}}$$

Perkalian bobot endapan (P) dengan faktor gravimetri memberikan banyaknya analit dalam gram dalam sampel.

$$\text{Bobot A} = \text{bobot P} \times \text{faktor gravimetri}$$

maka

$$\% A = \frac{\text{bobot P} \times \text{faktor gravimetri}}{\text{bobot sampel}} \times 100$$

(Underwood, 1986).

### **2.7.1 Keadaan Lewat Jenuh dalam Pembentukan Endapan**

Kelarutan suatu zat pada suatu suhu tertentu dalam suatu pelarut tertentu adalah banyaknya zat yang dilarutkan oleh sejumlah pelarut yang diketahui bobotnya, ketika zat itu berada dalam keadaan setimbang dengan pelarut. Suatu larutan lewat jenuh adalah larutan yang mengandung konsentrasi zat terlarut lebih besar daripada konsentrasi yang sesuai dengan kelarutan kesetimbangan pada suhu bersangkutan.

Keadaan awal lewat jenuh adalah suatu keadaan yang tak stabil yang dapat dibawa ke keadaan kesetimbangan yang stabil dengan penambahan sebutir kristal dari zat terlarut atau beberapa zat lain, atau dengan cara-cara mekanis seperti mengocok atau mengaduk. Menurut Von Weimarn, keadaan lewat jenuh berperan penting dalam penentuan ukuran partikel suatu endapan. Kecepatan awal pengendapan adalah sebanding dengan  $(Q-S)/S$  dimana  $Q$  adalah konsentrasi total zat yang akan diendapkan dan  $S$  adalah kelarutan kesetimbangan, jadi  $(Q-S)$  menunjukkan keadaan lewat jenuh. Prosedur-prosedur dalam analisis gravimetri :

1. Pengendapan biasanya dilakukan dalam larutan panas, karena kelarutan umumnya bertambah dengan kenaikan suhu.
2. Pengendapan dilakukan dalam larutan encer, dan reagensia ditambahkan perlahan lahan dan sambil diaduk dengan seksama. Penambahan dengan perlahan lahan mengakibatkan partikel-partikel akan mengendap.
3. Suatu reagensia yang sesuai sering ditambahkan untuk memperbesar kelarutan endapan sehingga menimbulkan partikel endapan primer yang lebih besar.
4. Suatu prosedur yang umum digunakan untuk mencegah terjadinya keadaan lewat jenuh adalah dengan pengendapan dari kelarutan yang homogen. Ini dicapai dengan membentuk zat pengendap di dalam larutan itu sendiri, melalui suatu reaksi homogen dengan laju yang serupa dengan yang diperlukan untuk pengendapan tersebut.

(Vogel, 1994).

### **2.7.2 Kemurnian Endapan**

Kontaminasi endapan oleh zat-zat yang secara normal larut dalam cairan induk dinamakan kopresipitasi. Jenis kopresipitasi yang penting adalah yang berkaitan dengan adsorpsi pada permukaan partikel yang terkena larutan, dan yang sehubungan dengan oklusi zat asing sewaktu proses pertumbuhan kristal dari partikel-partikel primer. Mengenai adsorpsi permukaan, umumnya akan paling besar pada endapan mirip gelatin dan paling sedikit pada endapan dengan sifat makro-kristalin

yang menonjol. Endapan dengan kisi-kisi ionik nampak mengikuti aturan adsorpsi Paneth-Fajans-Hahn, yang menyatakan bahwa ion yang paling kuat diadsorpsi oleh suatu bahan (kisi kristal) ionik adalah ion yang membentuk garam yang paling sedikit larut. Jenis kopresipitasi yang kedua terjadi sewaktu endapan dibangun dari partikel-partikel primernya. Partikel primer ini akan mengalami adsorpsi permukaan sampai tingkat tertentu, dan sewaktu partikel-partikel ini saling bergabung, zat pengotor itu akan hilang sebagian jika terbentuk kristal-kristal tunggal yang besar dan prosesnya berlangsung lambat (Vogel, 1994).

a. Endapan Kristalin

Endapan kristalin kadang-kadang mengadsorpsi ketidakmurnian ketika partikel-partikelnya masih kecil. Ketika partikel itu tumbuh, pengotor tersebut akan berada dalam kristal. Beberapa hal yang dapat dilakukan untuk meminimalkan kopresipitasi bersama endapan kristalin diantaranya ketika terdapat suatu ion yang mudah berkopresipitasi maka banyaknya kopresipitasi dapat dikurangi dengan metode penambahan kedua reagensia tersebut. Jika diketahui bahwa sampel atau pengendap lainnya mengandung suatu ion pengotor maka larutan yang mengandung ion ini dapat ditambahkan ke larutan yang lain. Dengan cara ini kontaminan (pengotor) dapat dijaga agar minimum pada tahap-tahap awal presipitasi (Underwood, 1986).

b. Endapan Mirip Gelatin

Partikel-partikel primer dari suatu endapan gelatin jauh lebih banyak jumlahnya dan jauh lebih kecil dimensinya daripada partikel endapan kristalin. Luas permukaan yang tersingkap pada larutan oleh endapan tersebut teradsorpsi dalam jumlah yang besar sehingga menyebabkan endapan tersebut mirip gelatin (Underwood, 1986).

## **BAB 3. METODE PENELITIAN**

### **3.1 Tempat dan Waktu Penelitian**

Pelaksanaan penelitian akan dilaksanakan di Laboratorium Kimia Fisik dan Kimia Dasar Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Penelitian dilakukan mulai tanggal 1 Oktober 2012 sampai dengan tanggal 31 Januari 2013.

### **3.2 Alat dan Bahan**

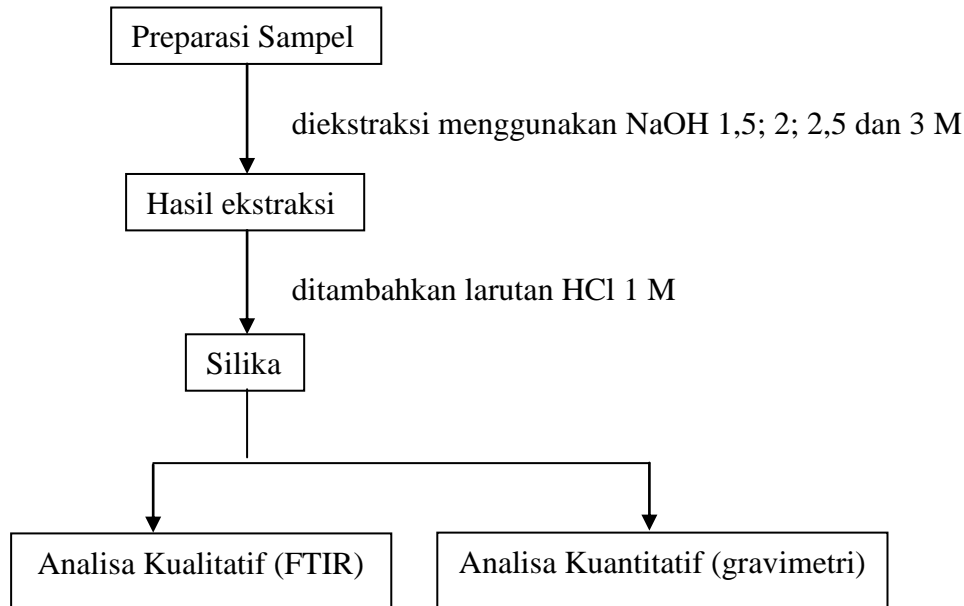
#### **3.2.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Beaker Glass* 250 mL, Kertas saring *Whatman* no.41, pH meter, *Hot Plate* HP-3000, Stirer, Oven *MMM Medcenter*, *Furnace*, Gelas ukur, Desikator, Mortar, batang penumbuk, Neraca Analitik *Ohaus*, Pipet tetes, Pengaduk, kaca arloji, labu ukur 100 ml; 250 ml; 1L, cawan platina.

#### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah fly ash dari PLTU Paiton- Probolinggo, kristal NaOH, Akuades, HCl Merck 1 M, HNO<sub>3</sub> Merck p.a, HClO<sub>4</sub> Merck p.a, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Merck p.a, HF Merck p.a.

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Pembuatan Berbagai Larutan

a. Pembuatan larutan NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M

Pembuatan larutan NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M dilakukan dengan cara melarutkan 60, 80, 100 dan 120 gram NaOH ke dalam labu ukur 1 L sampai tanda batas.

b. Pembuatan larutan HCl 1 M

Pembuatan larutan HCl 1 M dilakukan dengan cara mengencerkan 83 mL HCl 37% (12 M) dengan akuades ke dalam labu ukur 1 L sampai tanda batas.

#### 3.4.2 Preparasi Sampel

Sebanyak 50 gram sampel (*fly ash*) yang diambil dari PLTU Paiton-Probolinggo direndam dalam air panas selama 2 jam untuk mengekstrak bahan organik larut air sehingga tidak menjadi pengotor dalam proses ekstraksi silika.

### 3.4.3 Ekstraksi Silika dengan Metode Presipitasi

Sebanyak 25 gram sampel direndam dalam larutan 100 mL NaOH dengan konsentrasi yang bervariasi yaitu 1,5; 2; 2,5 dan 3 M. Sampel kemudian dipanaskan hingga mendidih yang disertai pengadukan dengan kecepatan 150 rpm dan dibiarkan hingga waktu tertentu (variasi waktu). Selanjutnya sampel disaring dan filtrat yang mengandung silika terlarut ditampung. Untuk mengendapkan silika, ke dalam filtrat ditambahkan larutan HCl 1 M secara bertahap hingga pembentukan endapan silika berhenti (rentang pH 6,5-7). Setelah itu endapan dipisahkan dan dicuci dengan akuades panas untuk menghilangkan kelebihan asam. Silika yang diperoleh dari perlakuan ini selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110<sup>o</sup> C selama 6 jam untuk menghilangkan air. Proses ekstraksi dilakukan dengan variasi waktu yaitu 60, 90 dan 120 menit (Pandiangan, dkk. 2008). Proses ini dilakukan secara duplo untuk hasil ekstraksi yang optimum, dan akan dirancang sesuai dengan tabel 3.1 di bawah ini :

Tabel 3.1 Rancangan (*design*) Penelitian

Konsentrasi NaOH (M)	Waktu (menit)		
	60	90	120
1,5			
2			
2,5			
3			

### 3.4.4 Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi

#### a. Analisa Kualitatif menggunakan FTIR

Silika yang dihasilkan pada proses ekstraksi selanjutnya dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang terdapat pada endapan silika hasil ekstraksi.

### b. Analisa Kuantitatif dengan Gravimetri

Sebanyak 0,5 g sampel yang telah dipanaskan pada suhu 105°C-110°C dimasukkan ke dalam beaker gelas 100 mL dan dilarutkan dengan 10 mL akuades, kemudian ditambahkan 10 mL HNO<sub>3</sub> p.a dan 20 mL HClO<sub>4</sub> p.a. Selanjutnya dipanaskan di atas penangas sampai keluar uap putih, setelah itu beaker gelas ditutup dengan kaca arloji dan dipanaskan kembali selama 15 menit. Setelah dingin, larutan ditambah dengan 50 mL akuades, kemudian dipanaskan dan dididihkan sampai garam-garam yang terbentuk larut. Selanjutnya larutan disaring dengan kertas saring *Whatman* no.41. Kertas saring dan residu dicuci dengan air panas sebanyak 15 kali. Kemudian residu dan kertas saring dimasukkan ke dalam cawan platina, setelah itu dipanaskan dan dibakar di atas nyala gas sampai terbentuk abu kemudian dipijarkan pada *furnace* dengan suhu 1000°C selama 30 menit. Setelah itu didinginkan dalam desikator vakum 20 menit kemudian timbang (A gram). Selanjutnya residu dalam platina dilarutkan dengan sedikit air, ditambahkan 1-2 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan 5 mL HF, diuapkan sampai kering di atas plat pemanas dan dipijarkan pada *furnace* dengan suhu 1000°C selama 2 menit. Kemudian didinginkan dalam desikator vakum 20 menit dan hasilnya ditimbang (B gram) (SNI 7574:2010).

$$(i) \text{ SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} = \frac{(A-B) \times C}{D}$$

$$(ii) \text{ Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} = \frac{(i) \times 100}{C}$$

A = bobot cawan + residu (gram)

B = bobot cawan + residu setelah proses HF (gram)

C = silika hasil ekstraksi (gram)

D = bobot sampel (0,5 gram)

## **BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN**

*Fly Ash* yang dijadikan sampel pada penelitian ini berasal dari PLTU Paiton-Probolinggo. *Fly Ash* merupakan limbah berupa abu yang dihasilkan dari sisa pembakaran batubara. Komponen utama yang terdapat pada *fly ash* adalah silika yang dalam penelitian ini akan diekstrak dengan metode presipitasi dan dihitung kadarnya menggunakan metode gravimetri.

### **4.1 Proses Ekstraksi**

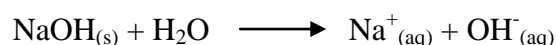
Ekstraksi merupakan proses pemisahan campuran dengan menggunakan bantuan pelarut (Vogel, 1985). Jenis ekstraksi yang digunakan dalam penelitian ini adalah ekstraksi padat-cair. Ekstraksi padat-cair merupakan suatu proses yang melibatkan perpindahan massa antar fasa, dalam hal ini yang bertindak sebagai fasa padat adalah *fly ash* dan NaOH sebagai ekstraktan. Pada ekstraksi padat-cair, ketika bahan ekstraksi dicampur dengan ekstraktan maka ekstraktan akan bereaksi dengan bahan padat membentuk ekstrak. Dalam proses ekstraksi padat-cair diperlukan kontak yang sangat lama antara ekstraktan dan padatan. Berdasarkan data analisa yang diperoleh dari PJB Paiton (2002), banyaknya silika yang terkandung pada *fly ash* adalah sebanyak 30,25 % - 36,83 %.

Perlakuan awal yang dilakukan dalam penelitian ini adalah adalah preparasi sampel, yaitu sebanyak 50 gram *fly ash* direndam dalam air panas selama 2 jam untuk mengekstrak bahan organik larut air yaitu karbon sehingga tidak menjadi pengotor dalam proses ekstraksi silika. Penggunaan air panas dimaksudkan untuk mempercepat terekstraknya karbon karena suhu adalah salah satu faktor yang berpengaruh dalam proses ekstraksi, yaitu semakin tinggi suhu maka semakin banyak karbon yang akan terekstrak. *Fly Ash* yang telah terbebas dari semua bahan organik larut air selanjutnya dikeringkan dalam oven dengan suhu 100°C selama 24 jam. Pengeringan dilakukan



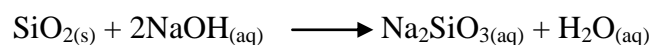
sampai berat *fly ash* konstan, kemudian didinginkan pada suhu kamar untuk mencapai kestabilan. Langkah selanjutnya, *fly ash* dihaluskan kembali dan siap digunakan untuk ekstraksi silika.

Proses ekstraksi silika dari limbah padat (*fly ash*) dalam penelitian ini dilakukan dengan berbagai variasi, yaitu konsentrasi ekstraktan (NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M) dan waktu ekstraksi (60, 90 dan 120 menit). NaOH merupakan senyawa yang bersifat basa yaitu bila dilarutkan dalam air akan memisahkan dan melepaskan ion OH<sup>-</sup> seperti reaksi :

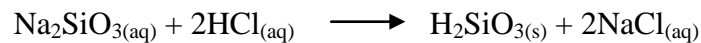


Pelarut NaOH dipilih dengan alasan bahwa silika dapat bereaksi dengan basa, terutama dengan basa kuat, seperti hidroksida alkali. Secara komersial, silika dibuat dengan mencampur larutan natrium silikat dengan suatu asam mineral (Vogel,1985:374).

Langkah awal yang dilakukan pada penelitian ini adalah 25 gram *fly ash* direndam dalam 100 mL larutan NaOH 1,5 M (variasi konsentrasi) yang kemudian dipanaskan hingga mendidih disertai pengadukan selama 60 menit (variasi waktu). Pemanasan dilakukan untuk mempercepat laju ekstraksi, karena kenaikan suhu akan meningkatkan jumlah silika yang larut ke dalam ekstraktan. Pada silika (SiO<sub>2</sub>), elektronegativitas atom O yang tinggi menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk intermediet [SiO<sub>2</sub>OH]<sup>-</sup> yang tidak stabil, di sini akan terjadi dehidrogenasi dan ion hidroksil yang kedua akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air. Dua ion Na<sup>+</sup> akan menyeimbangkan muatan negatif yang terbentuk dan berinteraksi dengan ion SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup> sehingga terbentuk natrium silikat (Mujiyanti, *et al.*, 2010). Pengadukan dilakukan menggunakan *stirer magnetik* pada kecepatan 150 rpm. Secara umum pengadukan bertujuan untuk mendistribusikan suhu agar merata dan mempercepat kontak antara pelarut dan zat terlarut. Pada proses ekstraksi, pengadukan bertujuan untuk mengurangi pengendapan (Kurniati, 2009). Reaksi yang terjadi :



Proses selanjutnya yaitu larutan disaring untuk memisahkan antara filtrat dan residunya. Filtrat yang diperoleh dari proses ini kemudian ditambahkan HCl 1 M sampai terbentuk endapan (rentang pH 6,5-7). Penambahan HCl ke dalam larutan natrium silikat menyebabkan terjadinya pertukaran ion  $\text{Na}^+$  dengan  $\text{H}^+$  menghasilkan suatu padatan berbentuk gel yang akhirnya memisahkan partikel dari silika yang terikat dengan molekul air yaitu silika hidrosol atau asam silikat ( $\text{H}_2\text{SiO}_3$ ). Reaksi yang terjadi :



Endapan yang dihasilkan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* no.41. Proses penyaringan menggunakan kertas saring *Whatman* no.41 dengan alasan bahwa kertas saring ini mempunyai ukuran pori yang lebih rapat dibandingkan dengan kertas saring yang biasa digunakan untuk praktikum, sehingga adanya endapan yang lolos pada proses penyaringan dapat diminimalisir. Langkah selanjutnya endapan dikeringkan dalam oven pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 6 jam dan dicuci dengan akuades panas untuk menghilangkan kelebihan asam. Pemanasan pada suhu  $110^\circ\text{C}$  mengakibatkan dehidrasi silika hidrosol sehingga terbentuk silika gel ( $\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) yang kemudian dihaluskan untuk mendapatkan bubuk silika (Lubis, 2009). Silika yang dihasilkan pada proses ini merupakan silika kasar (belum murni). Reaksi yang terjadi :



Prosedur tersebut dilakukan kembali pada *fly ash* dengan konsentrasi NaOH 2; 2,5 dan 3 M menggunakan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit. Penambahan HCl ke dalam larutan natrium silikat untuk membentuk asam silikat dihentikan pada rentang pH 6,5-7. Hal ini dilakukan karena pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh U. Kalapathy, *et al* (2002) menggunakan pelarut NaOH dengan asam klorida, asam sitrat, dan asam oksalat sebagai pengasamnya serta yang dilakukan Kamisah D Pandiangan, *et al* (2008) menggunakan pelarut KOH dengan asam nitrat sebagai pengasamnya, mereka menyatakan bahwa konsentrasi optimum yang digunakan untuk mendapatkan endapan adalah pada pH 7. Endapan yang diperoleh

pada pH kurang dari 7 semakin sedikit, hal ini terjadi karena pada kondisi pH tersebut endapan yang telah terbentuk larut kembali. Sedangkan endapan yang diperoleh pada pH lebih dari 7 juga sedikit, karena pada kondisi pH tersebut larutan HCl yang digunakan untuk bereaksi dengan natrium klorida hanya sedikit sehingga pertukaran antara ion  $\text{Na}^+$  dan  $\text{H}^+$  yang terjadi juga sedikit. Pernyataan tersebut dibuktikan dengan data endapan silika kasar yang diperoleh dari hasil penelitian berdasarkan variasi konsentrasi NaOH (1,5; 2; 2,5 dan 3 M) dan variasi waktu (60, 90 dan 120 menit) pada pengulangan 1 dan 2 yang disajikan dalam tabel 4.1 dan 4.2 :

Tabel 4.1 Massa endapan silika kasar (gram) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu pada pengulangan 1

Konsentrasi NaOH (M)	Waktu (menit)/ pH					
	60	pH	90	pH	120	pH
1,5	0,4995 g	6,52	0,4978 g	6,50	0,5215 g	6,62
2	0,7243 g	6,70	0,7407 g	6,64	0,9002 g	6,54
2,5	1,2112 g	6,62	1,1473 g	6,65	1,3276 g	6,90
3	1,2203 g	6,57	1,2064 g	6,75	1,3294 g	7,00

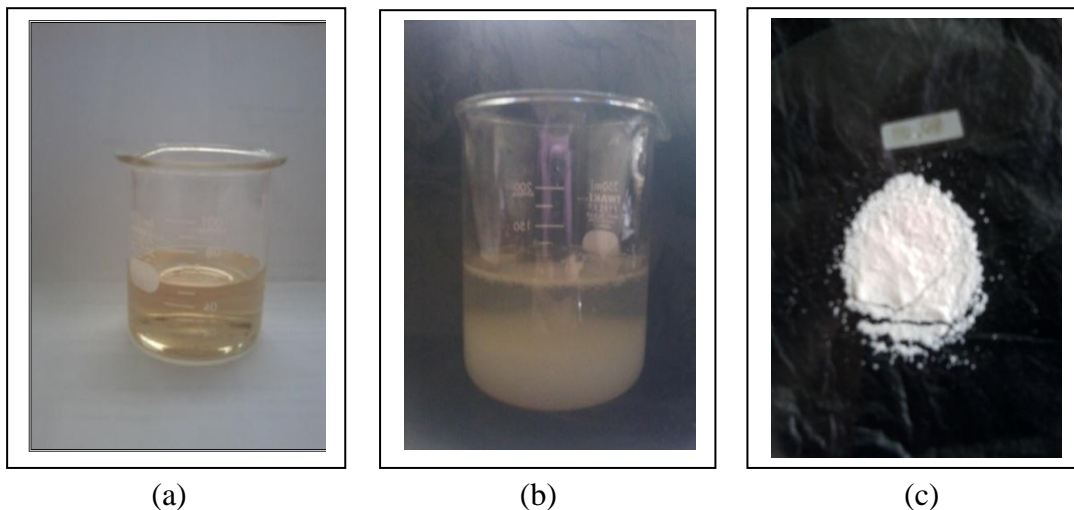
Tabel 4.2 Massa endapan silika kasar (gram) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu pada pengulangan 2

Konsentrasi NaOH (M)	Waktu (menit)/ pH					
	60	pH	90	pH	120	pH
1,5	0,5113 g	6,65	0,5177 g	6,53	0,5948 g	6,67
2	0,5859 g	6,50	0,7698 g	6,73	0,8107 g	6,50
2,5	1,0964 g	6,50	1,2036 g	6,82	1,1968 g	6,68
3	1,2185 g	6,51	1,3027 g	6,98	1,2268 g	6,82

Berdasarkan data pada tabel 4.1 dan 4.2 dapat dikatakan bahwa endapan silika kasar yang dihasilkan pada konsentrasi NaOH 3 M, waktu ekstraksi selama 90 menit dengan kondisi pH 6,75 (pengulangan 1) adalah sebesar 1,2064 gram, sedangkan endapan silika kasar yang dihasilkan pada konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi

yang sama dengan kondisi pH yang berbeda yaitu 6,98 (pengulangan 2) adalah sebesar 1,3027 gram. Endapan silika kasar yang dihasilkan pada konsentrasi NaOH 3 M, waktu ekstraksi selama 120 menit dengan kondisi pH 7,00 (pengulangan 1) adalah sebesar 1,3294 gram, sedangkan endapan silika kasar yang dihasilkan pada konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi yang sama dengan kondisi pH yang berbeda yaitu 6,82 (pengulangan 2) adalah sebesar 1,2268 gram. Berdasarkan kedua contoh tersebut dapat disimpulkan bahwa endapan silika kasar yang dihasilkan pada pengulangan 1 dan 2 dengan konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi yang sama mempunyai jumlah endapan silika kasar yang berbeda. Hal ini terjadi karena pengukuran yang dilakukan pada pengulangan 1 dan 2 tidak berhenti pada pH yang sama persis, melainkan berada pada rentang pH antara 6,5-7. Fakta tersebut membuktikan bahwa kondisi pH juga berpengaruh dalam proses pembentukan endapan silika kasar hasil ekstraksi, endapan paling banyak dihasilkan pada kondisi pH 7.

Endapan silika yang dihasilkan pada proses ini merupakan endapan silika yang masih banyak mengandung kopresipitasi. Berikut adalah gambar tahap pembentukan silika kasar hasil ekstraksi :

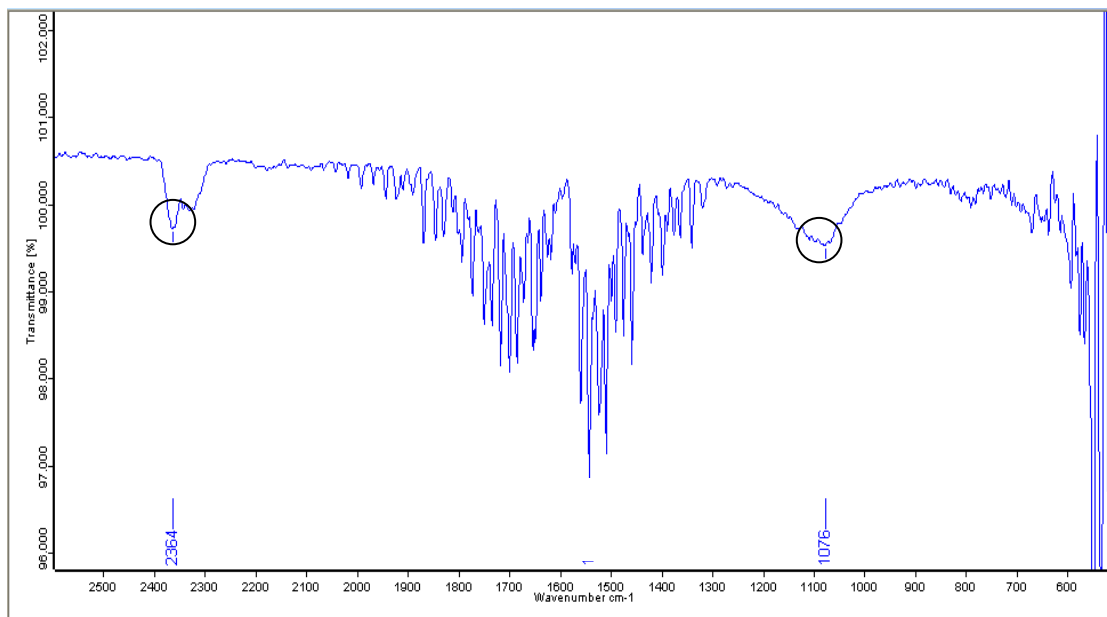


Gambar 4.1 Pembentukan silika dari *fly ash* yang diekstraksi dengan larutan NaOH (a) filtrat silika hasil ekstraksi, (b) endapan silika yang terbentuk setelah pengasaman, (c) endapan silika kasar yang telah dikeringkan

## 4.2 Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi

### 4.2.1 Analisis Silika Hasil Ekstraksi dengan FTIR

Silika yang diperoleh dari hasil ekstraksi *fly ash* dengan metode presipitasi selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui adanya gugus fungsi yang berkaitan dengan silika yang terdapat pada endapan silika hasil ekstraksi, dimana sumbu-x merupakan bilangan gelombang dan sumbu-y merupakan presentase transmittan (T). Spektrum yang dihasilkan dapat dilihat pada gambar 4.2 :



Gambar 4.2 Spektra FTIR dari silika hasil ekstraksi

Spektrum pada gambar 4.2 menghasilkan beberapa puncak yang menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi dalam sampel baik yang dimiliki oleh silika atau gugus fungsi dari pengotor yang tidak dapat dibersihkan seluruhnya. Puncak yang diyakini berkaitan dengan gugus fungsi pada silika yaitu pada bilangan gelombang  $1076\text{ cm}^{-1}$ , puncak ini menunjukkan vibrasi ulur asimetris Si-O dari siloksan Si-O-Si (Daifullah, *et al.*, 2003, Adam, *et al.*, 2006). Puncak kedua yang berkaitan adalah pada bilangan gelombang  $2364\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi tekuk Si-O siloksan (Astuti, *et al.*, 2012).

#### 4.2.2 Analisis Kadar Silika Hasil Ekstraksi dengan Gravimetri

Analisis secara kuantitatif menggunakan metode gravimetri diperlukan untuk mengetahui kadar silika yang terdapat pada *fly ash*. Metode gravimetri merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada pengukuran massa analit atau senyawa. Bagian terbesar dari penentuan secara analisis gravimetri meliputi transformasi unsur atau radikal ke senyawa murni stabil yang dapat segera diubah menjadi bentuk yang dapat ditimbang dengan teliti. Pemisahan unsur-unsur atau senyawa yang dikandung dilakukan dengan beberapa cara, dalam hal ini gravimetri dilakukan dengan cara penguapan. Prinsip metode gravimetri dengan cara penguapan yaitu analit diuapkan, ditimbang dan bagian yang hilang ditentukan.

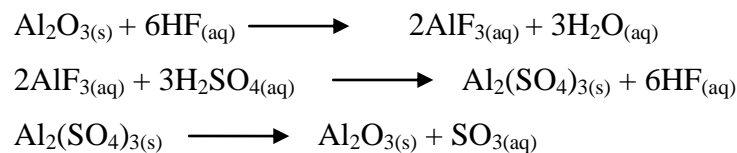
Langkah awal yang dilakukan pada penelitian ini adalah 0,5 gram sampel (endapan yang dihasilkan pada proses ekstraksi) dibasahkan dengan akuades kemudian ditambahkan  $\text{HNO}_3$  p.a dan  $\text{HClO}_4$  p.a. Selanjutnya larutan tersebut dipanaskan sampai keluar uap putih, uap tersebut merupakan oksida-oksida yang masih terjebak dalam proses pertumbuhan kristal silika. Penambahan kedua asam kuat tersebut diharapkan agar Si dapat terpisah dari Al dan kopresipitasi dapat diminimalisir. Proses ini menghasilkan endapan silika yang berbentuk kristal lebih besar dan larutan berwarna kekuningan yang mengandung pengotor yang terdapat pada endapan silika hasil ekstraksi.

Langkah selanjutnya setelah larutan yang dihasilkan didinginkan, larutan ditambah dengan akuades sebanyak 50 mL kemudian dipanaskan lagi sampai garam-garam yang terbentuk larut, setelah itu disaring menggunakan kertas saring *Whatman* no.41. Proses penyaringan menggunakan kertas saring *Whatman* no.41 dengan alasan bahwa kertas saring ini merupakan kertas saring bebas abu yang biasa digunakan untuk analisa kuantitatif secara gravimetri. Garam-garam tersebut merupakan pengotor yang telah larut dan bercampur dengan filtrat sehingga filtrat yang dihasilkan harus dibuang. Selanjutnya kertas saring dan residu diabukan dan dipijarkan ke dalam *furnace* pada suhu  $1000^\circ\text{C}$  selama 30 menit, kemudian didinginkan dalam desikator selama 20 menit untuk menghilangkan kandungan uap

air sehingga diperoleh berat endapan (A gram). Pemijaran berfungsi untuk mengoptimalkan pengendapan (merubah endapan ke dalam suatu senyawa kimia yaitu silika). Endapan yang diperoleh tersebut dilarutkan dengan HF dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, kemudian diuapkan sampai kering di atas plat pemanas dan dipijarkan ke dalam *furnace* pada suhu 1000°C selama 2 menit. Setelah itu dimasukkan dalam desikator selama 20 menit dan ditimbang untuk memperoleh berat endapan (B gram). Penambahan HF mengakibatkan silika berubah menjadi SiF<sub>4</sub> dan menguap (Bakri, *et al.*, 2008). Reaksi yang terjadi :



Sedangkan pengotor lain yang tersisa dalam endapan seperti alumina, akan berubah menjadi bentuk floridanya yang kemudian berubah kembali menjadi bentuk oksida setelah bereaksi dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada suhu 1000°C (Bakri, *et al.*, 2008). Reaksi yang terjadi:



Pereaksi asam hidrofluorida (HF) digunakan dalam hal ini dengan alasan bahwa silika relatif tidak reaktif terhadap asam kecuali terhadap HF (Vogel, 1985:376). Pengurangan jumlah endapan setelah ditambah HF merupakan kadar silika yang dihasilkan, dengan menggunakan persamaan :

$$(i) \text{ SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} = \frac{(A-B) \times C}{D}$$

dimana A = bobot cawan + residu (gram), B = bobot cawan + residu setelah proses HF (gram), dan C = silika hasil ekstraksi (gram), D = bobot sampel (0,5 gram). Kemudian hasil persamaan (i) dikonfersikan ke dalam persamaan (ii) yaitu :

$$(ii) \text{ Kadar SiO}_2 (\%) = \frac{(i) \times 100}{C}$$

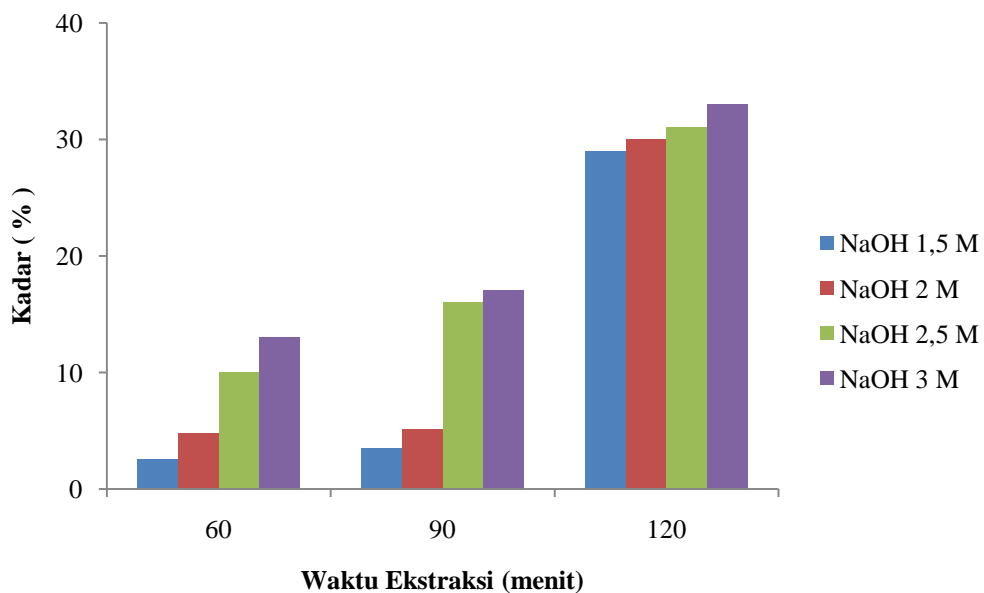
Dari hasil perhitungan tersebut diperoleh kadar silika dalam silika kasar hasil ekstraksi yang akan disajikan pada tabel 4.3 :

Tabel 4.3 Kadar silika dalam sampel hasil ekstraksi (%) dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu

<b>Konsentrasi NaOH (M)</b>	<b>Waktu (menit)</b>		
	<b>60</b>	<b>90</b>	<b>120</b>
<b>1,5</b>	2,5 %	3,5 %	29 %
<b>2</b>	4,8 %	5,1 %	30 %
<b>2,5</b>	10 %	16 %	31 %
<b>3</b>	13 %	17 %	33 %

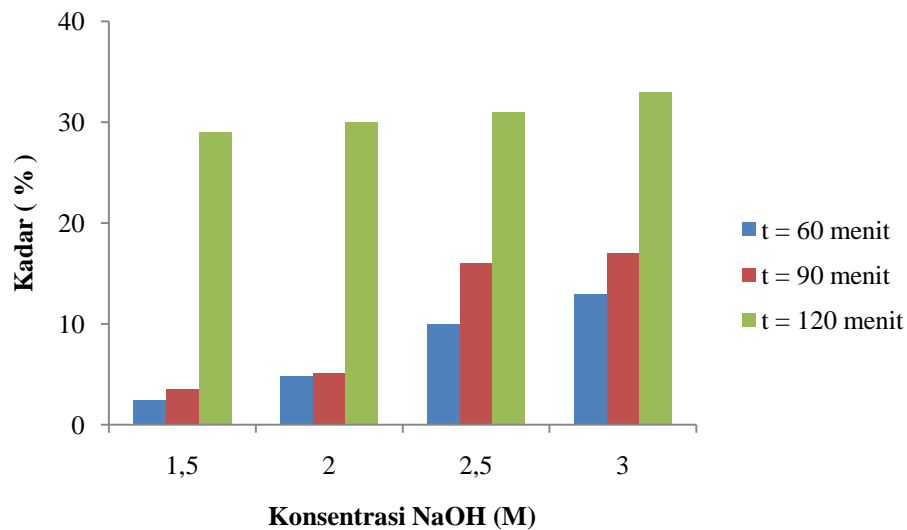
Berdasarkan data pada tabel 4.3 dapat diketahui bahwa perbedaan konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi sangat berpengaruh dalam proses pembentukan silika. Pada waktu ekstraksi 60 menit dengan konsentrasi NaOH 1,5 M kadar silika hasil ekstraksi yang diperoleh sebesar 2,5 % dan terus meningkat pada konsentrasi NaOH 2 M; 2,5 M dan 3 M yaitu berturut-turut sebesar 4,8 %; 10 % dan 13 %. Begitu pula yang terjadi pada waktu ekstraksi 90 dan 120 menit, kadar silika hasil ekstraksi yang diperoleh terus meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses ekstraksi. Selain konsentrasi NaOH, waktu ekstraksi juga berperan penting dalam proses pembentukan silika. Seperti yang terlihat pada tabel 4.2 yaitu ketika konsentrasi NaOH 1,5 M kadar silika hasil ekstraksi yang diperoleh sebesar 2,5 % dan terus meningkat pada waktu ekstraksi 90 menit dan 120 menit berturut-turut 3,5 % dan 29 %. Begitu pula yang terjadi pada konsentrasi 2 M; 2,5 M dan 3 M, kadar yang diperoleh terus meningkat seiring dengan bertambahnya waktu yang digunakan dalam proses ekstraksi. Pengaruh yang ditimbulkan oleh kedua variabel tersebut lebih jelasnya akan disajikan dalam bentuk grafik pada gambar 4.3 dan 4.4 :





Gambar 4.3 Kadar  $\text{SiO}_2$  dengan variasi konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M dalam waktu 60, 90 dan 120 menit

Berdasarkan kurva pada gambar 4.3 dapat diketahui bahwa kadar silika yang dihasilkan pada proses ekstraksi semakin meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi NaOH yang digunakan. Peningkatan secara signifikan terjadi pada konsentrasi NaOH 2,5 M dengan waktu ekstraksi yang digunakan selama 90 menit menghasilkan kadar sebesar 16 % dari yang sebelumnya pada konsentrasi NaOH 2 M dengan waktu ekstraksi yang sama yaitu 90 menit kadar yang dihasilkan hanya sebesar 5,1 %. Hal ini terjadi dimungkinkan karena penggunaan larutan NaOH dengan konsentrasi yang lebih tinggi pada waktu ekstraksi yang sama yaitu 90 menit, jumlah silika dalam larutan natrium silikat hasil ekstraksi semakin banyak sehingga kadar silika cukup besar kenaikannya dibandingkan konsentrasi NaOH yang digunakan sebelumnya yaitu 2 M. Akan tetapi hal ini tidak terjadi pada variasi konsentrasi NaOH dengan waktu ekstraksi 120 menit, naiknya kadar silika yang dihasilkan berjalan seimbang seiring dengan kenaikan konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses ekstraksi. Kadar silika paling tinggi dalam penelitian ini dihasilkan pada konsentrasi NaOH 3 M.



Gambar 4.4 Kadar  $\text{SiO}_2$  dengan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit pada konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M

Berdasarkan kurva pada gambar 4.4 dapat dikatakan bahwa kadar silika yang dihasilkan pada proses ekstraksi semakin meningkat seiring dengan meningkatnya waktu ekstraksi yang digunakan. Peningkatan kadar yang signifikan terjadi pada konsentrasi NaOH 1,5 M dan 2 M dengan waktu ekstraksi 120 menit. Hal ini terjadi karena pada silika yang telah diekstrak menggunakan NaOH 1,5 M dan 2 M dengan waktu ekstraksi 120 menit, kemungkinan pengotor yang terdapat dalam endapan silika telah banyak yang larut ketika proses ekstraksi sehingga kadar silika cukup besar kenaikannya dibandingkan waktu ekstraksi sebelumnya. Akan tetapi hal ini tidak berlaku untuk silika dengan konsentrasi NaOH 2,5 dan 3 M, seperti yang terlihat pada kurva yaitu kadar silika pada kedua konsentrasi tersebut berjalan hampir sama. Kadar paling tinggi yang diperoleh adalah silika yang berhasil diekstrak dengan waktu ekstraksi 120 menit.

Berdasarkan kedua kurva yang terlihat pada gambar 4.3 dan 4.4 dapat disimpulkan bahwa besarnya konsentrasi NaOH dan lamanya waktu ekstraksi berpengaruh pada proses pembentukan silika. Semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses ekstraksi maka kadar silika yang dihasilkan semakin tinggi.

Semakin lama waktu yang digunakan pada proses ekstraksi maka kadar silika yang dihasilkan semakin tinggi. Kadar silika paling banyak diperoleh pada konsentrasi NaOH 3 M dengan waktu ekstraksi 120 menit yaitu sebesar 33 %. Kadar erat hubungannya dengan tingkat kemurnian, dari hasil perhitungan yang diperoleh dapat dikatakan bahwa tingkat kemurnian silika pada *fly ash* sangat rendah.

Faktor yang mempengaruhi kemurnian adalah adsorpsi pada permukaan partikel yang terkena larutan, di mana kopresipitasi paling besar terjadi pada endapan mirip gelatin. Faktor lain yang mempengaruhi kemurnian yaitu adanya kopresipitasi yang terjadi sewaktu endapan dibangun dari partikel-partikel primernya. Partikel primer ini akan mengalami adsorpsi permukaan sampai tingkat tertentu, dan sewaktu partikel-partikel ini saling bergabung, zat pengotor itu akan hilang sebagian jika terbentuk kristal-kristal tunggal yang besar dan prosesnya berlangsung lambat (Vogel, 1994). Pernyataan tersebut telah sesuai dengan penelitian yang dilakukan yaitu endapan silika kasar dalam bentuk serbuk yang dihasilkan pada proses ekstraksi dengan konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5; 3 M dan waktu ekstraksi 120 menit setelah melalui proses pada tahapan gravimetri berubah menjadi kristal yang mempunyai ukuran lebih besar, hal ini mengakibatkan kadar silika yang dihasilkan juga tinggi karena zat pengotor yang ada di dalam endapan sudah banyak yang hilang. Akan tetapi hal ini tidak terjadi pada endapan silika yang terbentuk pada konsentrasi 1,5 dan 2 M dengan waktu ekstraksi 60 dan 90 menit. Kadar yang dihasilkan sangat rendah karena silika kasar yang diperoleh pada konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi tersebut setelah melalui proses pada tahapan gravimetri lebih banyak yang berubah menjadi gel, hal ini menandakan bahwa silika tersebut banyak mengandung pengotor. Apabila dihubungkan dengan literatur, waktu ekstraksi yang merupakan salah satu faktor yang berpengaruh dalam proses ekstraksi juga dapat mempengaruhi kadar silika yang dihasilkan. Selain itu, dengan lebih lamanya waktu yang digunakan dalam proses ekstraksi maka kontak antara ekstrak dan zat terlarut pada suhu yang tinggi juga semakin lama. Hal ini yang mengakibatkan silika yang terlarut dalam ekstrak menjadi semakin banyak. Berdasarkan hasil analisa, dapat dikatakan

bahwa faktor-faktor yang berpengaruh pada proses ekstraksi yang mempengaruhi banyaknya kadar silika hasil ekstraksi.

### 4.3 Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Waktu Ekstraksi

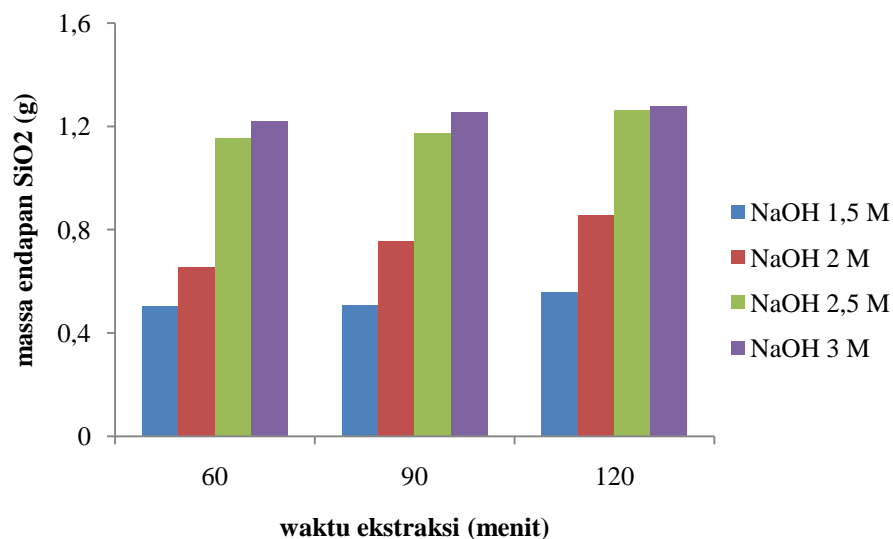
Konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi adalah variabel yang menjadi objek dalam penelitian ini. Data endapan silika kasar rata-rata yang diperoleh dari hasil penelitian berdasarkan variasi konsentrasi NaOH (1,5; 2; 2,5 dan 3 M) dan variasi waktu (60, 90 dan 120 menit) disajikan pada tabel 4.4 :

Tabel 4.4 Massa endapan silika rata-rata (gram) hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan variasi waktu

Konsentrasi NaOH (M)	Waktu (menit)		
	60	90	120
1,5	0,5054 g	0,5078 g	0,5582 g
2	0,6551 g	0,7552 g	0,8554 g
2,5	1,1538 g	1,1754 g	1,2622 g
3	1,2194 g	1,2546 g	1,2781 g

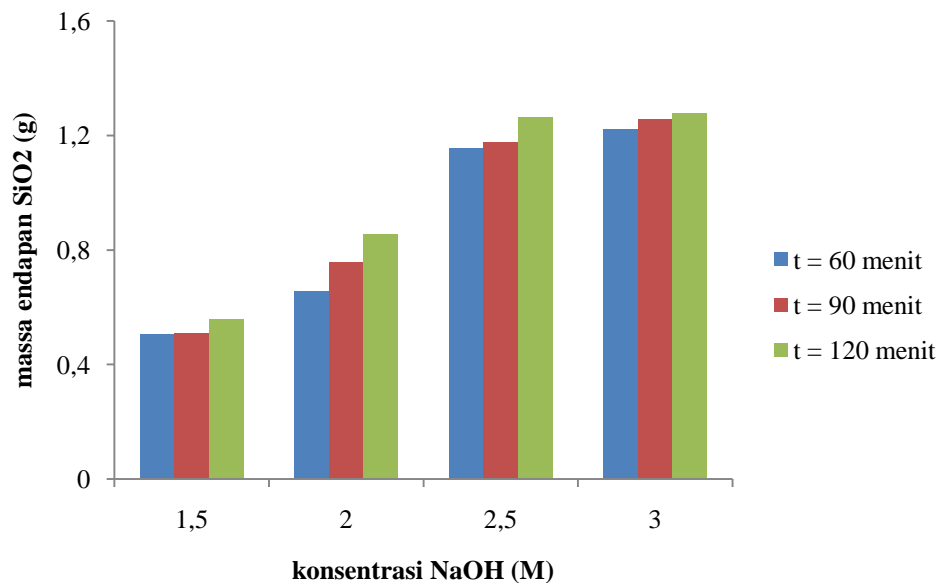
Berdasarkan data pada tabel 4.4 dapat diketahui bahwa pada waktu ekstraksi 60 menit dengan konsentrasi NaOH 1,5 M, endapan silika yang dihasilkan adalah sebanyak 0,5054 gram. Massa endapan silika yang diperoleh semakin banyak seiring dengan peningkatan konsentrasi NaOH yang digunakan yaitu pada konsentrasi NaOH 2 M; 2,5 M dan 3 M endapan silika yang dihasilkan berturut-urut sebanyak 0,6551 gram; 1,1538 gram dan 1,2194 gram. Begitu pula yang terjadi pada waktu ekstraksi 90 dan 120 menit. Hal ini terjadi karena semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan dalam proses ekstraksi, maka jumlah silika dalam larutan natrium silikat hasil ekstraksi semakin banyak sehingga HCl yang dibutuhkan untuk membentuk endapan pada rentang pH 6,5 – 7 juga semakin banyak. Hal inilah yang mengakibatkan endapan yang terbentuk pada proses ekstraksi juga bertambah. Selain itu, data pada tabel 4.4 juga diketahui bahwa endapan silika yang dihasilkan pada konsentrasi 1,5 M semakin banyak seiring dengan peningkatan waktu yang digunakan

pada proses ekstraksi yaitu 0,5078 gram pada waktu ekstraksi 90 menit dan 0,5582 gram pada waktu ekstraksi 120 menit. Peningkatan tersebut juga terjadi pada konsentrasi 2 M; 2,5 M dan 3 M. Hal ini terjadi karena semakin lama waktu yang digunakan pada proses ekstraksi maka filtrat yang dihasilkan juga semakin banyak sehingga kemungkinan pembentukan endapan juga semakin besar. Berdasarkan hasil analisa di atas, apabila dikaitkan dengan literatur menunjukkan bahwa faktor-faktor yang mempengaruhi proses ekstraksi di sini adalah lamanya waktu ekstraksi. Banyaknya endapan yang diperoleh pada proses ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi, agar lebih jelas perbedaannya akan disajikan dalam bentuk kurva pada gambar 4.5 :



Gambar 4.5 Kurva hasil ekstraksi SiO<sub>2</sub> kasar dengan variasi konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M dalam waktu 60, 90 dan 120 menit

Kurva gambar 4.5 menunjukkan bahwa endapan silika kasar yang dihasilkan dengan variasi konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi yang digunakan berjalan seimbang. Banyaknya endapan silika yang dihasilkan terus meningkat seiring dengan kenaikan konsentrasi NaOH. Hal ini membuktikan bahwa konsentrasi NaOH cukup berpengaruh terhadap pembentukan endapan silika hasil ekstraksi. Endapan paling banyak dalam proses ini diperoleh pada konsentrasi 3 M.



Gambar 4.6 Kurva hasil ekstraksi  $\text{SiO}_2$  kasar dengan variasi waktu 60, 90 dan 120 menit pada konsentrasi NaOH 1,5; 2; 2,5 dan 3 M

Kurva pada gambar 4.6 menunjukkan bahwa waktu ekstraksi juga berpengaruh dalam proses pembentukan endapan silika hasil ekstraksi. Semakin lama waktu yang digunakan dalam proses ekstraksi, maka endapan yang dihasilkan juga semakin banyak. Endapan silika kasar paling banyak seperti yang terlihat pada gambar 4.6 diperoleh pada waktu ekstraksi 120 menit. Apabila dihubungkan dengan literatur, waktu ekstraksi adalah salah satu faktor yang berpengaruh dalam proses ekstraksi yaitu semakin lama waktu yang digunakan dalam proses ekstraksi maka ekstrak yang dihasilkan akan semakin banyak. Semakin lama waktu ekstraksi juga dapat menghasilkan filtrat yang lebih banyak, sehingga endapan yang dihasilkan juga banyak. Selain waktu ekstraksi, pengadukan juga berperan penting dalam proses ini karena pengadukan akan mempercepat terjadinya reaksi antara ekstrak dengan zat terlarut (Ubay, 2011).

Berdasarkan kedua kurva yang disajikan pada gambar 4.5 dan 4.6 dapat disimpulkan bahwa besarnya konsentrasi NaOH dan lamanya waktu yang digunakan pada proses ekstraksi sangat berpengaruh dalam proses pembentukan endapan silika

kasar hasil ekstraksi. Semakin besar konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses ekstraksi maka endapan silika kasar yang dihasilkan semakin banyak. Semakin lama waktu yang digunakan pada proses ekstraksi maka endapan silika kasar yang dihasilkan juga semakin banyak.

## **BAB 5. PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

1. Semakin tinggi konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi, maka endapan silika yang dihasilkan juga semakin banyak.
2. Semakin tinggi konsentrasi NaOH dan waktu ekstraksi, maka kadar silika hasil ekstraksi juga semakin tinggi.

### **5.2 Saran**

Penelitian lebih lanjut bisa dilakukan dengan menggunakan konsentrasi ekstraktan yang lebih tinggi untuk mendapatkan kadar silika optimum. Selain itu bisa ditambahkan variabel yang lain seperti kondisi pH, pengaruh suhu dan pengadukan pada proses ekstraksi.



## DAFTAR PUSTAKA

- Adam, F., Kandasamy, K dan Batakrishnan, S. 2006. Iron Incorporated heterogeneous Catalyst From Rice Husk Ash. *Journal of Colloid and Interface Science*. 304: 137-143
- Anonim. *Pabrik Silika dari Abu Ampas Tebu dengan proses Presipitasi*. <http://digilib.its.ac.id/public/ITS-NonDegree-12882-Chapter1.pdf>. Surabaya : Institut Teknologi Sepuluh November, diakses pada tanggal 28 juni 2012
- Astuti, Maria Dewi., Radna Nurmasari dan Dwi Rasy Mujiyanti., 2012. Immobilization of Silica Gel onto 1-8-dihydroxyanthraquinone Through Sol-Gel process. *Jurnal Sians*, vol 6 no.1 (25-34)
- Bakri, Ridla 2008. Kaolin sebagai sumber SiO<sub>2</sub> untuk pembuatan katalis Ni/SiO<sub>2</sub>: karakterisasi dan uji katalis pada hidrogenasi benzena menjadi sikloheksana. *Jurnal sains*, vol 12 no.1 (37-42)
- Brinker, C.J., Scherer, G.W., 1990. *Applications*. In: Sol-Gel Science, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Academic Press, San Diego, CA, pp. 839-880
- Basset, J *et al.* 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analitik Kualitatif Anorganik*. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Cotton dan Wilkinson.1989. *Kimia Anorganik Dasar. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976)*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.
- Daifullah, A. A. M., Girgis, B. S., Gad, H. M. H. 2003. Utilization of agro-Residues (Rice Husk) in Small Waste Water Treatment Plans. *Material Letters*. 57: 1723-1731
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi. *Jurnal Ilmu Dasar*, vol 3 no.2
- Iler, R.K., 1979. *Silica gels and powders*. In: Iler, R.K. (Ed.), The Chemistry of Silica. Wiley, New York, pp. 462-599

- Kalpathy, U., A. Proctor and J.Shultz., 2002. An improved method for production of silica from rice hull ash. *Bioresource Technology*. 85 (2002) 285-289
- Kartika, Siska Ela. 2010. *Modifikasi Limbah Fly Ash sebagai Adsorben Zat Warna Tekstil Congo Red yang Ramah Lingkungan dalam Upaya Mengatasi Pencemaran Industri Batik Di Surakarta*. Surakarta : Penerbit Universitas Sebelas Maret
- Keenan,C.W.,Kleinfelter,D.C.,dan Wood,J.H. 1992. *Ilmu Kimia Untuk Universitas. Edisi keenam. Jilid 2*. Jakarta: Penerbit Erlangga
- Khopkar, 2008. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : Universitas Indonesia
- Kurniati, Ely. 2009. *Ekstraksi Silica White Powder dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi Dieng*. Surabaya : Penerbit UPN Press
- Lubis, S. 2009. Preparasi Katalis Cu/ Silika Gel dari Kristobalit Alam Sabang serta Uji Aktivitasnya pada Reaksi Dehidrogenasi Etanol. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* vol.7 no.1 (29-35)
- Lucas, Howard J, David Pressman. 1949. *Principles and Practice In Organic Chemistry*. New York: John Wiley and Sons, Inc
- Martunus & Helwani, Z. 2004. Ekstraksi Senyawa Aromatis dari Heavy Gas Oil (HGO) dengan Pelarut Dietilen Glikol (DEG). *Jurnal Sains dan Teknologi*. 3[2]: 46-50.
- Masramdhani, Adi. 2011. *Silikon dioksida (Silicon dioxide)*. Blog (<http://adimasramdhani.wordpress.com/2011/03/13/silikon-dioksida-silicon-dioxide/>). diakses pada tanggal 28 Juni 2012
- Mujiyanti, Nuryono, Kunarti. 2010. Sintesis dan karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-propantiol. *Jurnal Sains* vol.4 no.2 (150-167)
- Nck, Mheea. 2010. Pemanfaatan Abu Batubara. *Seputar Informasi tentang Tambang*. [www.pemanfaatan-abu-batubara.html](http://www.pemanfaatan-abu-batubara.html) diakses pada tanggal 30 Januari 2012
- Paiton, PJB. 2002. *Material Safety Data Sheet*. Probolinggo : PT. Pembangunan Jawa Bali Unit Pembangunan Paiton
- Pandiangan, Kamisah D., Irwan Ginting Suka, Mita Rilyanti, Sony Widiarto, Dian Angraini, Syukri Arief dan Novesar Jamarun. 2008. Karakterisasi Keasaman

Katalis Berbasis Silika Sekam Padi yang diperoleh dengan teknik Sol-Gel. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknologi-II 2008*. III: 341-356

Proctor, A., Clark, P.K., Parker, C.A., 1995. Rice hull ash adsorbent performance under commercial soy oil bleaching conditions. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 72, 459-462

Setyawan, Ary dkk. 2009. Rekayasa Unit Pengolah Limbah Batubara dan Pemanfaatannya sebagai Pengganti Semen pada Pembuatan Bahan Bangunan guna Mengendalikan Pencemaran Lingkungan. *Jurnal Sains*.

Setyowati, Rahayu. 2009. *Ekstraksi*. [www.chem/is/try.org/materi\\_kimia/kimia-industri/teknologi-proses/ekstraksi/](http://www.chem/is/try.org/materi_kimia/kimia-industri/teknologi-proses/ekstraksi/) [18 juli 2012]

SNI 7574, 2010. *Penentuan Kadar CaO, MgO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO, Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, H<sub>2</sub>O, dan LOI dalam contoh batu gamping, kalsit, dolomit dan marmer*. Jakarta : Penerbit BSN

Sudarmadji, S., Haryono, B., Suhardi. 1996. *Analisa Bahan Makanan dan Pertanian. 145 Liberti*. Yogyakarta.

Suprpto, Slamet. 2009. Penanganan limbah pembakaran batubara pada pabrik tekstil. *Jurnal Teknologi Mineral dan Batubara*, volume 5, volume 14, 19-31

Svehla G. 1985. *Vogel Bagian II Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi ke lima*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.

Ubay, bey. 2011. *Ekstraksi padat-cair*. [www.ekstraksi-padat-cair.html](http://www.ekstraksi-padat-cair.html) diakses pada tanggal 6 agustus 2012

Underwood. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Penerbit Erlangga

Wibawa, Indra. 2012. *Ekstraksi Cair-Cair*. Lampung: Teknik Kimia Universitas Lampung

Wilson I D, Michael C, Colin F P, Edward R A. 2000. Encyclopedia of Separation Science. *Academic Press*. 118-119

Worathanakul, Patcharin dkk. 2009. Characterization for Post-treatment Effect of Bagasse Ash for Silica Extraction. *World Academy of Science, Engineering and Technology* 56 2009

[www.silica.html](http://www.silica.html)

## LAMPIRAN

### A. Pembuatan Larutan

#### 1. Larutan NaOH 3 M

$$M = \frac{n \text{ (mol)}}{V \text{ (L)}}$$

$$M = \frac{(\text{massa } / \text{Mr})}{V}$$

$$3 \text{ M} = \frac{(\text{massa}) / (40 \text{ g/mol})}{1\text{L}}$$

$$\text{massa} = 3 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 120 \text{ gram}$$

#### 2. Larutan NaOH 2,5 M

$$2,5 \text{ M} = \frac{(\text{massa}) / (40 \text{ g/mol})}{1\text{L}}$$

$$\text{massa} = 2,5 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 100 \text{ gram}$$

#### 3. Larutan NaOH 2 M

$$2 \text{ M} = \frac{(\text{massa}) / (40 \text{ g/mol})}{1\text{L}}$$

$$\text{massa} = 2 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 80 \text{ gram}$$

#### 4. Larutan NaOH 1,5 M

$$1,5 \text{ M} = \frac{(\text{massa}) / (40 \text{ g/mol})}{1\text{L}}$$

$$\text{massa} = 1,5 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{massa} = 60 \text{ gram}$$

### 5. Larutan HCl 1 M

$$M = \frac{\% \cdot \rho \cdot 10}{M_r}$$

$$M = \frac{37 \% \cdot 1,19 \text{ g/mL} \cdot 10}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$= 12 \text{ M}$$

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 12 \text{ M} = 1000 \text{ mL} \cdot 1 \text{ M}$$

$$V_1 = \frac{1000 \text{ mL} \cdot 1 \text{ M}}{12 \text{ M}}$$

$$V_1 = 83,3 \text{ mL}$$

### B. Data Silika Kasar Hasil Ekstraksi

Pengulangan 1

Konsentrasi NaOH (M)	Waktu (menit)		
	60	90	120
1,5	0,4995 g	0,4978 g	0,5215 g
2	0,7243 g	0,7407 g	0,9002 g
2,5	1,2112 g	1,1473 g	1,3276 g
3	1,2203 g	1,2064 g	1,3294 g

Pengulangan 2

Konsentrasi NaOH (M)	Waktu (menit)		
	60	90	120
1,5	0,5113 g	0,5177 g	0,5948 g
2	0,5859 g	0,7698 g	0,8107 g
2,5	1,0964 g	1,2036 g	1,1968 g
3	1,2185 g	1,3027 g	1,2268 g

### C. Data Gravimetri Hasil Ekstraksi

#### Pengulangan 1

Konsentrasi NaOH (M)	t (menit)	C	C+S	(C+S)+HF
1,5	60	90,4686 g	90,4840 g	90,4746 g
2		90,8974 g	90,9324 g	90,9034 g
2,5		90,4686 g	90,5236 g	90,4741 g
3		90,8974 g	90,9493 g	90,9028 g
1,5	90	90,4686 g	90,4883 g	90,4742 g
2		90,8974 g	90,9263 g	90,9032 g
2,5		90,4686 g	90,6249 g	90,5450 g
3		90,8974 g	91,0619 g	90,9754 g
1,5	120	90,4686 g	90,6353 g	90,4862 g
2		90,8974 g	91,0658 g	90,9080 g
2,5		90,4686 g	90,6328 g	90,4745 g
3		90,8974 g	91,0835 g	90,9068 g

#### Pengulangan 2

Konsentrasi NaOH (M)	t (menit)	C	C+S	(C+S)+HF
1,5	60	90,4686 g	90,4899 g	90,4747 g
2		90,8974 g	90,9215 g	90,9030 g
2,5		90,4686 g	90,5248 g	90,4749 g
3		90,8974 g	90,9698 g	90,9039 g
1,5	90	90,4686 g	90,4955 g	90,4744 g
2		90,8974 g	90,9307 g	90,9027 g
2,5		90,4686 g	90,5583 g	90,4751 g
3		90,8974 g	90,9904 g	90,9041 g
1,5	120	90,4686 g	90,6149 g	90,4738 g
2		90,8974 g	91,0416 g	90,9040 g
2,5		90,4686 g	90,6216 g	90,4739 g
3		90,8974 g	91,0596 g	90,9036 g

### D. Perhitungan Kadar SiO<sub>2</sub>

Rumus yang digunakan :

$$(i) \text{SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} = \frac{(A-B) \times C}{D}$$

$$(ii) \text{Kadar SiO}_2 (\%) = \frac{(i) \times 100}{C}$$

dimana A = bobot cawan + residu (gram) → data lampiran C

B = bobot cawan + residu setelah proses HF (gram) → data lampiran C

C = silika kasar hasil ekstraksi (gram) → data lampiran B

D = bobot sampel (0,5 gram)

#### a. Waktu ekstraksi 60 menit

➤ konsentrasi NaOH = 1,5 M

$$(P1) \text{SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} = \frac{(90,4840 - 90,4746) \text{g} \times 0,4995 \text{ g}}{0,5 \text{ g}}$$

$$= 0,0094 \text{ g}$$

$$\text{Kadar SiO}_2 (\%) = \frac{0,0094 \text{ g} \times 100}{0,4995 \text{ g}}$$

$$= 1,9 \%$$

$$(P2) \text{SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} = \frac{(90,4899 - 90,4747) \text{g} \times 0,5113 \text{ g}}{0,5 \text{ g}}$$

$$= 0,0155 \text{ g}$$

$$\text{Kadar SiO}_2 (\%) = \frac{0,0155 \text{ g} \times 100}{0,5113 \text{ g}}$$

$$= 3,0 \%$$

➤ konsentrasi NaOH = 2 M

$$(P1) \text{SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} = \frac{(90,9324 - 90,9034) \text{g} \times 0,7243 \text{ g}}{0,5 \text{ g}}$$

$$= 0,0420 \text{ g}$$

$$\text{Kadar SiO}_2 (\%) = \frac{0,0420 \text{ g} \times 100}{0,7243 \text{ g}}$$

$$= 5,8 \%$$

$$\begin{aligned}
 \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,9215 - 90,9030) \text{ g} \times 0,5859 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,0220 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,0220 \text{ g} \times 100}{0,5859 \text{ g}} \\
 &= 3,8 \%
 \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 2,5 M

$$\begin{aligned}
 \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,5236 - 90,4741) \text{ g} \times 1,2112 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,1199 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,1199 \text{ g} \times 100}{1,2112 \text{ g}} \\
 &= 9,9 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,5248 - 90,4749) \text{ g} \times 1,0964 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,1094 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,1094 \text{ g} \times 100}{1,0964 \text{ g}} \\
 &= 10 \%
 \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 3 M

$$\begin{aligned}
 \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,9493 - 90,9028) \text{ g} \times 1,2203 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,1135 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,1135 \text{ g} \times 100}{1,2203 \text{ g}} \\
 &= 9,3 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,9698 - 90,9039) \text{ g} \times 1,2185 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,1606 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,1606 \text{ g} \times 100}{1,2185 \text{ g}} \\
 &= 13 \%
 \end{aligned}$$



**b. Waktu ekstraksi 90 menit**

➤ konsentrasi NaOH = 1,5 M

$$\begin{aligned} \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,4883 - 90,4742) \text{ g} \times 0,4978 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,0140 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,0140 \text{ g} \times 100}{0,4978 \text{ g}} \\ &= 2,8 \text{ \%} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,4955 - 90,4744) \text{ g} \times 0,5177 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,0218 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,0218 \text{ g} \times 100}{0,5177 \text{ g}} \\ &= 4,2 \text{ \%} \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 2 M

$$\begin{aligned} \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,9263 - 90,9032) \text{ g} \times 0,7407 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,0342 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,0342 \text{ g} \times 100}{0,7407 \text{ g}} \\ &= 4,6 \text{ \%} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,9307 - 90,9027) \text{ g} \times 0,7698 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,0431 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,0431 \text{ g} \times 100}{0,7698 \text{ g}} \\ &= 5,6 \text{ \%} \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 2,5 M

$$\begin{aligned} \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,6249 - 90,5450) \text{ g} \times 1,1473 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,1833 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar SiO}_2 (\%) &= \frac{0,1833 \text{ g} \times 100}{1,1473 \text{ g}} \\ &= 16 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}(\text{P2}) \text{ SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,5583 - 90,4751) \text{ g} \times 1,2036 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,2003 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar SiO}_2 (\%) &= \frac{0,2003 \text{ g} \times 100}{1,2036 \text{ g}} \\ &= 16 \%\end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 3 M

$$\begin{aligned}(\text{P1}) \text{ SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(91,0619 - 90,9754) \text{ g} \times 1,2064 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,2087 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar SiO}_2 (\%) &= \frac{0,2087 \text{ g} \times 100}{1,2064 \text{ g}} \\ &= 17 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}(\text{P2}) \text{ SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,9904 - 90,9041) \text{ g} \times 1,3027 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,2248 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar SiO}_2 (\%) &= \frac{0,2248 \text{ g} \times 100 \text{ g}}{1,3027 \text{ g}} \\ &= 17 \%\end{aligned}$$

### c. Waktu ekstraksi 120 menit

➤ konsentrasi NaOH = 1,5 M

$$\begin{aligned}(\text{P1}) \text{ SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,6353 - 90,4862) \text{ g} \times 0,5215 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,1555 \text{ g}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Kadar SiO}_2 (\%) &= \frac{0,1555 \text{ g} \times 100}{0,5215 \text{ g}} \\ &= 30 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,6149 - 90,4738) \text{ g} \times 0,5948 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,1678 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,1678 \text{ g} \times 100}{0,5948 \text{ g}} \\
 &= 28 \%
 \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 2 M

$$\begin{aligned}
 \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(91,0658 - 90,9080) \text{ g} \times 0,9002 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,2841 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,2841 \text{ g} \times 100}{0,9002 \text{ g}} \\
 &= 32 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(91,0416 - 90,9040) \text{ g} \times 0,8107 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,2231 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,2231 \text{ g} \times 100}{0,8107 \text{ g}} \\
 &= 28 \%
 \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 2,5 M

$$\begin{aligned}
 \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,6328 - 90,4745) \text{ g} \times 1,3276 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,4203 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,4203 \text{ g} \times 100}{1,3276 \text{ g}} \\
 &= 32 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(90,6216 - 90,4739) \text{ g} \times 1,1968 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\
 &= 0,3535 \text{ g} \\
 \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,3535 \text{ g} \times 100}{1,1968 \text{ g}} \\
 &= 30 \%
 \end{aligned}$$

➤ konsentrasi NaOH = 3 M

$$\begin{aligned} \text{(P1) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(91,0835 - 90,9068) \text{ g} \times 1,3294 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,4698 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,4698 \text{ g} \times 100}{1,3294 \text{ g}} \\ &= 35 \text{ \%} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{(P2) SiO}_2 \text{ hasil gravimetri (g)} &= \frac{(91,0596 - 90,9036) \text{ g} \times 1,2268 \text{ g}}{0,5 \text{ g}} \\ &= 0,3828 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kadar SiO}_2 \text{ (\%)} &= \frac{0,3828 \text{ g} \times 100}{1,2268 \text{ g}} \\ &= 31 \text{ \%} \end{aligned}$$

**E. Lampiran Gambar****1. Gambar Filtrat SiO<sub>2</sub>**

3 M + 60 mnt



3 M + 90 mnt



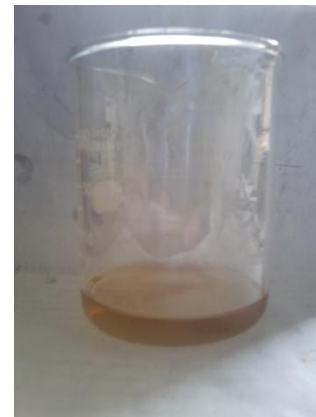
3 M + 120 mnt



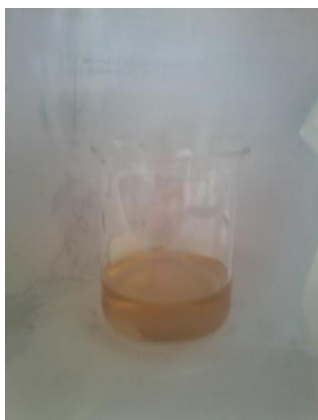
4 M + 60 mnt



4 M + 90 mnt



4 M + 120 mnt



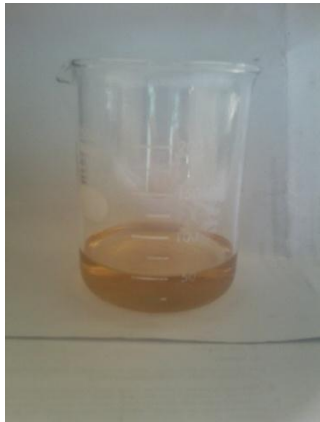
5 M + 60 mnt



5 M + 90 mnt



5 M + 120 mnt



6 M + 60 mnt

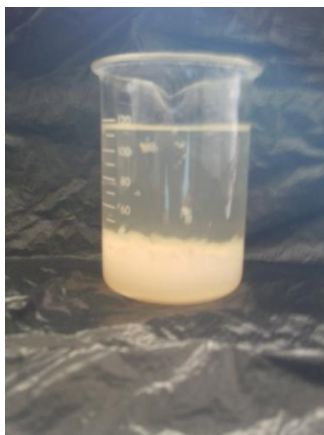


6 M + 90 mnt



6 M + 120 mnt

## 2. Gambar Filtrat $\text{SiO}_2$ + HCl 1 M



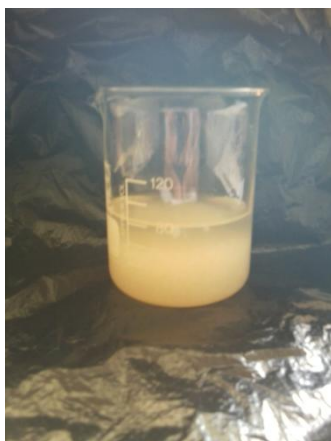
3 M + 60 mnt



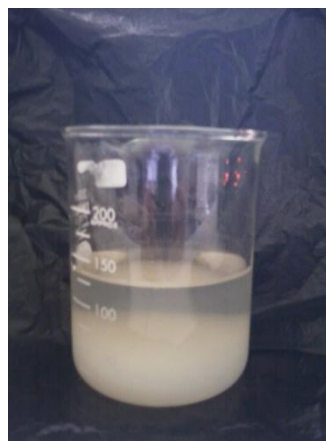
3 M + 90 mnt



3 M + 120 mnt



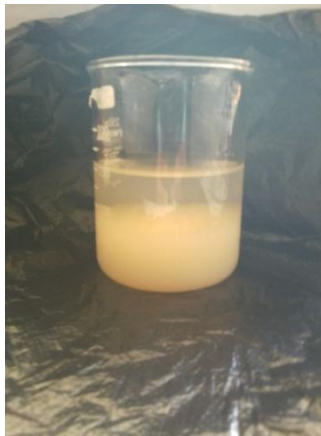
4 M + 60 mnt



4 M + 90 mnt



4 M + 120 mnt



5 M + 60 mnt



5 M + 90 mnt



5 M + 120 mnt



6 M + 60 mnt



6 M + 90 mnt



6 M + 120 mnt

### 3. Bubuk SiO<sub>2</sub>



3 M + 60 mnt



3 M + 90 mnt



3 M + 120 mnt



4 M + 60 mnt



4 M + 90 mnt



4 M + 120 mnt



5 M + 60 mnt



5 M + 90 mnt



5 M + 120 mnt



6 M + 60 mnt



6 M + 90 mnt



6 M + 120 mnt