

# Ekstraksi Silika Dari Fly Ash Batubara (Studi Pengaruh Variasi Waktu Ekstraksi, Jenis Asam Dan pH)

M. H. A. Fatony\*, T. Haryati, M. Mintadi

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember

\*E-mail: [hisyam.fatony@gmail.com](mailto:hisyam.fatony@gmail.com)

## ABSTRAK

Fly ash merupakan produk sisa pembakaran batubara dengan kandungan senyawa diantaranya  $\text{SiO}_2$  33,3%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  14%,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  26,2%,  $\text{CaO}$  22,1 %,  $\text{K}_2\text{O}$  1,3%,  $\text{SO}_3$  0,5%, dan  $\text{TiO}_2$  1,18% . Silika dalam fly ash memiliki persentase paling tinggi sehingga cukup potensial untuk diolah menjadi silika bahkan silikon. Metode yang digunakan meliputi proses leaching dengan asam, ekstraksi, analisa kualitatif dengan FTIR dan analisa kuantitatif dengan gravimetri. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu ekstraksi, jenis asam dan pH pengendapan terhadap massa silika xerogel dan kadar silika. Silika diekstrak menggunakan NaOH 3M dengan variasi waktu 120, 150 dan 180 menit, diendapkan dengan HCl dan asam sulfat pada rentang pH 5-7. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu ekstraksi maka massa silika xerogel semakin tinggi, reagen HCl lebih efisien jika dibandingkan asam sulfat karena menghasilkan kadar silika paling tinggi berturut-turut sebesar 31,17 % dan 30,27 %. Diperoleh pH optimum untuk menghasilkan silika xerogel paling tinggi pada pH 6-6,5 , sedangkan pH optimum untuk menghasilkan kadar paling tinggi pada rentang 5-5,5. Hasil FTIR menunjukkan silika xerogel mengandung gugus Si-O dari siloksan (Si-O-Si) pada bilangan gelombang 1076 dan 1082,51  $\text{cm}^{-1}$ .

**Kata Kunci :** Silika, Fly ash, FTIR

## PENDAHULUAN

Berdasarkan laporan monitoring lingkungan oleh PT.SUCOFINDO tahun 2013 jumlah *fly ash* yang diproduksi oleh PLTU PAITON selama tahun 2013 sekitar 48.019 ton. Sebanyak 47.602 ton telah dimanfaatkan oleh pihak ketiga seperti pabrik semen sehingga jumlah *fly ash* yang ditimbun sisa 417 ton (PT. SCOFINDO. 2013)

Komposisi kimia *fly ash* PLTU Paiton memiliki kandungan senyawa senyawa  $\text{SiO}_2$  33,3%,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  14%,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  26,2%,  $\text{CaO}$  22,1 %,  $\text{K}_2\text{O}$  1,3%,  $\text{SO}_3$  0,5%, dan  $\text{TiO}_2$  1,18%. Data tersebut menunjukkan silika memiliki persentase lebih tinggi dibandingkan senyawa lain sehingga bisa dijadikan bahan mentah untuk mendapatkan silika (Wiyanti, N. D., dan Ediaty, R. 2010).

Silika adalah bahan utama yang terkandung dalam banyak batuan, seperti granit dan batuan pasir. Silika gel merupakan partikel koloid dengan bentuk tiga dimensi yang kaku sedangkan bubuk silika adalah partikel silika gel yang saling terhubung satu sama lain dalam ikatan yang lemah (Iler, K. R. 1978).

Menurut Kalapathy., *et al* (2002) ekstraksi silika meliputi beberapa proses diantaranya *leaching*, ekstraksi, dan pengendapan. *Leaching* bertujuan untuk mengurangi pengotor, ekstraksi adalah proses pemisahan silika dari *fly ash*, dan pengendapan silika untuk menghasilkan xerogel (Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, j. 2002). Xerogel merupakan bentuk silika gel yang telah dihilangkan pelarutnya dengan cara

diuapkan [Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, J. 2000].

Berdasarkan penelitian Kalapathy., *et al* (2000) ekstraksi silika dari sekam padi memiliki pH optimum proses *leaching* pada pH 1 yang mampu mengurangi kandungan oksida logam lain hingga tersisa kadar kurang dari 0,1% (Prasad, R., & Pandey, M. 2012). Penelitian Kalapathy., *et al* (2002) memperoleh kadar silika yang lebih tinggi pada pH 4 dibandingkan dibandingkan pH 7 (Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, j. 2002). Silika xerogel yang dihasilkan akan dilakukan analisis kualitatif menggunakan alat FTIR sedangkan analisis kuantitatif menggunakan metode gravimetri.

## METODE PENELITIAN

Alat gelas, ball pipet, corong buchner, desikator, FTIR, kertas saring *Whatman* No. 41, kertas saring *Whatman* No. 40, neraca analitik *ohaus*, oven, pengaduk stirrer magnetik, pH meter, pipet mohr, pipet tetes, pipet volum, termometer, tungku pemanas (*furnace*), wadah platina, dan cawan nikel.

### Bahan

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah *fly ash*. Bahan kimia yang digunakan adalah Akuades, Asam Oksalat, Borak, HCl merkck 37%,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  merkck 98%, kristal NaOH dan HF merkck 48%.

### Preparasi sampel

50 gram *fly ash* dimasukkan ke dalam beaker dan ditambahkan 250 mL akuades panas suhu 100° C, diaduk dan didiamkan selama 2 jam (Retnosari, 2013). Selanjutnya didekantasi dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100° C selama 12 jam.

### Proses leaching fly ash

*Fly ash* yang telah dicuci, ditimbang sebanyak 30 gram dan dimasukkan ke dalam wadah yang berisi 180 mL akuades, ditambahkan HCl 1M hingga pH 1 (Kalapathy., *et al* 2000). Larutan diaduk dengan stirrer magnetik dengan kecepatan 300 rpm selama 2 jam. Kemudian disaring dengan corong *buchner* dan residunya dicuci dengan akuades untuk menghilangkan klorida hingga pH filtratnya netral. Residu dimasukkan dalam oven pada suhu 100° C selama 24 jam.

### Ekstraksi silika dari fly ash

*Fly ash* yang telah melalui proses *leaching* ditimbang 25 g dan direndam dalam 150 mL NaOH 3M. Kemudian dipanaskan pada suhu 70° C dan disertai pengadukan konstan pada 150 rpm (Retnosari, 2013) pada variasi waktu ekstraksi 120, 150 dan 180 menit. Larutan disaring dengan kertas saring *whatman* No. 41 selanjutnya filtrat didinginkan pada temperatur ruang, kemudian diendapkan dengan ditambahkan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1M disertai pengadukan konstan menggunakan stirer magnetik pada 150 rpm, penambahan asam diulang dengan menggunakan HCl 1M. Penambahan asam dilakukan pada rentang pH 5-5,5; 5,5-6; 6-6,5 dan 6,5-7. Kemudian dilakukan proses *aging* selama 18 jam. Selanjutnya disaring dan residunya dikeringkan dalam oven pada suhu 80° C selama 12 jam untuk menghasilkan *xerogel*.

### Analisa Kualitatif menggunakan FTIR

Xerogel yang dihasilkan dari proses ekstraksi selanjutnya dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada xerogel.

### Analisa kuantitatif menggunakan metode gravimetri

1 gram xerogel ditimbang, dan dimasukkan dalam beaker 120 mL. Kemudian ditambahkan 5 mL HCl 1:1 (v/v), lalu diuapkan diatas *hot plate*, selama penguapan ditambahkan 15 mL HCl 1:1 (v/v). Selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110° C selama 30 menit. Kemudian ditambahkan 5 mL HCl 1:1 (v/v) dan 50 mL akuades panas. Larutan disaring dalam kondisi panas dengan kertas saring ukuran medium No. 40. Wadah beserta residu dicuci dengan HCl 1:50 (v/v) selanjutnya dengan sedikit akuades panas hingga larutan pencuci bersifat netral. Residu dan kertas saring ditempatkan dalam cawan dan dioven pada suhu 110° C selama 30 menit, perlakuan tersebut dilakukan duplo. Selanjutnya kertas saring dan residu ditempatkan dalam cawan nikel dan difurnace pada suhu 900° C selama 30 menit. Sampel didinginkan dalam desikator selama 20 menit, ditimbang, hingga diperoleh berat konstan

(sebagai massa sebelum direaksikan dengan HF). Berat cawan dan isinya dicatat. Sampel dimasukkan dalam beaker 120 mL. Selanjutnya residu ditambahkan 5 mL akuades, dan 4 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1:1 (v/v) kemudian ditambah 10 mL HF 48 %, lalu diuapkan diatas *hot plate*. Kemudian sampel ditempatkan dalam cawan nikel dan difurnace pada 900° C. Kemudian dimasukkan kedalam desikator selama 20 menit dan dicatat berat hingga konstan (sebagai massa setelah direaksikan dengan HF).

Penghitungan kadar SiO<sub>2</sub> dilakukan dengan mengurangi berat wadah dan isinya sebelum perlakuan HF dengan berat setelah perlakuan HF.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses *leaching* dilakukan pada kondisi larutan dengan nilai pH 1 karena pada pH tersebut efektif untuk mengurangi pengotor yang merupakan oksida logam lain dalam *fly ash* (Kalapathy, 2000). Berdasarkan reaksi diatas, pengotor bisa bereaksi dengan HCl membentuk garam dan air. Garam FeCl<sub>3</sub>, KCl dan AlCl<sub>3</sub> sangat larut dalam air (Kurniati, 2009). Kelebihan asam dihilangkan dengan cara pencucian residu *fly ash* saat filtrasi hingga filtrat hasil pencucian mencapai pH netral sehingga jumlah pengotor juga akan berkurang.

### Silika xerogel hasil ekstraksi dan massa silika hasil gravimetri

Silika xerogel merupakan bentuk silika gel yang telah dihilangkan pelarutnya dengan cara diuapkan (Prasad & Pandey, 2012). Hasil penelitian menunjukkan silika xerogel dengan pengendap HCl diperoleh massa rata-rata tertinggi sebesar 2,758 gram dan massa rata-rata tertinggi dengan pengendap H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> adalah 3,361 gram.

### Hasil analisa kuantitatif dengan metode gravimetri

Hasil penelitian menunjukkan kadar rata-rata silika tertinggi dengan pengendap HCl pada waktu ekstraksi 180 menit adalah 31,17 persen dan kadar rata-rata silika tertinggi dengan pengendap H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada waktu ekstraksi 150 menit adalah 30,27 persen. Sedangkan massa rata-rata silika paling tinggi untuk hasil gravimetri dengan pengendap HCl dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> beturut-turut adalah 0,313 gram pada 180 menit dan 0,304 gram pada 150 menit. Massa silika xerogel, dan kadar silika yang diperoleh dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya waktu ekstraksi, pengasaman, serta pH selama proses terbentuknya gel. Berikut akan dijelaskan bagaimana faktor diatas berlaku terhadap hasil ekstrak dan kadar SiO<sub>2</sub> dalam silika xerogel.

### Pengaruh waktu ekstraksi terhadap massa silika xerogel

Massa silika xerogel dengan pengendap HCl ditampilkan pada Gambar 1.a massa xerogel paling tinggi diperoleh pada waktu ekstraksi 180 menit di

semua rentang pH akan tetapi kenaikannya tidak signifikan dibandingkan massa xerogel dari 120 menit ke 150 menit. Sedangkan massa silika xerogel yang diperoleh dengan pengendap  $H_2SO_4$  seperti pada Gambar 1.b yang juga menampilkan pola massa dari tiga variasi waktu ekstraksi, diperoleh massa xerogel tertinggi terletak pada waktu ekstraksi 150 menit karena terjadi penurunan massa xerogel pada waktu ekstraksi 180 menit di semua rentang pH. Berdasarkan penjelasan tersebut dapat dikatakan bahwa kemampuan pelarut untuk bereaksi terhadap kandungan silika dalam *fly ash* yang terambil akan semakin besar seiring meningkatnya waktu ekstraksi. Akan tetapi hal tersebut tidak berlaku saat waktu ekstraksi 180 menit karena mengalami penurunan massa xerogel.

### Pengaruh waktu ekstraksi terhadap kadar silika

Grafik pada waktu ekstraksi 180 menit dengan reagen HCl merupakan waktu optimum untuk menghasilkan kadar silika paling tinggi seperti yang tampak pada Gambar 2.a. Ketiga waktu ekstraksi untuk reagen  $H_2SO_4$  pada Gambar 2.b menunjukkan grafik waktu ekstraksi 150 menit merupakan waktu optimum untuk memperoleh kadar paling tinggi, karena pada waktu ekstraksi 180 menit kadar silikanya lebih rendah bahkan dibawah nilai kadar silika pada grafik waktu ekstraksi 120 menit, hal ini mungkin disebabkan oleh pengotor dalam xerogelnya.

### Pengaruh asam dan pH terhadap massa silika xerogel

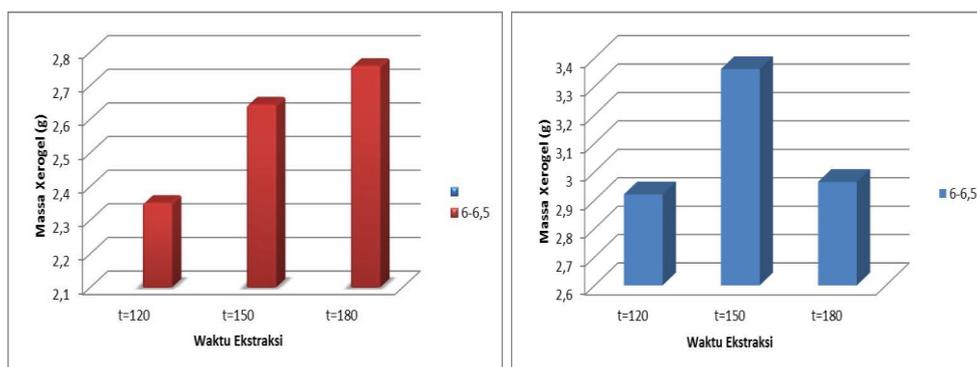
Massa xerogel yang diperoleh menggunakan reagen  $H_2SO_4$  lebih besar dibandingkan dengan HCl. Selain itu pengendapan dengan reagen  $H_2SO_4$  lebih optimal jika melihat volume dari  $H_2SO_4$  yang ditambahkan pada

rentang pH yang sama lebih sedikit dibandingkan HCl mengingat  $H_2SO_4$  merupakan asam kuat diprotik sehingga proton yang bereaksi jumlahnya sama dengan volume yang lebih sedikit.

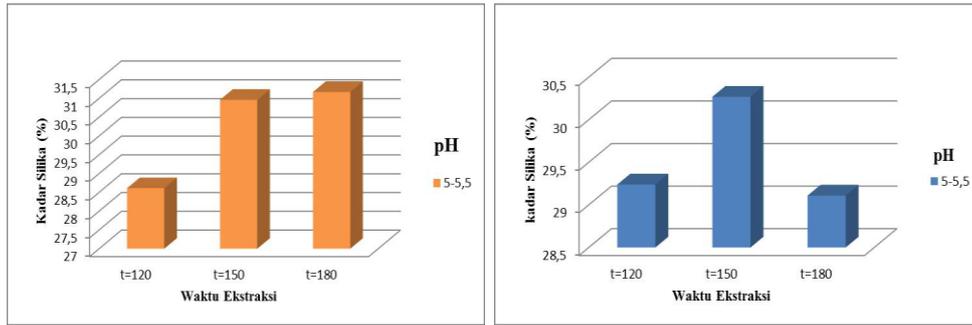
Gambar 3 menampilkan massa xerogel disetiap rentang pH pada waktu ekstraksi 150 menit. Massa xerogel paling tinggi terdapat pada rentang pH 6-6,5 kemudian mulai menurun pada pH 6,5-7. Perubahan massa pada rentang pH tertentu tidak lepas dari efek pH pada proses gelling. Gambar 4 menunjukkan massa rata-rata xerogel paling tinggi pada rentang pH 6-6,5 masing-masing untuk HCl sebesar 2,463 gram dan 3,361 gram untuk  $H_2SO_4$  artinya pH tersebut merupakan pH optimum untuk menghasilkan xerogel.

### Pengaruh jenis asam dan pH terhadap kadar silika

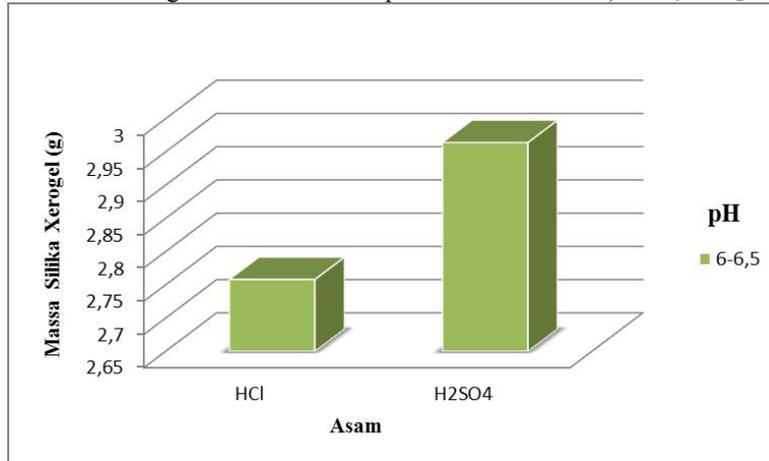
Gambar 5 menunjukkan kadar silika dengan reagen HCl memiliki nilai yang lebih tinggi dibandingkan reagen  $H_2SO_4$  pada waktu ekstraksi 150 menit, khususnya pada rentang pH 5-5,5 di mana pada pH tersebut massa dan kadar silika memiliki nilai paling tinggi baik diseluruh waktu ekstraksi dan di kedua asam. Kemungkinan yang terjadi pada xerogel dengan reagen  $H_2SO_4$  khususnya pada rentang pH 5-5,5 terdapat koagulan seperti kation-kation dari oksida logam lain seperti  $Al_2O_3$ , CaO bahkan  $Fe_2O_3$  yang bisa menyebabkan terjadinya koagulasi dimana akan dihasilkan endapan bukan gel. Proses gelling pada pH asam memang berlangsung lambat akan tetapi partikelnya meningkat dalam jumlah dan menurun dalam ukurannya memiliki muatan yang sedikit sehingga kemungkinan terjadi tumbukan dan agregasi semakin besar. Selain itu gel yang dihasilkan pada pH asam memudahkan proses difusi ion natrium dan anion lain sehingga kadar silikanya lebih tinggi.



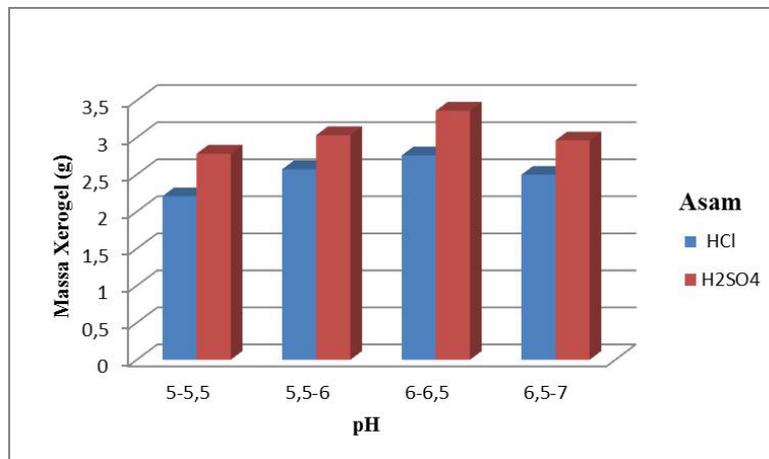
Gambar 1. Grafik massa xerogel dengan reagen : a). HCl, b).  $H_2SO_4$



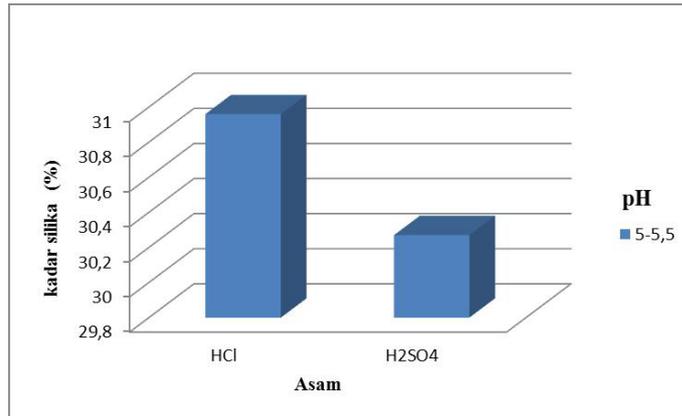
Gambar 2. Pengaruh waktu terhadap kadar silika oleh: a). HCl, b). H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



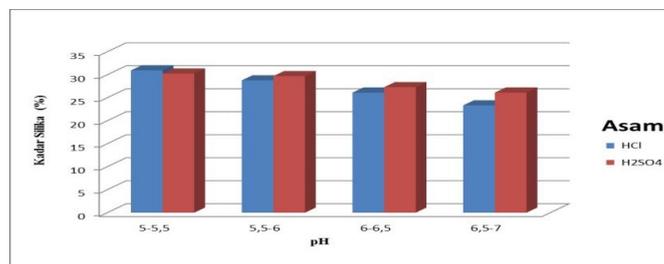
Gambar 3. Pengaruh asam terhadap massa xerogel



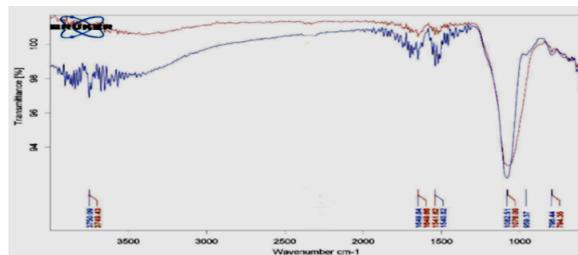
Gambar 4. Pengaruh pH terhadap massa xerogel



Gambar 5. Pengaruh asam terhadap kadar SiO<sub>2</sub>



Gambar 6. Pengaruh pH terhadap kadar SiO<sub>2</sub>



Gambar 7. Spektra IR silika xerogel dari *fly ash*

### Hasil Karakterisasi silika xerogel menggunakan FTIR

Berdasarkan puncak yang muncul pada kurva IR Gambar 7, xerogel yang diperoleh memiliki kandungan silika didalamnya. Puncak paling tajam muncul didominasi oleh ikatan Si-O dari siloksan (Si-O-Si) sebagai vibrasi ulur asimetrik dan vibrasi ulur simetrik, juga muncul vibrasi ulur dari silanol (Si-OH). Data bilangan gelombang yang muncul bisa dilihat pada Tabel 1

**Tabel 1.** Bilangan gelombang dan gugus fungsi silika xerogel

Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )		Gugus Fungsi
HCl	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	
796,44	794,35	Vibrasi ulur simetris (Si-O-Si)

959,37	-	Vibrasi ulur (Si-OH)
1082,51	1076	Vibrasi ulur asimetris (Si-O-Si)
1649,84	1649,66	Vibrasi tekuk (H <sub>2</sub> O )
3750,09	3749,43	Vibrasi (OH)

### KESIMPULAN

Semakin lama waktu ekstraksi maka semakin meningkat massa xerogel dan kadar silikanya. Reagen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> menghasilkan massa xerogel yang lebih besar dibandingkan dengan reagen HCl, akan tetapi HCl memiliki efektifitas lebih baik dengan menghasilkan kadar silika lebih tinggi daripada H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Massa xerogel paling tinggi diperoleh pada pH 6-6,5 sedangkan kadar silika paling tinggi diperoleh pada pH 5-5,5. Hasil FTIR menunjukkan bahwa xerogel memiliki kandungan silika

dengan munculnya gugus fungsi siloksan pada bilangan gelombang  $1082,51\text{ cm}^{-1}$  dan  $1076\text{ cm}^{-1}$ .

#### DAFTAR PUSTAKA

- PT. SCOFINDO. 2013. "Monitoring Lingkungan, Laporan Tahunan. Makalah. Jakarta : Sprint Consultant
- Wiyanti, N. D., dan Ediati, R. 2010. "Sintesis MCM-41 Menggunakan Sumber Silika Dari Abu Layang Batubara PT. IPMOMI Paiton Dengan Variasi Komposisi dan Waktu Hidrotermal" Skripsi. Surabaya : ITS.
- Iler, K. R. 1978. *The Chemistry Of Silica, Solubility, Polymerization, Colloid and Biochemistry*. Wiley Interscience Publication : Cornel University.
- Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, j. 2002 . " An Improved Methode For Production Of Silica From Rice Hull Ash. *Elsevier Bioresource Technology*. Vol. 85 (5) : 285-289
- Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, J. 2000. " Simple Methode For Production Pure Silica From Rice Hull Ash". *Elsevier Bioresource Technology*. Vol. 73 (3): 257-262
- Prasad, R., & Pandey, M. 2012. " Rice Husk Ash as a Renewable Source For The Production Of Value Added Silica Gel And Its Aplication: An Overview ". *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. Vol 7 (1) : 1-25