



**ISOLASI SILIKON (Si) DARI ABU TERBANG (*FLY ASH*) BATU BARA  
DENGAN METODE METALOTERMAL**

**SKRIPSI**

Oleh

**Ainun Nazilah**

**NIM : 111810301006**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS JEMBER**

**2015**



**ISOLASI SILIKON (Si) DARI ABU TERBANG (*FLY ASH*) BATU BARA  
DENGAN METODE METALOTERMAL**

**SKRIPSI**

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

Oleh

**Ainun Nazilah**

**NIM : 111810301006**

**JURUSAN KIMIA**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**

**UNIVERSITAS JEMBER**

**2015**

## **PERSEMBAHAN**

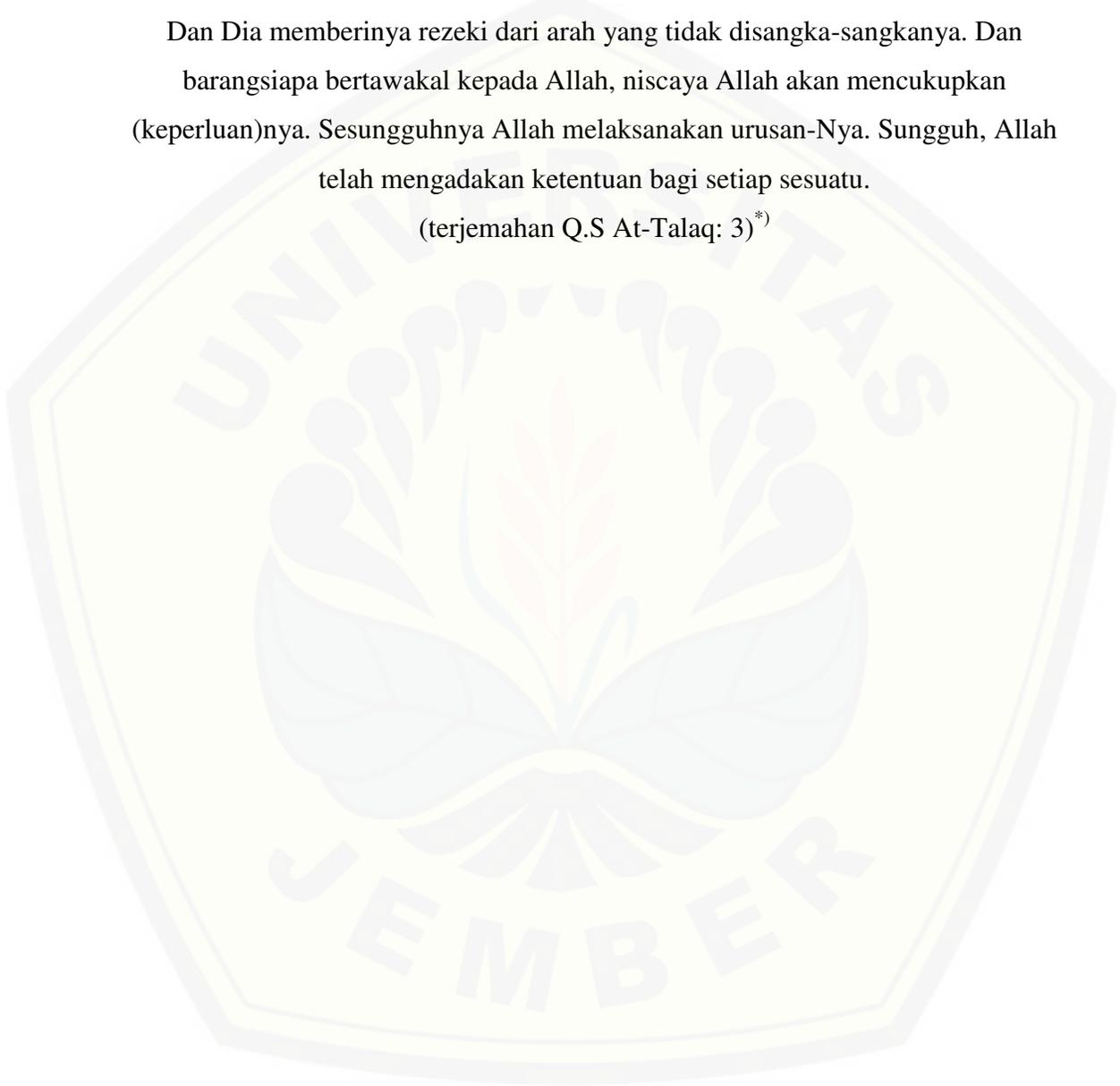
Puji syukur atas segala nikmat ALLAH SWT yang tiada batasnya. Sesungguhnya penulisan skripsi hingga selesai ini tidak lepas atas izin-Nya. Skripsi yang telah disusun dengan penuh semangat ini saya persembahkan untuk keluarga tercinta:

1. Ayahanda M Suni Dasuki dan Ibunda Siti Fatimah;
2. Adikku Fredo;
3. keluarga besar kakek Rukimin dan kakek Jamal.

**MOTTO**

Dan Dia memberinya rezeki dari arah yang tidak disangka-sangkanya. Dan barangsiapa bertawakal kepada Allah, niscaya Allah akan mencukupkan (keperluan)nya. Sesungguhnya Allah melaksanakan urusan-Nya. Sungguh, Allah telah mengadakan ketentuan bagi setiap sesuatu.

(terjemahan Q.S At-Talaq: 3)<sup>\*)</sup>



\*) Departemen Agama Republik Indonesia. 2009. Al Qur'an Terjemahannya. Bandung : CV Penerbit Diponegoro.

**PERNYATAAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Ainun Nazilah

Nim : 111810301006

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “ Isolasi Silikon (Si) Dari Abu Terbang (*Fly Ash*) Batu Bara Dengan Metode Metalotermal” 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 dikemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 29 Oktober 2015

Yang menyatakan,

Ainun Nazilah

NIM 111810301006

**SKRIPSI**

**ISOLASI SILIKON (Si) DARI ABU TERBANG (*FLY ASH*) BATU  
BARA DENGAN METODE METALOTERMAL**

Oleh

Ainun Nazilah

NIM 111810301006

Pembimbing:

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

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

**PENGESAHAN**

Skripsi berjudul “Isolasi Silikon (Si) Dari Abu terbang (*FlyAsh*) Batu Bara Dengan Metode Metalotermal” telah disetujui dan disahkan pada:

hari, tanggal : 29 Oktober 2015

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas  
Jember

**Tim Penguji**

Dosen pembimbing Utama,

Dosen pembimbing Anggota,

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

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

**Anggota Penguji**

Penguji 1,

Penguji 2,

Drs.Mukh Mintadi  
NIP. 196410261991031001

Dr.Donatus Setyawan P H, S.Si., M.Si  
NIP. 196808021994021001

Mengesahkan

Dekan,

Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D  
NIP. 196101081986021001

## RINGKASAN

**Isolasi Silikon (Si) Dari Abu Terbang (*FlyAsh*) Batu Bara Dengan Metode Metalotermal;** Ainun Nazilah; 111810301006; 2015; 51 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

*Fly ash* merupakan sisa pembakaran batu bara. *Fly ash* tergolong limbah berbahaya sehingga perlu dilakukan 3R (*Reduce, Reuse, Recycle*). Pengurangan limbah *fly ash* dapat dilakukan salah satunya dengan mengekstrak *fly ash* untuk memperoleh silika, dimana *fly ash* mengandung  $\pm 30\%$  silika. Pengolahan limbah dapat dilakukan dengan mengisolasi silika. Silika merupakan sumber utama silikon. Silikon dapat diperoleh dengan mereduksi silika menggunakan metode metalotermal. Silikon yang diperoleh dari limbah *fly ash* dapat dimanfaatkan salah satunya sebagai bahan dasar pembuatan komponen elektronik.

Penelitian ini dilakukan untuk mengisolasi silikon dari limbah *fly ash* menggunakan metode metalotermal sederhana. Isolasi silikon diawali dengan proses ekstraksi *fly ash*. Ekstraksi *fly ash* dilakukan dengan metode ekstraksi padat-cair, menggunakan pelarut basa alkali yakni natrium hidroksida (NaOH) 3M selama 120 menit. Silika yang dapat terekstrak dari limbah *fly ash* sebanyak 5,73%. Kadar silika hasil ekstraksi *fly ash* dianalisis menggunakan metode gravimetri penguapan, kadar silika sebesar 28,77%. Proses reduksi silika dilakukan dengan metode metalotermal sederhana. Silika direduksi oleh magnesium (Mg) sebagai pengoksidasi. Silika p.a direduksi dengan variasi suhu 650°C, 750°C, dan 850°C untuk memperoleh suhu optimum. Hasil reduksi berupa padatan berwarna putih dan coklat. Hasil reduksi dicuci menggunakan asam klorida HCl 1M dan air (H<sub>2</sub>O) untuk menghilangkan magnesium oksida (MgO) dan sisa magnesium (Mg). Hasil reduksi setelah dicuci

merupakan silikon kasar sehingga perlu dianalisis untuk menentukan suhu optimum. Silikon kasar dianalisis massa jenis untuk menentukan kemurnian silikon kasar dalam campuran hasil reduksi. Silikon kasar dianalisis AAS untuk menentukan kadar dari silikon dan dianalisis FTIR untuk mengetahui adanya sisa silika dari proses reduksi metalotermal sederhana. Hasil analisis menyimpulkan bahwa pada suhu 650°C merupakan suhu optimum untuk memperoleh silikon dengan jumlah maksimal. Hasil analisis massa jenis silikon kasar pada suhu 650°C adalah  $2,377\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$  dengan persentase silikon (Si) sebesar 72,88% dan ikatan Si-O-Si mengalami kerusakan ditandai dengan penumpukan puncak. Suhu optimum digunakan untuk mereduksi silika hasil ekstraksi *fly ash*. Hasil analisis diperoleh massa jenis silikon kasar sebesar  $1,811\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  dengan kadar silikon sebesar 67,91% dan tidak terdapat ikatan Si-O-Si pada hasil pengukuran FTIR. Hasil penelitian menyimpulkan bahwa metode metalotermal sederhana dapat digunakan untuk memperoleh silikon dari limbah *fly ash*.

## PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah mencurahkan kasih sayang-Nya, rahmat-Nya, dan petunjuk-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “ Isolasi Silikon (si) Dari Abu Terbang (*FlyAsh*) Batu Bara Dengan Metode Metalotermal”. 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 menyampaikan terimakasih kepada:

1. Ayah dan ibuku terimakasih atas kasih sayang, do'a, dan segala dukungannya;
2. Novita Andarini, S.Si, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Utama dan Tanti Haryati, S.Si, M.Si, selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah memberikan perhatian, membimbing, dan meluangkan waktu dalam penulisan skripsi ini;
3. Drs. Mukh. Mintadi dan Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko S.Si, M.Si, selaku dosen penguji yang telah memberikan masukan dan kritikan dalam penyusunan skripsi ini;
4. bapak-ibu dosen kimia dan FMIPA UJ, guru-guru SMAN 1 SUMENEP, SMAN 3 BONDOWOSO, SMPN 1 TAPEN, SDN 1 CINDOGO, TK KEMALA WONOSARI yang telah sabar dalam mengajari dan mendidiku;
5. Matinus Tigor Rozikin, S.Pd yang selalu memberikan perhatian, semangat, motivasi dan dukungannya selama ini;
6. sahabat solvent yang telah menemani selama awal kuliah hingga saat ini dan untuk selamanya terimakasih atas kekeluargaan yang sangat hangat ini, kekompakan, perhatian, dukungan, dan kebahagiaan selama ini;
7. teman seperjuangan Nanang S dan Ika PL yang telah menemani, menghibur, memberikan semangat dan banyak membantu selama penelitian;

8. sahabat trio muslimah ( Aulia NR, dan Rose MO), CB (adek ayin, eka, faiz, kakak ika, nida) yang telah memberikan tawa bahagia, yang selalu menghibur ketika duka dan bersama dalam suka;
9. teman-teman peneliti bidang anorganik yang telah banyak membantu dalam penelitian ini;
10. sahabat-sahabat kecilku terimakasih atas segala kebersamaannya dan dukungannya;
11. teman-teman Puri Asri 134, yang telah memberikan dukungannya selama ini;
12. teman KKN Ayu K, Hassa Bella S.Si, dan Ega sofi S.Kg yang selalu menyemangati;
13. seluruh kakak angkatan yang telah memberikan dukungan dan bantuannya selama perkuliahan dan penelitian;
14. seluruh adik angkatan yang telah memberikan dukungannya;
15. seluruh teknisi Laboratorium yang telah banyak membantu dan kerjasamanya selama penelitian;

Penulis menyadari penulisan skripsi ini masih belum sempurna, maka dari itu penulis menerima kritikan dan saran yang untuk kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat.

Jember, 29 Oktober 2015

penulis

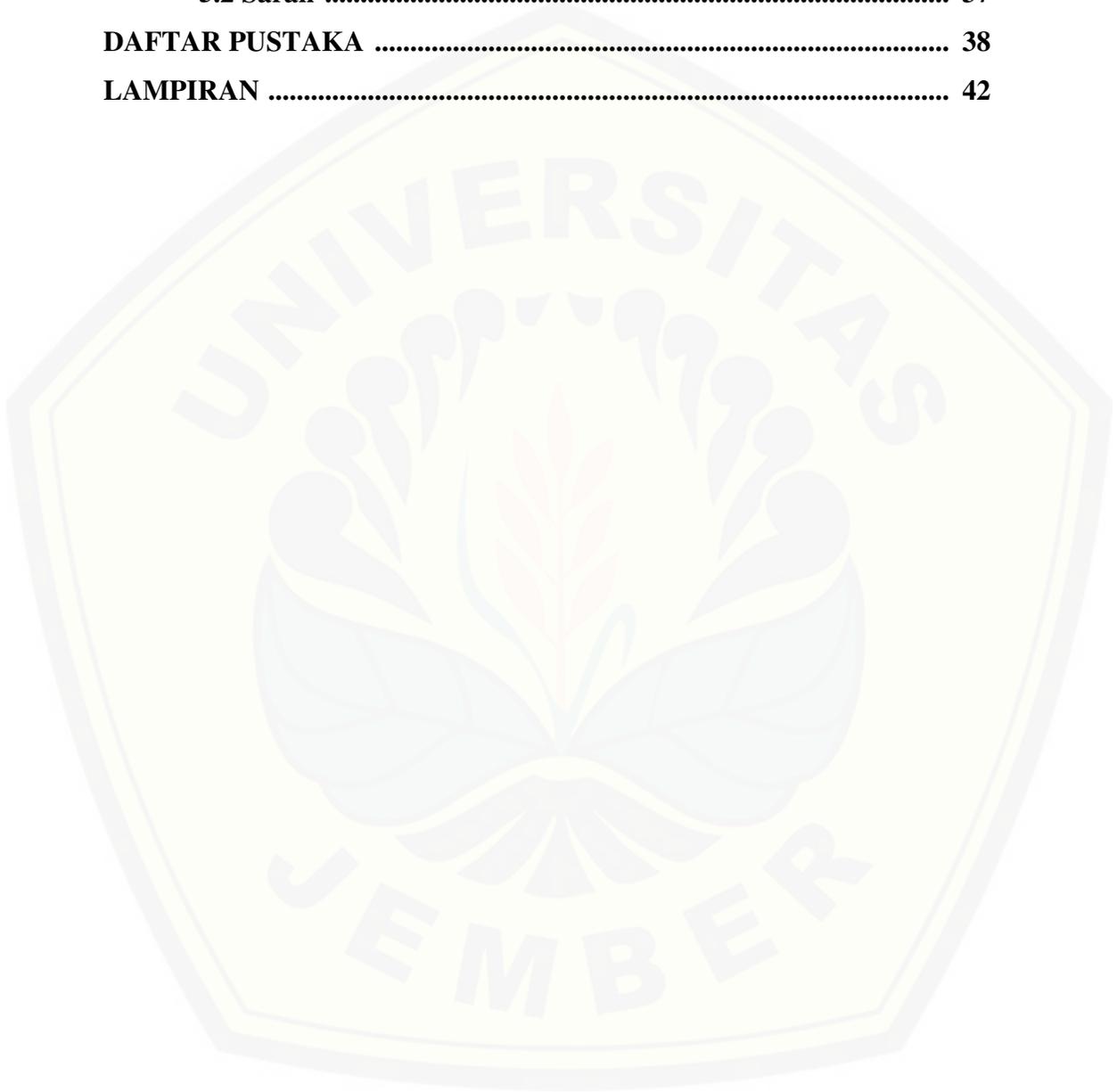
DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	ii
HALAMAN MOTTO .....	iii
HALAMAN PERNYATAAN .....	iv
HALAMAN PEMBIMBINGAN .....	v
HALAMAN PENGESAHAN .....	vi
RINGKASAN .....	vii
PRAKATA .....	ix
DAFTAR ISI .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xiv
DAFTAR GAMBAR .....	xv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvi
<b>BAB 1. PENDAHULUAN</b>	
<b>1.1 Latar Belakang</b> .....	<b>1</b>
<b>1.2 Rumusan Masalah</b> .....	<b>3</b>
<b>1.3 Tujuan</b> .....	<b>3</b>
<b>1.4 Manfaat</b> .....	<b>3</b>
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
<b>2.1 Abu terbang Batubara (<i>fly ash</i>)</b> .....	<b>4</b>
2.1.1 Jenis <i>fly ash</i> .....	5
2.1.2 Sifat kimia dan fisika ( <i>fly ash</i> ).....	5
<b>2.2 Silika</b> .....	<b>6</b>
2.2.1 Sifat kimia dan fisika silika .....	7
<b>2.3 Silikon</b> .....	<b>7</b>

2.3.1 Sifat kimia dan fisika silikon .....	8
<b>2.4 Magnesium .....</b>	<b>9</b>
2.4.1 Sifat kimia dan fisika magnesium .....	10
<b>2.5 Ekstraksi .....</b>	<b>10</b>
<b>2.6 Gravimetri .....</b>	<b>12</b>
<b>2.7 Metode metalotermal .....</b>	<b>13</b>
<b>2.8 Atomic Absorption Spectrofotometric (AAS) .....</b>	<b>15</b>
<b>2.9 Spektroskopi Inframerah .....</b>	<b>19</b>
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN</b>	
<b>3.1 Tempat dan waktu penelitian .....</b>	<b>21</b>
<b>3.2 Alat dan bahan .....</b>	<b>21</b>
<b>3.3 Diagram alir penelitian .....</b>	<b>22</b>
<b>3.4 Prosedur penelitian .....</b>	<b>23</b>
3.4.1 Pembuatan larutan .....	23
3.4.2 Preparasi sampel .....	23
3.4.3 Ekstraksi Silika .....	23
3.4.4 Analisa kuantitatif dengan gravimetri .....	24
3.4.5 Isolasi silikon dengan metode metalotermal .....	24
3.4.6 Karakterisasi silikon hasil isolasi .....	25
3.4.6.1 Uji kuantitatif .....	25
3.4.6.2 Uji kualitatif .....	26
<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
<b>4.1 Ekstraksi .....</b>	<b>27</b>
<b>4.2 Gravimetri .....</b>	<b>28</b>
<b>4.3 Metalotermal .....</b>	<b>28</b>
<b>4.4 Analisis silikon hasil reduksi .....</b>	<b>30</b>
4.4.1 Analisis massa jenis .....	30
4.4.2 Analisis AAS .....	30
4.4.3 Analisis FTIR .....	31

**BAB 5. PENUTUP**

<b>5.1 Penutup</b> .....	<b>37</b>
<b>5.2 Saran</b> .....	<b>37</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	<b>38</b>
<b>LAMPIRAN</b> .....	<b>42</b>



**DAFTAR TABEL**

	Halaman
<b>2.1 Komposisi kimia <i>fly ash</i> PLTU Paiton .....</b>	<b>6</b>
<b>4.1 Hasil ekstraksi silika dari <i>fly ash</i> .....</b>	<b>27</b>
<b>4.2 Hasil pengukuran massa jenis silikon .....</b>	<b>30</b>
<b>4.3 Hasil pengukuran kadar silikon hasil reduksi dari silika p.a .....</b>	<b>31</b>
<b>4.4 hasil analisis FTIR .....</b>	<b>32</b>
<b>4.5 Hasil pengukuran massa jenis silikon dari hasil ekstraksi <i>fly ash</i> ..</b>	<b>34</b>
<b>4.6 Hasil pengukuran kadar silikon dari hasil ekstraksi <i>fly ash</i> .....</b>	<b>35</b>

**DAFTAR GAMBAR**

	Halaman
<b>2.1 Instrumentasi AAS .....</b>	<b>17</b>
<b>2.2 Instrumen IR .....</b>	<b>20</b>
<b>2.2 Spectra IR Silika p.a .....</b>	<b>20</b>
<b>4.1 proses ekstraksi .....</b>	<b>27</b>
<b>4.2 Proses Metalotermal .....</b>	<b>29</b>
<b>4.3 spektra IR Si campuran dari silika p.a .....</b>	<b>32</b>
<b>4.4 spektra IR Si campuran dari <i>flyash</i> .....</b>	<b>35</b>

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
<b>A. Lampiran perhitungan .....</b>	<b>42</b>
1. Pembuatan larutan .....	42
2. Perhitungan gravimetri .....	42
3. Perhitungan Stoikiometri .....	43
4. Perhitungan massa jenis .....	44
5. Perhitungan persentase silika yang dapat terekstrak .....	46
6. Perhitungan persentase silikon yang dari silika p.a .....	46
7. Perhitungan persentase silikon yang diperoleh dari <i>fly ash</i> .....	48
<b>B. Lampiran daftar tabel .....</b>	<b>50</b>
1. Tabel kadar silika hasil ekstraksi .....	50
2. Tabel pengukuran AAS silikon dari silika p.a .....	50
3. Tabel pengukuran AAS silikon dari silika <i>fly ash</i> .....	50
<b>C. Lampiran daftar gambar .....</b>	<b>50</b>
1. Spectra IR pengulangan 650°C.....	51

## BAB 1. PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Silikon merupakan unsur kimia dengan nomor atom 14, periode 3, golongan 14 dan merupakan metaloid bentuk bubuk kristal yang berwarna hitam keabu-abuan. Sifat hantaran listrik silikon dapat dipengaruhi oleh temperatur. Pada temperatur tinggi bersifat sebagai penghantar listrik dan panas yang baik sedangkan pada temperatur rendah silikon bersifat sebagai isolator listrik dan panas. Silikon merupakan semikonduktor dengan ciri-ciri lebar celah energi 1,7 eV untuk silikon amorf dan 1,12 eV untuk kristal. Silikon sebagai semikonduktor biasanya digunakan untuk peralatan elektronik seperti untuk diode, transistor, dan bahan dasar untuk pembuatan sel surya. Manfaat silikon dalam bidang industri dapat digunakan sebagai salah satu pencegah korosi yakni sebagai campuran baja (Sunardi, 2006).

Silikon dapat diperoleh dalam bentuk amorf, kristalin, dibuat dalam bentuk nano kristalin dan umumnya diperoleh dari silika. Bahan-bahan yang banyak mengandung silika adalah *fly ash* (abu terbang) dan abu sekam padi. *Fly ash* merupakan limbah yang dihasilkan pada pembakaran batu bara yang berwarna hitam keabu-abuan yang berbentuk butiran halus. *Fly ash* mengandung beberapa senyawa kimia antara lain silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), fero oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), kalium oksida ( $\text{CaO}$ ), dan unsur tambahan lain (EPRI, 2009). Pembakaran batu bara dalam sekali proses menghasilkan *fly ash* sebanyak 80% dan sisanya merupakan *bottom ash* sebanyak 20%. Menurut Kementerian Lingkungan Hidup, Limbah *fly ash* yang diperoleh sebanyak 85 ton/hari dan limbah *bottom ash* sebanyak 48 ton/hari. Penelitian tentang silika dari *fly ash* telah banyak dilakukan. Retnosari (2013) telah berhasil mengekstraksi silika dari *fly ash*.

Isolasi silikon dari silika dapat dilakukan dengan metode metalotermal. Penelitian tentang silikon dari silika telah banyak dilakukan. Swatsitang dan Krochai (2009) berhasil mengisolasi silikon dari silika yang berasal dari abu sekam padi dengan metode metalotermal dengan menggunakan magnesium (Mg) sebagai pereduksi dan menggunakan gas Argon (Ar). Silikon yang diperoleh dari abu sekam padi memiliki kemurnian 99.98% pada suhu reduksi 650°C selama 3 jam. Armaina *et al* (2013) berhasil mengisolasi silikon dari silika yang berasal dari abu sekam padi dengan pengoksidasi Aluminium (Al) dan proses reduksi dilakukan dengan metode pengasaman. Komposisi silikon yang diperoleh sebesar 46.7236% pada suhu reduksi 650°C selama 180 menit. Olawale *et al* (2013) berhasil mengisolasi silikon dari silika yang berasal dari abu sekam padi dengan metode metalotermal dengan pengoksidasi magnesium (Mg) dimana campuran silika dan magnesium dihomogenkan dan dilakukan *pyrolysis*. Silikon direduksi pada suhu 650°C selama 3 jam. Silikon yang diperoleh memiliki nilai panjang gelombang 519.728  $\text{cm}^{-1}$  yang mendekati nilai standar pengukuran spektro raman yakni 520  $\text{cm}^{-1}$ .

Berdasarkan manfaat silikon dan banyaknya penelitian yang dilakukan untuk mengisolasi silikon maka hal ini dijadikan dasar untuk melakukan penelitian ini. Penelitian kali ini akan dilakukan isolasi silika dari abu terbang (*fly ash*) kemudian silika direduksi dengan metode metalotermal untuk memperoleh silikon. Metode metalotermal merupakan reaksi antara logam untuk mereduksi oksida atau halida. Reduksi silika dengan logam Mg digunakan untuk mengikat oksida. Logam yang dapat digunakan pada metode metalotermal yaitu magnesium (Mg), dan Aluminium (Al). Carbon (C) juga dapat digunakan sebagai pereduksi (Yilmaz, 2007). Penelitian kali ini dilakukan metode metalotermal tanpa perlakuan aliran gas argon. Proses metalotermal sederhana yang lebih ekonomis digunakan untuk memperoleh silikon dengan kualitas yang baik.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang dipaparkan di atas maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Berapa temperatur optimal reduksi silikon dengan metode metalotermal?
2. Berapa persentase silikon yang berhasil diisolasi menggunakan metode metalotermal?
3. Bagaimana kualitas hasil silikon yang diperoleh dari abu terbang (*fly ash*) dengan silika murni?

## 1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian pada penelitian ini adalah:

1. Menentukan temperatur optimal reduksi pada proses isolasi silikon.
2. Menentukan persentase silikon yang diisolasi menggunakan metode metalotermal.
3. Membandingkan kualitas silikon yang diperoleh dari abu terbang *fly ash* dengan silika murni.

## 1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat mengembangkan metode metalotermal sederhana. Pengembangan metode ini diharapkan dapat mengurangi, mengolah dan memanfaatkan limbah *fly ash*. Metode metalotermal juga dapat digunakan untuk memperoleh silikon dari abu terbang (*fly ash*).

## BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

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

Proses pembakaran batubara dari PLTU menghasilkan limbah yang berupa abu terbang (*fly ash*). Abu terbang batubara merupakan sisa pembakaran batubara yang berbentuk partikel halus amorf dan abu terbang mengandung banyak bahan anorganik yang terbentuk dari perubahan mineral (*mineral matter*). Proses pembakaran pada unit pembangkit uap (*boiler*) menghasilkan limbah padat yakni abu terbang (*fly ash*) dan abu dasar (*bottom ash*). Abu terbang ditangkap oleh *electric precipitator* sebelum pembuangan ke udara melalui cerobong. Partikel abu yang terbawa gas buang adalah *fly ash*, sedangkan *bottom ash* merupakan abu yang tertinggal dan dikeluarkan dari bawah tungku. Komposisi limbah abu yang dihasilkan yakni 80 - 90 % abu terbang, sedangkan sisanya 10 – 20 % abu dasar (Edy, 2007). Produksi limbah *fly ash* dan abu dasar dari tahun ke tahun meningkat sebanding dengan penggunaan batubara sebagai bahan baku dalam industri PLTU. Peningkatan ini tidak hanya terjadi di Indonesia namun juga di dunia. Penggunaan batubara pada proses pembakaran menghasilkan lebih banyak emisi limbah dibandingkan bahan bakar minyak dan gas (Harijono, 2006).

*Fly ash* adalah limbah industri yang berukuran butiran halus dan berwarna keabu-abuan. *Fly ash* kaya akan senyawa kimia antara lain silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), fero oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ), 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. Rumus empiris *fly ash* adalah  $\text{Si}_{1.0}\text{Al}_{0.45}\text{Ca}_{0.51}\text{Na}_{0.047}\text{Fe}_{0.039}\text{Mg}_{0.020}\text{K}_{0.013}\text{Ti}_{0.011}$ . komponen batu bara terbagi menjadi dua yakni fasa amorf (silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )) dan fasa kristalin ( $\alpha$ -quartz

(SiO<sub>2</sub>), mullit (2 SiO<sub>2</sub>.3AlO<sub>3</sub>), hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (Tanaka, 2002).

## 2.1.1 Jenis *Fly Ash*

Karakteristik *fly ash* dalam segi gradasi yakni jumlah prosentase yang lolos dari saringan No. 200 (0,074 mm) berkisar antara 60%-90%. Warna tampilan *fly ash* tergantung dari kandungan karbon. Semakin tinggi kandungan karbon maka warna *fly ash* semakin gelap. *Fly ash* memiliki sifat tahan terhadap air (*Hydrophobic*) (Setiawan, dkk., 2009).

Spesifikasi mengenai jenis dari abu terbang batubara (*fly ash*) dijelaskan dalam SNI S-15-1990-F. *Fly ash* digolongkan menjadi dua jenis, antara lain;

### 1. *Fly ash* kelas C

*Fly ash* kelas C merupakan sisa pembakaran dari batubara jenis *lignite* dan *subbituminous*. *Fly ash* kelas C memiliki sifat pozzolanik yang berfungsi sebagai semen. Reaksi dengan air *fly ash* jenis C ini akan mengeras. *Fly ash* kelas C lebih banyak mengandung silika (Ahmed, 1991).

### 2. *Fly ash* kelas F

*Fly ash* kelas F merupakan sisa pembakaran dari batubara jenis *antrasit* dan *bituminous*. *Fly ash* jenis ini memiliki sifat pozzolanik yang dimanfaatkan dalam semen Portland, kapur terhidrasi yang menghasilkan semen, dan bahan penambah aktivator seperti natrium silikat yang berfungsi sebagai bahan pembentuk geopolimer (Subekti, 2012).

## 2.1.2 Sifat Kimia dan Fisika *Fly Ash*

Sifat fisik dan kimia dari *fly ash* dipengaruhi oleh jenis batubara yang digunakan. *Fly ash* umumnya berwarna abu-abu. *Fly Ash* berbentuk butiran halus menyerupai bola padat berongga. Ukuran partikel hasil pembakaran bituminous atau *fly ash* kelas F lebih kecil dari 0.075 mm. Kerapatan *fly ash* berkisar antara 2100-300 kg/m<sup>3</sup> dan luas area spesifikasinya (diukur berdasarkan permeabilitas udara *Blaine*)

bekisar 170-1000 m<sup>2</sup>/kg. Ukuran rata-rata partikel *fly ash* kelas C antara 0,01 mm-0,015 mm, luas permukaan 1-2 m<sup>2</sup>/g, massa jenis 2,2-2,4 g/L dan bentuk partikel *fly ash* kelas C umumnya berbentuk bola. Titik leleh *fly ash* lebih dari 2500°F (Nugraha dan Antoni, 2007).

Berikut ini merupakan tabel kandungan senyawa kimia dalam *fly ash* yang berasal dari PLTU Paiton-Probolinggo.

Tabel 2.1 Komposisi kimia *Fly Ash* PLTU Paiton

Komposisi kimia	Kandungan (%W)
SiO <sub>2</sub>	30,25-36,83
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	14,52-23,78
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,46-19,94
CaO	11,40-16,57
MgO	5,360-8,110
Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	0,140-0,480
Na <sub>2</sub> O	0,250-0,740
K <sub>2</sub> O	0,630-1,320
TiO <sub>2</sub>	0,830-1,050
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,630-3,750
SO <sub>3</sub>	3,010-7,280

(Sumber : PJB Paiton 2002).

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

Silika atau silikon dioksida merupakan bentuk senyawa kimia yang paling umum untuk persenyawaan silikon. Silika murni umumnya berbentuk kristobalit dan kuarsa. Struktur silika tersusun atas silikon yang berikatan secara tetrahedral terhadap empat atom oksigen, namun ikatannya memiliki sifat ionik. Kristobalit susunan atom silikon ditempatkan seperti halnya atom karbon dalam intan dengan keberadaan atom oksigen berada di tengah setiap pasangan atom. Silika dalam keadaan kuarsa terdapat bentuk heliks sehingga kristal berbentuk enansimorf (Cotton,1989).

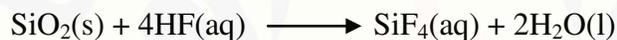
Kelimpahan silika di alam memiliki banyak manfaat dikarenakan struktur dari silika merupakan unit yang umumnya mendasari kebanyakan mineral. Kristal silika memiliki dua ciri utama yakni:

1. Setiap atom silikon berada pada pusat tetrahedral yang terdiri dari empat atom oksigen.
2. Setiap atom oksigen berada ditengah antara dua atom silikon (Keenan, 1992).

## 2.2.1 Sifat Kimia dan Fisika Silika (SiO<sub>2</sub>)

Silika atau silikon dioksida berupa bubuk padatan yang berwarna putih. Silika memiliki massa molar sebesar 60.08 g.mol<sup>-1</sup>. Titik leleh dan titik didih silika berturut-turut adalah 1610°C dan 2230°C serta memiliki massa jenis sebesar 2,648 g/cm<sup>3</sup>.

Adapun sifat kimia dari silika yakni silika dapat larut dalam larutan NaOH serta dalam larutan alkali. Silika tidak dapat bereaksi dengan asam kecuali dengan asam hidrofleurida. Reaksi silika dengan asam :



Reaksi silika dengan asam berlebih :



Silika dapat bereaksi dengan basa terutama dengan basa kuat. Basa yang umum digunakan adalah hidroksida alkali. Berikut reaksi silika dengan natrium hidroksida :



(Vogel, 1985).

## 2.3 Silikon (Si)

Silikon merupakan unsur yang melimpah kedua di alam. Silikon di alam umumnya berikatan dengan oksigen yang ditemukan sebagai silikon oksida (pasir silika), kuarsa, dan dalam mineral silikat (Catton, 1989).

Silikon merupakan unsur kimia dengan nomor atom 14 periode III dan golongan 14. Silikon tergolong unsur semi logam berupa serbuk atau dalam bentuk kristal yang berwarna hitam keabu-abuan. Silikon dapat dipengaruhi oleh temperatur. Silikon pada temperatur tinggi bersifat sebagai penghantar listrik dan panas yang baik

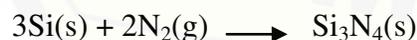
sedangkan pada temperatur rendah silikon bersifat sebagai isolator listrik dan panas (Sunardi, 2006).

Silikon merupakan salah satu semikonduktor yang baik berdasarkan sifat silikon yang dipengaruhi oleh temperatur. Silikon merupakan semikonduktor dengan ciri-ciri lebar celah energi 1,7 eV untuk silikon amorf dan 1,12 eV untuk silikon kristal. Silikon sebagai semikonduktor biasanya digunakan untuk peralatan elektronik seperti untuk diode dan transistor. Silikon digunakan sebagai salah satu pencegah korosi yakni digunakan dalam industri sebagai campuran baja. Silikon dapat diperoleh dalam bentuk amorf, kristalin, dan dapat dibuat dalam bentuk nano kristalin. Silikon dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk pembuatan sel surya (Sunardi, 2006).

### 2.3.1 Sifat Kimia dan Fisika Silikon (Si)

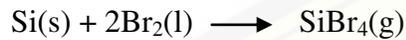
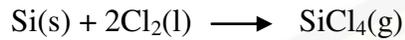
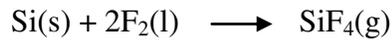
Silikon berbentuk padatan yang berwarna abu-abu. Silikon memiliki massa molar sebesar  $28.09 \text{ g mol}^{-1}$ . Silikon memiliki titik leleh dan titik didih berturut-turut  $1420^\circ\text{C}$ ,  $3280^\circ\text{C}$ , dan memiliki massa jenis  $2,53258 \text{ g/cm}^3$ . Adapun sifat kimia dari silikon yakni dapat larut dalam larutan NaOH. Silika tidak larut dalam air dingin dan air panas, kecuali dengan asam hidrofleurida (Greenwood *et al*, 1997).

Reaksi silikon dengan oksigen menjadi silikon dioksida dapat terjadi pada suhu  $1400^\circ\text{C}$ . Hal ini dikarenakan sifat silikon yang inert. Silikon dapat bereaksi dengan nitrogen di udara. Berikut reaksi silikon :



Silikon bereaksi dengan semua halogen untuk membentuk tetrahalida silikon. Silikon bereaksi dengan flourin ( $\text{F}_2$ ) menjadi silikon(IV)flourida, klorin ( $\text{Cl}_2$ ) menjadi silikon(IV)klorida, brom ( $\text{Br}_2$ ) menjadi silikon(IV)klorida, dan yodium ( $\text{I}_2$ ) menjadi silikon(IV)iodida. Reaksi silikon dengan flourin dapat berlangsung pada suhu kamar,

sedangkan untuk klorin, brom, dan iodium terjadi pada suhu lebih dari 300°C. Berikut reaksi silikon dengan halogen :



Silikon tidak dapat bereaksi dengan asam kecuali dengan asam florida.

Berikut reaksi silikon dengan asam florida :



Reaksi silikon dengan basa :



(Greenwood *et al.*, 1997).

## 2.4 Magnesium

Magnesium adalah elemen terbanyak kedelapan di kerak bumi yang membentuk 2% kulit bumi dan merupakan unsur terlarut ketiga pada air laut. Magnesium ditemukan di alam dalam bentuk mineral yang terdapat pada bebatuan, seperti dolomit, magnetit, dan olivin (cotton, 1989). Magnesium merupakan logam yang mudah terbakar dalam udara atau oksigen membentuk magnesium oksida (MgO) (Vogel, 1985).

Magnesium oksida (MgO) atau sering disebut sebagai magnesia merupakan mineral padat yang bersifat higroskopis. MgO terdiri dari satu kisi ion  $\text{Mg}^{2+}$  dan ion  $\text{O}^{2-}$  yang berikatan ionik. Magnesium oksida diproduksi melalui proses kalsinasi magnesium hidroksida dan magnesium karbonat. Magnesium oksida dapat diperoleh dari pemanasan magnesium klorida dengan kapur.

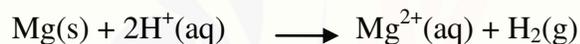
Magnesium oksida memiliki banyak kegunaan yakni digunakan sebagai campuran pembuatan semen, dalam bidang kesehatan magnesium oksida digunakan sebagai obat penghilang rasa mual atau antasida, magnesium oksida digunakan

sebagai isolator dalam industri kabel. Magnesium oksida juga digunakan sebagai bahan optik serta digunakan secara umum dalam pemanas sebagai komponen tubular (Ansari, 2014).

## 2.4.1 Sifat Kimia dan Fisika Magnesium (Mg)

Magnesium adalah logam yang berwarna putih dengan massa molar  $24,31 \text{ g.mol}^{-1}$ . Magnesium meleleh pada suhu  $650^\circ\text{C}$  dan mendidih pada suhu  $1100^\circ\text{C}$ . Massa jenis magnesium sebesar 1,74. Adapun sifat kimia magnesium adalah sedikit larut dalam air panas, tidak larut dalam air dingin, larut dalam hidrogen florida, garam ammonium dan asam.

Reaksi magnesium sebagai berikut:



(Greenwood *et al*, 1997).

## 2.5 Ekstraksi

Ekstraksi merupakan proses pemisahan zat dari campurannya dengan menggunakan pelarut tertentu. Pemilihan pelarut merupakan hal yang sangat dibutuhkan dalam ekstraksi. Pelarut yang digunakan harus mampu mengekstrak zat yang diinginkan tanpa melarutkan zat lain dalam campuran tersebut dengan kata lain pelarut tidak saling bercampur. Pemisahan secara ekstraksi terdiri dari tiga tahap dasar yakni :

1. Penambahan sejumlah pelarut agar bereaksi dengan sampel (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).

Ekstraksi dibagi menjadi dua bagian, yakni ekstraksi cair-cair dan ekstraksi padat-cair. Ekstraksi padat-cair dapat dilakukan dengan dua cara yakni ekstraksi sokhlet dan perkolasi dengan atau tanpa pemanasan. Terdapat metode ekstraksi yang lebih sederhana untuk mengekstrak padatan yakni dengan mencampurkan seluruh bahan dengan pelarut kemudian memisahkan larutan dengan padatan tidak larut (Muchsony, 1997).

Ekstraksi padat-cair merupakan proses pemisahan zat yang terlarut dari campurannya (padatan) dimana pelarut spesifik terhadap zat yang akan diambil dari padatannya. Ekstraksi padat cair juga disebut *leaching*. *Leaching* adalah proses meluruhnya bagian yang mudah terlarut (*solute*) dari padatan dengan menggunakan pelarut pada temperatur dan proses alir tertentu. Proses ini dilakukan untuk memperoleh zat yang diinginkan dalam suatu padatan (Treybal, 1980).

Faktor yang mempengaruhi laju ekstraksi antara lain adalah sebagai berikut :

1. Ukuran partikel

Ukuran partikel mempengaruhi laju ekstraksi dimana semakin kecil ukuran *solute*, akan semakin cepat proses ekstraksinya.

2. Pelarut (*Solvent*)

Pelarut merupakan hal yang sangat penting dalam ekstraksi. Pelarut harus memiliki selektivitas yang tinggi. Kelarutan zat yang ingin dipisahkan harus besar dalam pelarut yang digunakan. Kelarutan zat pengotor atau zat lain dalam pelarut harus sekecil mungkin. Pelarut juga harus memiliki viskositas yang rendah agar dapat bersirkulasi dengan mudah.

3. Temperatur

Temperatur dapat meningkatkan laju ekstraksi hal ini dikarenakan kelarutan mineral yang akan diekstraksi sebanding dengan peningkatan temperatur. Peningkatan temperatur diharapkan dapat meningkatkan harga koefisien difusi untuk memberikan laju ekstraksi yang lebih tinggi.

## 4. Agitasi fluida

Agitasi fluida pada pelarut akan memperbesar transfer materi dari permukaan sampel padatan terhadap pelarut. Agitasi fluida mampu mencegah terjadinya sedimentasi (Richardson, 2001).

Proses ekstraksi padat-cair memerlukan kontak yang sangat lama antara pelarut dan padatan. Perlakuan ini bertujuan agar semakin banyak zat yang diinginkan terekstrak. Proses ini umumnya digunakan untuk mengisolasi suatu substansi yang terkandung dibahan alam. Bahan yang diekstrak sebaiknya memiliki ukuran partikel yang seragam agar memudahkan terjadinya kontak antara bahan dan pelarut serta diperoleh hasil ekstraksi yang baik (Sudarmadji, dkk., 1996).

## 2.6 Gravimetri

Gravimetri adalah metode analisis kuantitatif berdasarkan bobot hasil senyawa yang diperoleh semurni mungkin. Penetapan dalam analisis gravimetri mengenai perubahan unsur atau radikal yang akan ditetapkan menjadi senyawa yang murni dan stabil yang dapat diubah menjadi bentuk yang mudah ditimbang (Vogel, 1985).

Reaksi yang mendasari metode analisis gravimetri umumnya seperti berikut :



keterangan : a adalah molekul analit A, bereaksi dengan r molekul analit R. Produk yang terbentuk AaRr. Produk biasanya berupa zat yang kelarutannya kecil. Penimbangan dilakukan setelah proses pengeringan. Reagensia R biasanya ditambahkan berlebih untuk menekan kelarutan endapan.

Prosedur gravimetri yakni menimbang endapan untuk menghitung bobot analit dalam sampel. Maka untuk memperoleh presentase analit A adalah :

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

(Underwood, 1986).

Pengendapan merupakan hal yang paling penting dalam analisis gravimetri. Berikut merupakan faktor-faktor yang mempengaruhi proses pengendapan :

1. Endapan sukar larut sehingga saat penyaringan tidak ada endapan yang lolos.
2. Endapan harus mudah dipisahkan dari larutan dengan cara penyaringan serta dilakukan pencucian hingga tidak ada zat pengotor.
3. Endapan dapat diubah menjadi suatu zat murni dengan komposisi kimia yang tertentu, hal ini dapat dicapai dengan pemijaran.

Kemurnian endapan tergantung pada zat-zat yang terdapat dalam larutan baik sebelum atau sesudah penambahan reagensia serta kondisi eksperimen pengendapan yang tepat (Vogel, 1985).

## 2.7 Metode Metalotermal

Metode metalotermal sering disebut metalotermik. Metalotermik merupakan salah satu metode yang dipelajari secara umum dalam ekstraksi metalurgi. Ekstraksi metalurgi dibagi menjadi tiga metode yakni hidrometalurgi, pirometalurgi, dan elektrometalurgi. Pirometalurgi merupakan metode yang mendasari pengembangan metode metalotermal. Metalotermal menggunakan prinsip yang sama dengan proses pemangangan reduksi dalam pirometalurgi.

Metalurgi merupakan ilmu dan teknologi yang mempelajari proses pengolahan mineral dan logam. Ruang lingkup metalurgi meliputi;

- a. Pengolahan mineral (*mineral dressing*)

Pengolahan secara fisik yang bertujuan untuk meningkatkan kadar logam dengan cara menghilangkan bagian bijih logam yang tidak diinginkan.

- b. Ekstraksi logam dari konsentrat mineral (*extractive metallurgy*)

Pemisahan logam hasil ekstraksi dari pengotor merupakan bagian mineral *dressing*. *Extractive metallurgy* merupakan pemisahan logam hasil ekstraksi dalam konsentrat dari material lain.

- c. Perakayaan sifat fisik logam (*physical metallurgy*)

Pengetahuan tentang sifat fisika dari logam. Bijih logam umumnya dalam bentuk oksida dan sulfida maka untuk memperoleh logam murni diperlukan reaksi reduksi oksidasi (Widodo, 2008).

Pirometalurgi merupakan suatu proses ekstraksi logam menggunakan energi panas. Suhu yang digunakan berkisar 500°C - 1600°C. Logam pada suhu 500°C - 1600°C kebanyakan berubah fasenya. Sumber energi panas pada proses pirometalurgi berasal dari;

1. Energi kimia (reaksi eksotermik)
2. Bahan bakar; kokas, gas dan minyak bumi
3. Energi listrik
4. Energi terselubung atau tersembunyi yakni berupa panas buangan untuk pemanasan awal.

Pirometalurgi terbagi menjadi 3 proses, antara lain;

1. *Drying* (pengeringan)

Suhu pengeringan diatur diatas titik didih air sekitar 120°C.

2. *Calcining* (klasinasi)

Klasiinasi merupakan dekomposisi panas material. Contoh dekomposisi *hydrate* seperti kalsium karbonat menjadi kalsium oksida dan karbon dioksida atau besi karbonat menjadi besi oksida.

3. *Roasting* (Pemanggangan)

Pemanasan dengan udara berlebih dimana udara dihembuskan pada bijih. Pemanasan disertai penambahan reagen dan tidak mencapai titik leleh (Widodo, 2008).

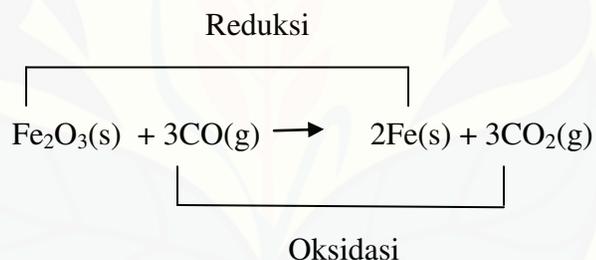
Metalotermik merupakan proses peleburan oksida logam dengan menggunakan logam lain sebagai reduktor. Metode ini dilakukan apabila logam stabil sehingga tidak dapat direduksi menggunakan karbon pada suhu relatif rendah. Reduksi menggunakan karbon dapat digunakan namun pada suhu yang sangat tinggi. Reaksi umumnya bersifat eksotermik sehingga kebutuhan kalor sebagian tercukupi (Hansen,

2012). Logam yang sering digunakan adalah Mg, Al, dan Ca. reduksi metalotermik merupakan perpindahan antara oksida logam terhadap logam lainnya (Yucel *et al*, 2014). Mekanisme redok ada dua macam, yakni:

1. Mekanisme transfer elektron, terjadi perpindahan elektron dari atom ke atom yang lain.
2. Mekanisme transfer atom, disini reduktor dan oksidator terikat satu dengan yang lain oleh jembatan atom, molekul atau ion. Melalui jembatan ini elektron berpindah dari satu atom ke atom lain (Underwood & Day, 1998).

Oksidasi berarti mendapatkan oksigen sedangkan reduksi kehilangan oksigen. Oksidator merupakan zat pengoksidasi yang memberikan oksigen. Reduktor merupakan zat pereduksi yang menerima oksigen.

Berikut reaksi redoks:



$\text{Fe}_2\text{O}_3$  : Oksidator

$3\text{CO}$  : Reduktor

(Clark, 2004).

## 2.8 Atomic Absorbtion Spectrofotometric (AAS)

AAS umumnya digunakan untuk analisa kuantitatif logam dalam sampel. Analisis umumnya menggunakan nyala lampu ataupun atomisasi elektrotermal. Analisis menggunakan AAS biasanya digunakan untuk sampel logam yang konsentrasinya sangat kecil (Siswoyo *et al*, 2007).

Teknik pengukuran AAS memiliki beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode spektroskopi emisi konvensional. AAS mampu mengukur perubahan energi eksitasi logam. AAS memiliki range optimum pada panjang gelombang 200-300 nm (Skoog *et al*, 1996).

Prinsip kerja AAS adalah absorpsi cahaya oleh atom. Atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu. Setiap atom memiliki panjang gelombang tertentu. Setiap atom memiliki konfigurasi elektron yang khas dimana merupakan karakteristik dari atom tersebut. Energi yang diserap atom digunakan untuk bereksitasi. Transisi elektronik merupakan keadaan atom dari keadaan dasar menuju keadaan tereksitasi (Khopkar, 2008).

Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari;

## 1. Hukum Lambert

Apabila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya medium yang mengabsorpsi.

## 2. Hukum Beer

Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Berikut persamaan dari kedua hukum tersebut;

$$I = I_0^{-abc}$$

$$\text{Log } I_0/I = \epsilon bc$$

$$A = \epsilon bc$$

Keterangan :  $I_0$  : Intensitas sumber sinar

$I$  : Intensitas sinar yang diteruskan

$\epsilon$  : Absorptivitas molar

$b$  : Panjang medium

$c$  : Konsentrasi atom

$A$  : Absorbansi

Persamaan di atas menyimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Underwood & Day, 1998).

Gangguan-gangguan pada AAS dapat menyebabkan pembacaan absorbansi unsur yang dianalisis menjadi lebih kecil atau lebih besar dari nilai yang sesungguhnya. Gangguan yang dapat terjadi dalam AAS adalah sebagai berikut;

1. Gangguan yang berasal dari matriks sampel.

Sifat matriks sampel berupa viskositas, tegangan permukaan, berat jenis, tekanan uap, dan pengendapan unsur.

2. Gangguan kimia.

Gangguan kimia dapat mempengaruhi jumlah atau banyaknya atom dalam nyala. Terbentuknya atom-atom netral yang masih dalam keadaan gas dapat dipengaruhi oleh :

- a. Disosiasi senyawa yang tidak sempurna

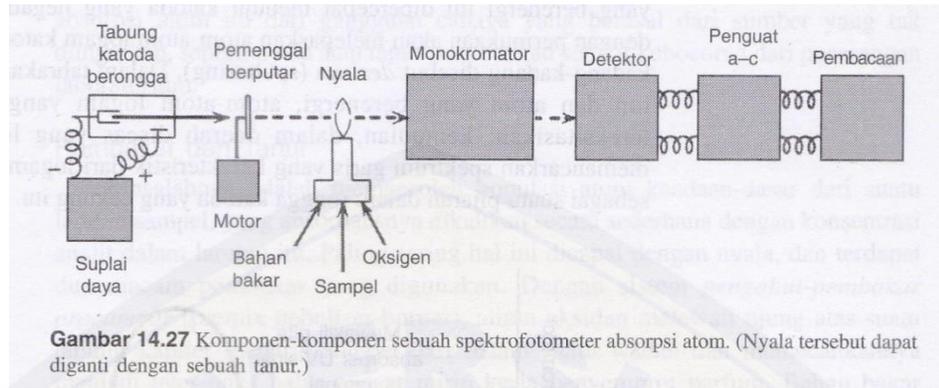
Disosiasi disebabkan oleh terbentuknya senyawa yang bersifat refraktorik (sukar terurai dalam nyala api). Terbentuknya senyawa yang bersifat refraktorik ini akan mengurangi jumlah atom netral dalam nyala.

- b. Ionisasi atom dalam nyala

Ionisasi atom dalam nyala dapat terjadi jika suhu yang digunakan untuk atomisasi terlalu tinggi.

3. Gangguan yang disebabkan oleh absorbansi atom yang bukan dianalisis, yakni absorbansi molekul yang tidak terdisosiasi di dalam nyala (Gholib, 2007).

Atomisasi terjadi melalui beberapa tahap yakni mula-mula larutan disemprotkan dalam bentuk kabut ke dalam nyala api. Proses selanjutnya adalah desolvasi pelarut menggunakan sisa partikel padat yang halus pada nyala api. Partikel ini berubah menjadi gas dan sebagian atau seluruhnya mengalami disosiasi menjadi atom-atom (Basset, 1994).



Gambar 2.1 Instrumentasi AAS (Sumber: Day, 1998).

Spektroskopi serapan atom terdiri dari beberapa komponen antara lain;

1. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang sering dipakai adalah lampu *hallow catode*. Lampu ini digunakan untuk memberikan garis emisi yang tajam dari spesifik unsur tertentu. Fraksi uap logam akan tereksitasi dan mengemisikan radiasi resonansi ke semua arah pada panjang gelombang yang sesuai.

2. Flame dan Nebulizer

Tungku merupakan tempat pembakaran untuk memecah larutan sampel pada tetesan halus dan menyemburkan ke dalam nyala untuk atomisasi.

3. Monokromator

Monokromator digunakan untuk memisahkan dan mendispersikan sinar yang ditransmisikan oleh atom dalam bentuk pancaran cahaya dari lampu katoda yang digunakan berdasarkan garis spektrum. Monokromator yang sering digunakan berbentuk prisma.

4. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengukur sinar yang ditransmisikan dan memberikan sinyal sebagai respon terhadap sinar yang diterima.

(Siswoyo *et al*, 2007).

Analisis kuantitatif pada AAS harus dilakukan berdasarkan beberapa hal sebagai berikut;

1. Larutan sampel dibuat dengan konsentrasi encer (konsentrasi ppm).
2. Kadar unsur yang dianalisis tidak lebih dari 5% dalam pelarut yang sesuai.
3. Pelarut yang digunakan adalah pelarut untuk analisis (p.a).

Langkah Analisis:

- Pembuatan larutan standar
- Pembuatan kurva baku
- Menggunakan persamaan garis lurus

$$Y = a + b$$

Dimana: Y = absorbansi

a = intersep

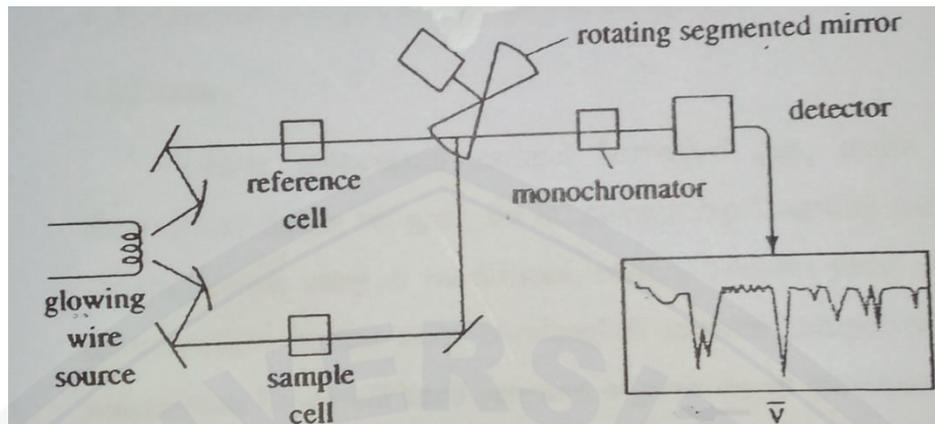
b = slope

x = konsentrasi

Penentuan kadar sampel dapat dilakukan dengan memplotkan data absorbansi yang diperoleh ke dalam persamaan garis yang diperoleh (Underwood & Day, 1998).

## 2.9 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi Inframerah adalah metode yang untuk melihat interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik. Prinsip dari spektroskopi inframerah yakni interaksi antara vibrasi atom atau gugus fungsi dalam molekul yang terjadi karena adanya adsorpsi radiasi gelombang elektromagnetik inframerah. Adsorpsi inframerah menyebabkan eksitasi energi vibrasi molekul dari tingkat rendah ke tingkat yang lebih tinggi. Molekul yang akan dianalisis harus memiliki perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi agar dapat diabsorpsi.



Gambar 2.2 Instrumen IR (Sumber: Siswoyo *et al*, 2007).

Bilangan gelombang silika terbagi menjadi tiga yakni daerah ( $12800-4000\text{ cm}^{-1}$ ), ( $4000-200\text{ cm}^{-1}$ ), dan ( $200-10\text{ cm}^{-1}$ ). Daerah  $4000-690$  merupakan daerah yang umum muncul sebagai bilangan gelombang dari senyawa yang diamati (Khopkar, 2008). Gambar 2.3 merupakan gambar spectra IR silika murni.



Gambar 2.3 spectra IR silika p.a ( sumber: sriyanti dkk., 2005).

## BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Pelaksanaan penelitian akan dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik dan Kimia Dasar Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember. Penelitian dilakukan mulai Februari 2015 sampai Agustus 2015.

### 3.2 Alat dan Bahan

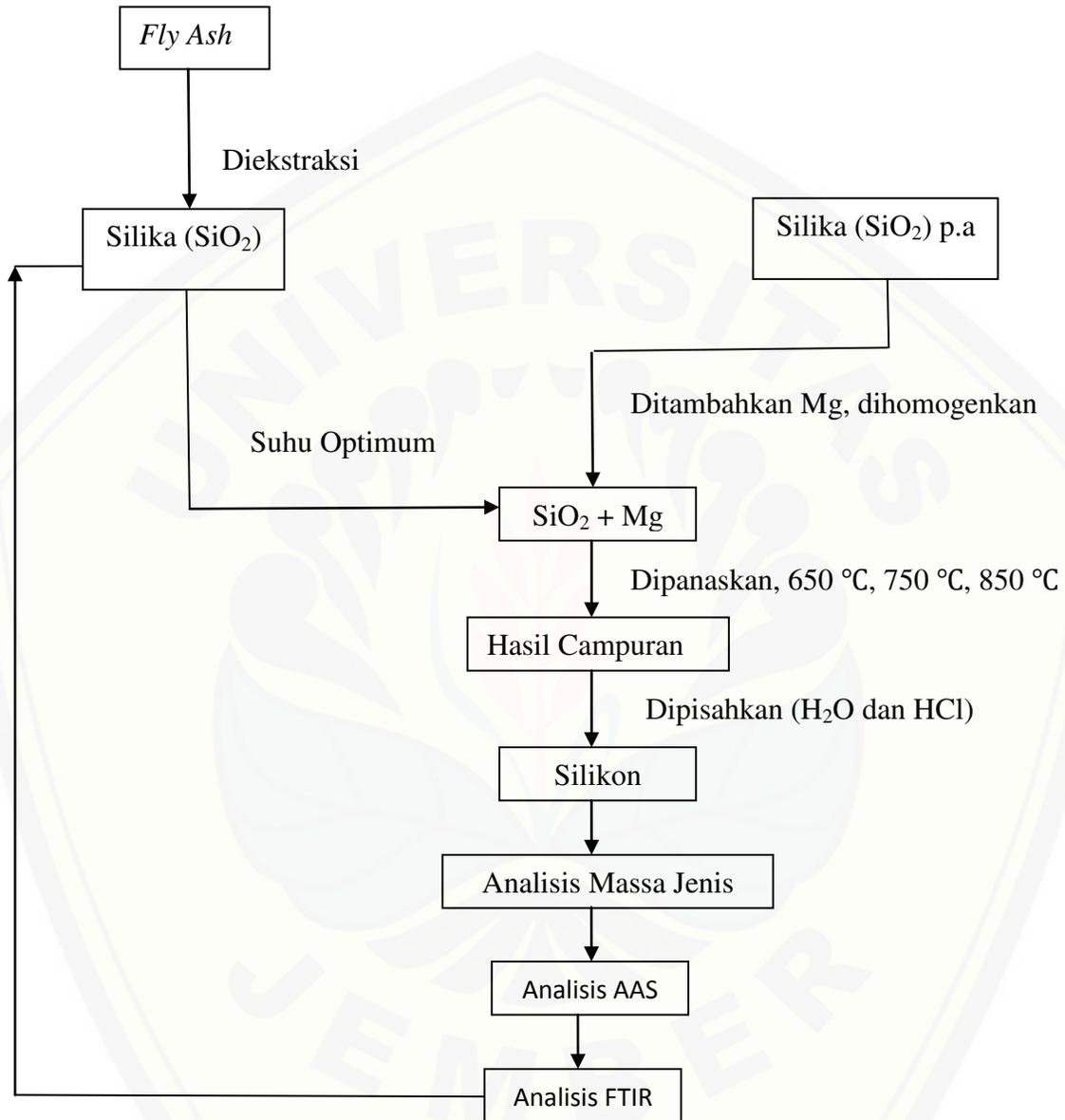
#### 3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah cawan nikel, *beaker glass* 1000 mL, *beaker glass* 250 mL, *beaker glass* 150 mL, corong, kertas Saring whatman no.41, pH meter, hot plate HP-3000, stirer, oven, *furnace*, gelas ukur 100 mL, desikator, mortar, batang penumbuk, neraca analitik ohaus, pipet tetes, pengaduk, kaca arloji, labu ukur 1 L, penjepit, piknometer, AAS, FTIR.

#### 3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *fly ash* dari PLTU Paiton-Probolinggo, Kristal NaOH, Akuades, HCl Merck 37%, Magnesium, Silika murni, HNO<sub>3</sub> Merck p.a, HF Merck p.a, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Merck p.a.

### 3.3 Diagram Alir Penelitian



### 3.4 Prosedur Penelitian

#### 3.4.1 Pembuatan Larutan

a. Pembuatan larutan NaOH 3M

Pembuatan larutan NaOH 3M dilakukan dengan melarutkan 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 mengencerkan 83,3 mL HCl 37% (12 M) dengan akuades ke dalam labu ukur 1 L sampai tanda batas.

#### 3.4.2 Preparasi Sampel

Sebanyak 200 gram *fly ash* yang diambil dari PLTU Paiton-Probolinggo direndam dalam air panas sebanyak 1 L selama 2 jam untuk mengekstrak bahan organik larut dalam air sehingga tidak menjadi pengotor pada proses ekstraksi silika. Didekantasi dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 24 jam (Retnosari, 2013).

#### 3.4.3 Ekstraksi Silika

Sebanyak 25 gram sampel direndam dalam 150 mL NaOH dengan konsentrasi 3 M. Sampel dipanaskan pada suhu 65-70°C disertai pengadukan dengan kecepatan 150 rpm dan dibiarkan selama 3 jam. Sampel disaring dan filtrat (mengandung silika terlarut) ditampung. Filtrat ditambahkan HCl 1 M untuk mengendapkan silika. Penambahan HCl dilakukan secara bertahap hingga pembentukan endapan silika tidak terbentuk kembali. Penambahan HCl dilakukan pada pH  $\pm 7$ . Hasil yang diperoleh didiamkan selama 18 jam. Endapan yang diperoleh dipisahkan dan dicuci dengan akuades panas untuk menghilangkan kelebihan asam. Silika yang diperoleh dari perlakuan ini dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 6 jam untuk menghilangkan air (Retnosari, 2013).

#### 3.4.4 Analisa Kuantitatif dengan Gravimetri

Silika ditimbang  $\pm 1$  gram lalu ditambahkan 5 mL HCl 1:1 (v/v), kemudian diuapkan, selama proses penguapan ditambahkan 15 mL HCl 1:1 (v/v). Hasil penguapan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 30 menit. Ditambahkan 5 mL HCl 1:1 (v/v), dipanaskan dan ditambahkan 50 mL akuades panas. Campuran disaring pada kondisi panas dengan kertas saring ukuran medium no.41. Wadah beserta residu dicuci dengan HCl 1:50 (v/v) panas kemudian dicuci dengan akuades hingga larutan pencuci bersifat netral. Filtrat dan hasil diuapkan dalam oven pada suhu 110°C selama 30 menit. Perlakuan dilakukan duplo. Dilakukan penyaringan lalu kertas saring dan residu dikeringkan pada suhu 110°C dan dibakar pada suhu 900°C. Hasil yang diperoleh didinginkan desikator kemudian ditimbang hingga berat konstant. Catat berat wadah dan isinya selanjutnya dilakukan volatilisasi dengan HF, ditambahkan sedikit akuades pada residu, 4 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:1 (v/v) dan 10 mL HF 48%. Campuran tersebut diuapkan. Wadah dibakar untuk mendapatkan berat konstan pada 900°C. Dicatat berat wadah dan isinya.

Perhitungan kadar SiO<sub>2</sub> dilakukan dengan mengurangi berat wadah beserta isi sebelum dan sesudah ditambahkan HF.

$$\text{Hasil gravimetri \% SiO}_2 = \frac{A - B \times 100}{1 \text{ gram}}$$

Keterangan :

A : Massa sampel sebelum ditambahkan HF

B : Massa sampel setelah ditambahkan HF

(Greenberg, *et al.*, 1992).

#### 3.4.5 Isolasi Silikon dengan Metode Metalotermal

Sebanyak 2 gram bubuk silika dimasukkan ke dalam cawan nikel. Ditambahkan 1,595 gram bubuk magnesium. Campuran silika dan magnesium

dihomogenkan menggunakan pengaduk. Campuran tersebut dipanaskan pada suhu dengan variasi 650°C, 750°C, dan 850°C selama 3 jam. Hasil pemanasan didinginkan di dalam desikator selama 30 menit. Residu yang diperoleh dicuci dengan HCl 1M dan akuades. Residu dikeringkan pada suhu 100°C selama 30 menit. Keadaan optimum pada proses diatas digunakan pada silika yang diperoleh dari diekstraksi *fly ash*.

### 3.4.6 Karakterisasi Silikon Hasil isolasi

#### 3.4.6.1 Uji kuantitatif

##### a. Menentukan massa jenis silikon

Silikon yang diperoleh ditentukan massa jenisnya. Ditimbang massa piknometer kosong beserta tutupnya ( $m_1$ ). Ditimbang massa piknometer penuh air beserta tutupnya ( $m_2$ ). Ditimbang massa piknometer berisi Si beserta tutupnya ( $m_3$ ). Ditimbang massa piknometer berisi Si dan dipenuhi air beserta tutupnya ( $m_4$ ).

$$\rho_{Si} = \frac{(m_3 - m_1)}{(m_2 - m_1) - (m_4 - m_3)} \times \rho_{air}$$

##### b. Analisis kadar Si menggunakan AAS

Sampel sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam cawan platinum dibakar pada suhu 400 °C. Sampel dipindahkan ke dalam beaker Teflon 100 mL. sampel diekstraksi dengan (1+1) HCl pada suhu 60-80 °C selama satu jam. Supernatan (larutan yang mengandung logam) dituang ke dalam labu ukur 250 mL. Residu ditambahkan masing-masing 10 mL HF dan HCl lalu diuapkan hingga kering. Diulangi penambahan masing-masing 5 mL HF dan HCl seperti langkah diatas kemudian diuapkan hingga kering. Residu yang diperoleh dilarutkan dengan sedikit HCl. Disatukan larutan ke dalam labu ukur 250 mL. diencerkan larutan asam hingga 5% (v/v) HCl. Dilarutkan dengan air deionisasi lalu dianalisis kadar silikon (Elmer, 1982).