



**ISOLASI SILIKON (Si) DARI FLY ASH BATUBARA DENGAN METODE
METALOTERMIS MENGGUNAKAN REDUKTOR ALUMINIUM**

SKRIPSI

Oleh :

**Nanang Sugiarto
NIM 111810301001**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2015**



**ISOLASI SILIKON (Si) DARI FLY ASH BATUBARA DENGAN METODE
METALOTERMIS MENGGUNAKAN REDUKTOR ALUMINIUM**

SKRIPSI

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

Oleh :

**Nanang Sugiarto
NIM 111810301001**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2015**

PERSEMBAHAN

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang maha pengasih lagi maha penyayang, yang telah meridhoi setiap tahap dalam menyelesaikan skripsi ini. Saya persembahkan skripsi dengan penuh ketulusan kepada:

1. Ibuku Suwarti;
2. Bapakku Sukadi;
3. kakak perempuanku Fitri Kristiawati, S.Pd;
4. keluarga besar dari kakek Suwamo dan nenek Jia;
5. keluarga besar dari nenek Sarmi;
6. guru-guruku di SMAN 1 Panji, SMPN 2 Panji, SDN 10 Mimbaan dan TK PG Panji;
7. Almamater Jurusan Kimia FMIPA UNEJ.

MOTTO

Yang demikian itu karena sesungguhnya Allah tidak akan mengubah suatu nikmat yang telah diberikan-Nya kepada suatu kaum, hingga kaum itu mengubah apa yang ada pada diri mereka sendiri. Sungguh, Allah Maha Mendengar, Maha Mengetahui.

(Q.S Al-Anfal : 53) *)

Anda hari ini adalah cerminan anda 5 tahun mendatang, dan semuanya dapat dipengaruhi minimal oleh tiga faktor, siapa sahabat anda hari ini, apa yang anda baca, dan apa yang anda tonton hari ini.

(Setia Furqon Kholid) **)

*) Departemen Agama RI. 2009. *Al-Qur'an dan Terjemahnya*. Bandung : PT Sygma Examedia Arkanleema

***) Kholid, S. F. 2009. *Jangan Kuliah! Kalau Gak Sukses*. Sumedang : Rumah Karya

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Nanang Sugiarto

NIM : 111810301001

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi yang berjudul “Isolasi Silikon (Si) dari *Fly Ash* Batubara dengan Metode Metalotermis Menggunakan Reduktor Aluminium” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan institusi mana pun, serta 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, 3 November 2015
Yang menyatakan,

Nanang Sugiarto
111810301001

SKRIPSI

**ISOLASI SILIKON (Si) DARI *FLY ASH* BATUBARA DENGAN METODE
METALOTERMIS MENGGUNAKAN REDUKTOR ALUMINIUM**

Oleh :

Nanang Sugiarto
NIM 111810301001

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 *Fly Ash* Batubara dengan Metode Metalotermis Menggunakan Reduktor Aluminium” telah disetujui dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji

Ketua (DPU),

Sekretaris (DPA),

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

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

Penguji I

Penguji II

Drs. Mukh. Mintadi
NIP 196410261991031001

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

Mengesahkan
Dekan Fakultas MIPA
Universitas Jember,

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

RINGKASAN

Isolasi Silikon (Si) dari *Fly Ash* Batubara dengan Metode Metalotermis Menggunakan Reduktor Aluminium; Nanang Sugiarto, 111810301001; 2015: 60 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Silikon (Si) merupakan salah satu unsur kimia yang memiliki banyak manfaat bagi kehidupan, salah satunya digunakan pada perangkat keras komputer dan industri mikroelektrokimia. Silikon tidak ditemukan bebas di alam, tetapi muncul sebagian besar sebagai oksida atau silika (SiO_2). Silikon bisa diisolasi dari limbah *fly ash* (abu terbang) yang merupakan sisa pembakaran batubara, dimana silika (SiO_2) yang terkandung dalam *fly ash* yaitu 30,25-36,83%. Proses isolasi diawali dengan ekstraksi silika menggunakan NaOH dan HCl. Silikon diisolasi dengan metode metalotermis, yaitu silika dicampur dengan reduktor logam aluminium dan dipanaskan dalam *furnace* pada suhu dan waktu tertentu. Tujuan penelitian ini yaitu (1) menentukan kondisi optimum isolasi silikon yang berupa suhu pemanasan; (2) menentukan kadar silikon yang dihasilkan menggunakan metode ini; (3) membandingkan kemurnian silikon hasil isolasi dari *fly ash* dan silika murni.

Penentuan kondisi optimum yang berupa suhu reaksi metalotermis dilakukan terlebih dahulu, dimana silika p.a dan logam aluminium direkasikan di dalam *furnace* selama 3 jam pada variasi suhu 650, 750 dan 850 °C. Produk samping metalotermis yang berupa alumina dipisahkan dengan cara pengasaman, kemudian silikon hasil metalotermis dianalisis dengan FTIR, AAS dan massa jenisnya. Sampel *fly ash* (abu terbang) batubara dari PLTU Paiton-Probolinggo dipreparasi terlebih dahulu dengan air panas dan dilakukan proses *leaching* menggunakan asam kuat. Tahap selanjutnya, dilakukan ekstraksi silika dari *fly ash* menggunakan NaOH dan HCl. Silika yang diperoleh diidentifikasi kemurniannya dengan metode gravimetri. Silikon diisolasi

dari silika hasil ekstraksi dengan metode metalotermis menggunakan reduktor aluminium di dalam *furnace* selama 3 jam pada suhu optimum yang diperoleh di tahap pertama. Pemisahan alumina dan analisis silikon hasil metalotermis dilakukan seperti pada tahap sebelumnya.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa silikon hasil metalotermis 650, 750 dan 850 °C masing-masing berwarna abu-abu mengkilap, abu-abu dengan sedikit kilauan, dan abu-abu hitam. Analisis FTIR menunjukkan adanya spektrum yang menunjukkan vibrasi O-Si-O dan vibrasi Si-O-Si pada silikon hasil metalotermis 650 dan 750 °C, sedangkan silikon hasil metalotermis pada suhu 850 °C sudah tidak terdapat spektrum tersebut. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pada 850 °C atom O pada silika telah tereduksi sempurna, sehingga dapat ditentukan bahwa suhu optimum reaksi metalotermis yaitu 850 °C. Kadar silikon hasil metalotermis 850 °C yaitu 20,7162% dan massa jenisnya 2,064 g/cm³ (pada suhu kamar).

Silika yang berhasil diekstraksi dari *fly ash* yaitu sekitar 39,078-47,58%, berwujud serbuk berwarna putih. Kadar silika berdasarkan analisis gravimetric sebesar 29,057%. Silikon hasil metalotermis dari silika *fly ash* berwarna abu-abu hitam, dimana warnanya mirip dengan silikon hasil metalotermis silika p.a pada 850 °C. Analisis FTIR menunjukkan bahwa atom oksigen telah tereduksi sempurna. Kadar silikon hasil metalotermis yaitu 19,5056% dan massa jenisnya 1,927 g/cm³ (pada suhu kamar). Kadar dan massa jenis silikon hasil metalotermis tersebut lebih kecil dibandingkan silikon hasil metalotermis dari silika p.a pada 850 °C. Hal ini disebabkan karena kadar silika hasil ekstraksi yang lebih rendah dan masih terdapat pengotor pada silikon hasil metalotermis.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala hidayah dan petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul *Isolasi Silikon (Si) dari Fly Ash Batubara dengan Metode Metalotermis Menggunakan Reduktor Aluminium*. 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 tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Bapak Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia dan Bapak Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember;
3. Ibu Novita Andarini, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Utama dan Ibu Tanti Haryati, S.Si., M.Si selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam penyelesaian skripsi ini;
4. Bapak Drs. Mukh. Mintadi selaku Dosen Penguji I dan Bapak Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko S.Si., M.Si selaku Dosen Penguji II yang telah memberikan kritik dan saran dalam penyempurnaan skripsi ini;
5. sahabatku Aulia Novita Rachman dan Rose Mutiara Oktaviani yang telah menjadi bagian dari perjalananku selama ini. Perbedaan bukan menjadi pembatas, namun menjadi kelebihan dan hal tertentu untuk bahagia;
6. partner penelitianku Ainun Nazilah yang telah memberikan semangat, masukan serta kritik dan sarannya. Kegagalan adalah sebuah pelajaran dan pertanda dari suatu keberhasilan;
7. sahabat/i Kimia 2011 (SOLVENT) yang menjadi salah satu alasan untuk tetap semangat berjuang menyelesaikan kuliah dan skripsi ini;

8. sahabatku Ferlia Suci Ramadhani yang selalu memberikan semangat dan dukungannya;
9. partner penelitian bidang Kimia Anorganik, Ika Puji L., Karina A., Nida A., Aranca N. P., Eka Y., Faizatur R., Siti Aisah dan teman-teman lab. Kimia barat yang membuat suasana lab. menjadi berwarna;
10. sahabatku Fafan Sujarwo, S.S yang selalu berbagi pengalaman hidupnya dan menjadi motivator yang baik;
11. teknisi laboratorium Om Syamsul Arifin, Mbak Lisa, Mas Darma dan seluruh teknisi laboratorium, serta admin Jurusan Kimia (Mas Edi) yang selalu memberikan bantuan, semangat dan motivasinya;
12. HIMAKI FMIPA UNEJ, Pramuka UNEJ dan Ikahimki yang telah menjadi tempatku untuk banyak belajar dan memberiku banyak pelajaran;
13. Pramuka, Remaja Mushalla (REMUS), PMR di SMAJI yang telah menjadi awal semangat untuk bisa aktif di organisasi dan mendapat pengalaman;
14. sahabat-sahabat kosn Jawa VII no.30 yang memberi banyak pelajaran hidup;
15. kakak-kakak angkatanku kimia 2007, 2008, 2009 dan 2010 (Rumpis) yang telah memberikan motivasinya;
16. adik-adik angkatanku kimia 2012 (Lantanida), 2013 (Titanium), 2014 (Majesty), dan 2015 (Kripton) yang telah memberikan dukungannya;
17. seluruh pihak yang turut membantu, memotivasi, mendukung dan menjadi bagian perjalananku yang tidak bisa disebutkan satu-persatu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, 3 November 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
BAB 1. PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Batasan Masalah	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Silikon	4
2.2 Aluminium	7
2.3 Fly Ash (Abu Terbang) Batubara	10
2.4 Ekstraksi	12
2.5 Gravimetri	16

2.6 Metode Metalotermis	18
2.7 Spektrofotometer Infra Merah Transformasi Fourier (FTIR)..	20
2.8 Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)	23
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.3 Diagram Alir Penelitian	28
3.4 Prosedur Kerja	
3.4.1 Pembuatan Larutan Pereaksi	29
3.4.2 Isolasi Silikon dari Silika p.a dengan Metode Metalotermis untuk Penentuan Suhu Optimum	29
3.4.3 Preparasi Sampel	30
3.4.4 <i>Leaching</i>	30
3.4.5 Ekstraksi Silika dari <i>Fly Ash</i> Batubara	30
3.4.6 Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi dengan Metode Gravimetri	31
3.4.7 Isolasi Silikon dari Silika <i>Fly Ash</i> Batu Bara dengan Metode Metalotermis berdasarkan Suhu Reaksi Optimum..	32
3.4.8 Pemisahan Campuran Silikon dan Alumina	32
3.4.9 Analisis Kualitatif Silikon Hasil Metalotermis dengan FTIR	32
3.4.10 Analisis Kuantitatif Silikon Hasil Metalotermis dengan AAS	32
3.4.11 Analisis Silikon Hasil Metalotermis dengan Pengukuran Massa Jenis	33
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Isolasi Silikon dari Silika p.a dengan Metode Metalotermis	34
4.2 Analisis Silikon (Si) Hasil Metalotermis dari Silika p.a	

4.2.1 Analisis FTIR	35
4.2.2 Analisis AAS Silikon	37
4.2.3 Penentuan Massa Jenis Silikon (Si) Hasil Metalotermis.....	37
4.3 Ekstraksi Silika dari <i>Fly Ash</i> Batubara	39
4.4 Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi dengan Metode Gravimetri	40
4.5 Isolasi Silikon dari Silika <i>Fly Ash</i> Batubara dengan Metode Metalotermis berdasarkan Suhu Reaksi Optimum	42
4.6 Analisis Silikon (Si) Hasil Metalotermis dari Silika <i>Fly Ash</i>	
4.6.1 Analisis FTIR	43
4.6.2 Analisis AAS Silikon	44
4.6.3 Penentuan Massa Jenis Silikon (Si) Hasil Metalotermis.....	44
BAB 5. PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi Kimia <i>fly ash</i> PLTU Paiton-Probolinggo	11
2.2 Kondisi Analisis Silikon (Si) menggunakan AAS	24
4.1 Hasil Analisis FTIR pada Silikon Hasil Metalotermis Silika p.a	36
4.2 Kadar Silikon Hasil Metalotermis dari Silika p.a	37
4.3 Massa Jenis () Silikon Hasil Metalotermis dari Silika p.a	38
4.4 Massa Jenis Unsur dan Senyawa Berdasarkan Literatur	38
4.5 Silika (SiO ₂) Hasil Ekstraksi	40
4.6 Kadar (%) Silika berdasarkan Hasil Analisis Gravimetri	42
4.7 Kadar Silikon Hasil Metalotermis dari Silika <i>Fly Ash</i>	44
4.8 Massa Jenis () Silikon Hasil Metalotermis dari Silika <i>Fly Ash</i>	44

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Spektrum FTIR Silika (SiO ₂) p.a.....	22
2.2 Skema alat spektrofotometer FTIR	22
2.3 Komponen-komponen AAS	25
4.1 Produk metalotermis dari silika p.a pada suhu (a) 650 °C, (b) 750 °C, dan 850 °C	34
4.2 Silikon (Si) hasil metalotermis dari silika p.a pada suhu (a) 650 °C berwarna abu-abu mengkilap, (b) 750 °C berwarna abu-abu, (c) 850 °C berwarna abu-abu kehitaman	35
4.3 Spektrum FTIR Silikon (Si) hasil metalotermis dari silika p.a pada suhu (a) 650 °C (hijau), (b) 750 °C (biru), dan (c) 850 °C (ungu)	36
4.4 Silika (SiO ₂) hasil ekstraksi	40
4.5 (a) Produk metalotermis (campuran silikon dan alumina) dari silika <i>fly ash</i> , (b) Silikon hasil metalotermis setelah dicuci dengan HCl 3 M	42
4.6 Spektrum FTIR Silikon (Si) hasil metalotermis dari silika <i>fly ash</i> (a) skala transmittan 70–105 % dan (b) skala transmittan 99,0–100 %	43

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan	51
Lampiran 2. Hasil Analisis FTIR Silikon Hasil Metalotermis dari Silika p.a	57
Lampiran 3. Hasil Analisis AAS Silikon Hasil Metalotermis dari Silika p.a	58
Lampiran 4. Hasil Analisis FTIR Silikon Hasil Metalotermis dari Silika <i>Fly Ash</i>	59
Lampiran 5. Hasil Analisis AAS Silikon Hasil Metalotermis dari Silika <i>Fly Ash</i>	60

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Silikon (Si) merupakan salah satu unsur kimia yang memiliki banyak manfaat bagi kehidupan, salah satunya yaitu pada perkembangan teknologi. Silikon digunakan pada perangkat keras komputer dan industri mikroelektrokimia, contohnya yaitu pembuatan transistor, chips, komputer dan sel surya. Silikon yang digunakan untuk tujuan tersebut diperlukan silikon murni. Silikon juga digunakan dalam berbagai jenis alloy dengan besi (baja), sedangkan senyawa silikon digunakan dalam industri.

Silikon membentuk 25,7% kerak bumi dalam jumlah berat dan merupakan unsur terbanyak kedua setelah oksigen. Silikon tidak ditemukan bebas di alam, tetapi muncul sebagian besar sebagai oksida dan sebagai silikat. Pasir, *quartz*, batu kristal, *amethyst*, *agate*, *flint*, *jasper* dan opal adalah beberapa macam bentuk silikon oksida. Granit, *hornblende*, asbestos, *feldspar*, tanah liat, *mica*, dan sebagainya merupakan contoh beberapa mineral silikat (Mohsin, 2006).

Silikon juga bisa didapatkan dengan cara isolasi dari hasil samping pembakaran batubara, abu sekam padi dan lain sebagainya. Batubara yang mengalami proses pembakaran menghasilkan limbah yang bisa mencemari lingkungan yaitu berupa abu ringan (*fly ash*) dan abu berat (*bottom ash*), hal tersebut dijumpai di PLTU yang memanfaatkan batubara sebagai bahan bakar untuk pembangkit tenaga listrik.

Fly ash adalah abu yang terbawa oleh aliran gas pembakaran dan dikumpulkan di *economizer air heater* dan penampung atau *precipitator hopper*, biasanya berukuran 0,074-0,005 mm (Hosenainy, 2011). *Fly ash* mengandung berbagai jenis senyawa, terutama silikon dioksida (SiO_2), aluminium oksida (Al_2O_3) dan besi oksida (Fe_2O_3). PJB Paiton (2002) menyatakan bahwa silika (SiO_2) yang terkandung dalam *fly ash* yaitu 30,25-36,83%.

Abu terbang (*fly ash*) dan *bottom ash* menurut PP No. 85 tahun 1999 tentang pengelolaan limbah bahan berbahaya dan beracun (B3), dikategorikan sebagai limbah berbahaya dan beracun (B3) karena mengandung oksida logam berat yang akan mengalami pelindian secara alami dan mencemari lingkungan. Limbah *Fly ash* bisa diolah dengan cara mengisolasi silika dan isolasi lebih lanjut menghasilkan silikon.

Penelitian mengenai isolasi silikon telah dilakukan oleh beberapa peneliti. Silikon dari abu sekam padi diisolasi menggunakan metode metalotermis menggunakan reduktor aluminium pada suhu 650 °C dan optimum selama 180 menit (Subakti, *et al.*, 2013). Penentuan celah energi (*energi gap*) silikon hasil isolasi dari abu sekam padi dengan reaksi metalotermis aluminium telah dilakukan dan memberikan hasil celah energi sebesar 1,79 eV untuk tegangan 0,5 Volt dan 1,62 eV untuk tegangan 2,2 Volt (Armaina, *et al.*, 2013).

Isolasi silikon dari abu terbang (*fly ash*) batubara belum pernah dilakukan dan belum diketahui kondisi optimum untuk mengisolasinya, sehingga penelitian tentang hal tersebut perlu dilakukan. Selain itu, silikon belum dimanfaatkan secara optimal karena industri belum mengembangkan isolasi atau sintesis silikon, dimana industri di Indonesia lebih memilih langsung membeli barang-barang (impor) elektronik berbahan dasar silikon, padahal silikon bisa didapat dengan cara mengolah *fly ash* dan dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan manusia.

Penelitian ini mengisolasi silikon dari limbah *fly ash* hasil pembakaran batubara di PLTU Paiton Probolinggo dengan metode metalotermis menggunakan reduktor logam aluminium (Al). Reaksi metalotermis adalah proses pereaksian secara termal silika dan bahan logam (Subhan, 2002), namun hanya logam-logam tertentu saja yang dipakai seperti titanium, aluminium, dan kalium (Yilmaz, 2007). Metode metalotermis dipilih karena murah dan relatif sederhana, proses pereaksian juga dapat dilakukan pada temperatur yang relatif rendah yakni 650°C dibandingkan dengan metode Czochralski sekitar 1450°C (Subhan, 2002) dan penggunaan reduktor karbon (C) pada suhu 3000°C.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang akan dicari pemecahannya berdasarkan latar belakang di atas yaitu :

1. Berapakah kondisi optimum isolasi silikon berdasarkan suhu pemanasan?
2. Berapakah kadar silikon yang dihasilkan menggunakan metode metalotermis?
3. Bagaimana kemurnian silikon hasil isolasi dari *fly ash* dibandingkan silika murni?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai merujuk pada rumusan masalah di atas yaitu :

1. Menentukan kondisi optimum isolasi silikon yaitu suhu pemanasan
2. Menentukan kadar silikon yang dihasilkan menggunakan metode ini
3. Membandingkan kemurnian silikon hasil isolasi dari *fly ash* dan silika murni

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan pada penelitian ini yaitu :

1. *Fly ash* (abu terbang) diambil dari PLTU Paiton Probolinggo
2. Massa silika p.a dan silika hasil ekstraksi dari *fly ash* yang digunakan pada reaksi metalotermis yaitu masing-masing 5 gram dan 1,5 gram.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini yaitu :

1. Memberikan informasi mengenai pengelolaan limbah *fly ash* sebagai sumber silika dan silikon yang bisa digunakan sebagai bahan dasar pembuatan alat-alat untuk memenuhi kebutuhan dalam kehidupan.
2. Pemerintah diharapkan mengembangkan industri penghasil silikon untuk memanfaatkan limbah dalam hal mengurangi pencemaran lingkungan dan mengurangi jumlah impor produk dari luar negeri.
3. Memberikan ragam penelitian di bidang Kimia Anorganik (Kimia Unsur).

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Silikon

Silikon adalah unsur kedua setelah oksigen, dalam kelimpahannya di alam (kira-kira 28% dari kerak bumi) dan terdapat beragam dalam mineral silikat dan sebagai kuarsa (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.1.1 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Silikon

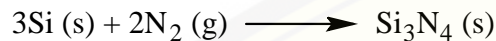
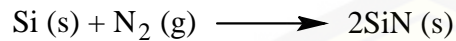
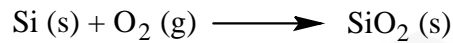
Wujud	: Padat (Kristal)
Warna	: Abu-abu
Berat atom	: 28,0855 g/mol
Titik leleh	: 1420 °C
Titik didih	: ~3280 °C
Massa jenis	: 2,53259 g/cm ³ (pada 20 °C)
Elektronegatifitas	: 1,8
Energi Ionisasi I	: 786,3 kJ/mol
Energi Ionisasi II	: 1576,5 kJ/mol
Energi Ionisasi III	: 3228,3 kJ/mol
Energi Ionisasi IV	: 4354,4 kJ/mol
Kelarutan	: Tidak larut dalam air dingin dan air panas

(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

2.1.2 Reaksi Kimia Silikon

Silikon dengan ukuran molekul besar memiliki reaktifitas yang rendah, kecuali pada temperatur tinggi. Oksigen, air dan semua uap kemungkinan memiliki efek yang kecil karena pembentukannya sangat tipis, serta terdapat proteksi permukaan lapisan oksida dari SiO₂. Laju pembentukan SiO₂ antara suhu 950 °C dan 1160 °C dengan cepat meningkat dan pada 1400 °C silikon bereaksi dengan nitrogen (N₂) membentuk

silikon nitrida SiN dan Si₃N₄. Reaksi silikon dengan oksigen di udara membentuk silikon dioksida.



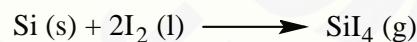
(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

Silikon cepat larutan dalam larutan basa panas, misal natrium hidroksida untuk menghasilkan silikat, spesies yang sangat kompleks mengandung anion [SiO₄]⁴⁻.



(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

Silikon yang memiliki lapisan oksida dapat diserang dengan halogen untuk membentuk tetrahalida silikon. Silikon bereaksi dengan fluorin (F₂) pada suhu ruang, klorin (Cl₂) pada suhu sekitar 300 °C, brom (Br₂) dan iodium (I₂) pada suhu sekitar 500 °C. Semua alkil halida akan beraksi pada temperatur tinggi dan dengan keberadaan katalis Cu. Hal ini lebih disukai untuk sintesis secara langsung organosilikon klorida untuk menghasilkan silikon.



(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

Silikon tidak reaktif dengan kebanyakan asam dalam kondisi normal, tetapi larut dalam asam fluorida (HF).



(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

2.1.3 Silikon Dioksida (Silika)

Silika (SiO_2) murni terdapat dalam dua bentuk yaitu *kuarsa* dan *kristobalit*. Silikon (Si) selalu terikat secara tetrahedral kepada empat atom oksigen namun ikatan-ikatannya mempunyai sifat cukup ionik. Atom-atom silikon pada *kristobalit* ditempatkan seperti halnya atom-atom karbon dalam intan, dengan atom-atom oksigen berada di tengah dari setiap pasangan. Pada *kuarsa*, terdapat heliks sehingga terjadi kristal enantiomorf dan hal ini dapat dengan mudah dikenali dan dipisahkan secara mekanik (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Kuarsa dan *kristobalit* dapat saling dipertukarkan bila dipanaskan. Proses ini lambat karena dibutuhkan pemutusan dan pembentukan kembali ikatan-ikatan dan energi pengaktifan tinggi. Walaupun demikian, kecepatan perubahan amat sangat dipengaruhi oleh adanya pengotor atau oleh kehadiran oksida-oksida logam alkali. Silika relatif tidak reaktif terhadap Cl_2 , H_2 , asam-asam dan sebagian besar logam pada $25\text{ }^\circ\text{C}$ atau walaupun pada suhu yang agak tinggi, tapi dapat diserang oleh F_2 , HF, hidroksida alkali, dan leburan karbonat-karbonat (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.1.4 Isolasi silikon

Silikon diperoleh dalam pembentukan komersial biasa dengan reduksi SiO_2 menggunakan karbon atau CaC_2 dalam tungku pemanas listrik (Cotton dan Wilkinson, 1989).



(Greenwood dan Earnshaw, 1997)

Silikon digunakan sebagai semikonduktor, khususnya dalam transistor. Untuk tujuan ini, kemurnian yang sangat tinggi ($<10^{-9}\%$ atom pengotor) sangat penting, dan cara khusus dibutuhkan untuk memperoleh bahan yang bermanfaat. Unsurnya pertama-tama diubah menjadi klorida, yang direduksi kembali menjadi logam oleh hidrogen pada suhu tinggi (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.1.5 Keadaan Divalensi

Spesies silikon divalensi tidak stabil secara termodinamik dalam kondisi normal. Meskipun demikian, beberapa bisa dicatat seperti SiF_2 telah diidentifikasi dalam reaksi pada suhu tinggi dan dijebak dengan pendinginan sampai suhu nitrogen cair. Jadi sekitar $1100\text{ }^\circ\text{C}$ dan tekanan rendah, reaksi berikut berlangsung kira-kira dengan hasil 99,5 % :



SiF_2 tidak stabil selama beberapa menit pada tekanan 10^{-4} , molekulnya angular dan diamagnetik. Senyawaan beku apabila dipanaskan akan menghasilkan fluorosilan sampai dengan $\text{Si}_{16}\text{F}_{34}$ (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.2 Aluminium

Aluminium adalah unsur logam yang biasa dijumpai dalam kerak bumi dan terdapat dalam batuan seperti felspar dan mika. Kandungan yang mudah diperoleh adalah oksida terhidrat seperti bauksit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) dan kryolit (Na_3AlF_6) (Cotton dan Wilkinson, 1989).

Aluminium adalah logam yang keras, kuat, dan berwarna putih. Meskipun sangat elektropositif, namun juga tahan terhadap korosi karena lapisan oksida yang kuat dan liat terbentuk pada permukaannya. Lapisan-lapisan yang tebal seringkali dilapiskan secara elektrolitik pada aluminium, yaitu proses yang disebut anodisasi, lapisan-lapisan yang segar dapat diwarnai dengan pigmen. Aluminium larut dalam asam mineral encer, tetapi dipasifkan oleh HNO_3 pekat. Apabila pengaruh perlindungan lapisan oksida dirusak, misalnya dengan penggoresan atau dengan amalgamasi, penyerangan cepat meskipun oleh air sekalipun dapat terjadi. Logamnya mudah bereaksi oleh larutan NaOH panas, halogen, dan berbagai nonlogam (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.2.1 Sifat Fisika dan Sifat Kimia Aluminium

Wujud	: Padat
Warna	: <i>Silver</i>
Berat atom	: 26,981538 g/mol
Titik leleh	: 660,45 °C
Titik didih	: 2520 °C
Massa jenis	: 2,699 g/cm ³ (pada 20 °C)
Elektronegatifitas	: 1,5
Energi Ionisasi I	: 557,5 kJ/mol
Energi Ionisasi II	: 1816,7 kJ/mol
Energi Ionisasi III	: 2744,8 kJ/mol
Kelarutan	: Tidak larut dalam air dingin, air panas dan asam asetat panas. Larut dalam basa, asam sulfat, asam hidroklorida (Greenwood dan Earnshaw, 1997)

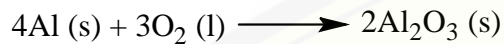
2.2.2 Oksida Aluminium

Satu-satunya oksida aluminium adalah alumina (Al₂O₃). Terdapat dua bentuk anhidrat yaitu alumina yaitu -Al₂O₃ dan -Al₂O₃. -Al₂O₃ stabil pada suhu tinggi dan juga metastabil tidak terhingga pada suhu rendah. -Al₂O₃ terdapat di alam sebagai mineral korundum dan dapat dibuat dengan pemanasan -Al₂O₃ atau oksida anhidrat apa pun di atas 1000 °C. -Al₂O₃ diperoleh dengan dehidrasi oksida terhidrat pada suhu rendah (~450 °C). -Al₂O₃ keras dan tahan terhadap hidrasi dan penyerangan asam. -Al₂O₃ mudah menyerap air dan larut dalam asam, alumina yang digunakan untuk kromatografi dan diatur kondisinya untuk berbagai kereaktifan adalah -Al₂O₃ (Cotton dan Wilkinson, 1989).

2.2.3 Reaksi Kimia Aluminium

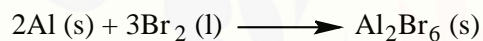
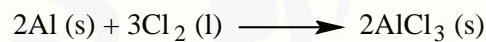
Serbuk logam Al dengan sempurna meledak saat bersentuhan dengan larutan oksigen, tetapi untuk sampel normal logam aluminium memiliki lapisan oksida pelindung yang menghalangi reaksi yang cukup besar dengan udara, oksigen, air atau

larutan asam encer. Amalgamsi dengan Hg atau kontak dengan larutan garam dari beberapa logam elektropositif akan merusak lapisan oksida dan lebih lanjut dapat terjadi reaksi. Aluminium akan membakar oksigen dengan nyala putih cemerlang untuk membentuk trioksida aluminium (III) oksida (Al_2O_3).



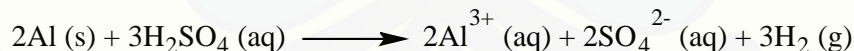
(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

Aluminium berkombinasi dengan kebanyakan unsur nonlogam ketika dipanaskan untuk membentuk senyawa seperti AlN , Al_2S_3 , AlX_3 , dan lain sebagainya. Logam Aluminium bereaksi keras dengan semua halogen untuk membentuk halida aluminium.



(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

Logam aluminium larut dalam asam hidroklorida panas pada suhu kamar membentuk larutan yang mengandung ion Al (III) dan melepas gas hidrogen (H_2). Reaksi yang sama dengan asam sulfat juga memberikan ion Al (III) dan gas hidrogen.



(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

Aluminium larut dalam larutan natrium hidroksida atau kalium hidroksida pada suhu kamar dengan pelepasan gas hidrogen, dan pembentukan anion tetrahidroksaluminat $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$ atau $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_2(\text{OH})_4]^-$.



(Greenwood dan Earnshaw, 1997).

2.3 Fly Ash (Abu Terbang) Batubara

Abu batubara adalah bagian dari sisa pembakaran batubara yang berbentuk partikel halus amorf dan abu tersebut merupakan bahan anorganik yang terbentuk dari perubahan bahan mineral (*mineral matter*) karena pembakaran. Proses pembakaran batubara pada unit pembangkit uap (*boiler*) akan terbentuk dua jenis abu yaitu abu terbang (*fly ash*) dan abu dasar (*bottom ash*). Komposisi abu batubara yang dihasilkan terdiri dari 10-20% abu dasar, sedangkan sisanya sekitar 80-90% berupa abu terbang (Edy, 2007 dalam Munir, 2008). *Fly ash* adalah abu yang terbawa oleh aliran gas pembakaran dan dikumpulkan di *economizer air heater* dan penampung (*precipitator hopper*) (Hosenainy, 2011).

Fly Ash merupakan limbah yang dihasilkan oleh PLTU yang mana berkontribusi pada pencemaran lingkungan. Apabila jumlahnya banyak dan tidak ditangani dengan baik, maka abu batubara tersebut dapat mengotori lingkungan terutama yang disebabkan oleh abu yang beterbangan di udara dan dapat terhisap oleh manusia dan hewan. Abu tersebut juga dapat mempengaruhi kondisi air dan tanah di sekitarnya sehingga dapat mematikan tanaman. Dampak buruk terutama ditimbulkan oleh unsur-unsur Pb, Cr dan Cd yang biasanya terkonsentrasi pada fraksi butiran yang sangat halus (0,5-10 μm). Butiran tersebut mudah melayang dan terhisap oleh manusia dan hewan, sehingga terakumulasi dalam tubuh manusia dengan konsentrasi tertentu dapat memberikan akibat buruk bagi kesehatan (Putra *et al.*, 1996).

Abu terbang batubara terdiri dari butiran halus yang umumnya berbentuk bola padat atau berongga. Ukuran partikel abu terbang hasil pembakaran batubara bituminous lebih kecil dari 0,075 mm. Kerapatan abu terbang berkisar antara 2100 sampai 3000 kg/m^3 dan luas area spesifiknya (diukur berdasarkan metode permeabilitas udara *Blaine*) antara 170 sampai 1000 m^2/kg , sedangkan ukuran partikel rata-rata abu terbang batubara jenis sub-bituminous 0,01-0,015 mm, luas permukaannya 1-2 m^2/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 (Nugraha dan Antoni, 2007).

Setiawan (2009) menyatakan bahwa *fly ash* memiliki karakteristik yaitu :

- dari segi gradasinya, jumlah persentase yang lolos dari saringan No.200 (0,074 mm) berkisar antara 60% sampai 90%.
- warna *fly ash* dapat bervariasi dari abu-abu sampai hitam tergantung dari jumlah kandungan karbonnya, semakin terang maka semakin rendah kandungan karbonnya.
- fly ash* bersifat tahan air (*hydrophobic*).

Menurut ACI Committee 226, dijelaskan bahwa abu terbang (*fly ash*) mempunyai butiran yang cukup halus yaitu lolos ayakan nomor 325 (45 mili mikron) 5-27% dengan *specific gravity* antara 2,15-2,6 dan berwarna abu-abu kehitaman. Abu batubara mengandung silika dan alumina sekitar 80% dengan sebagian silika berbentuk amorf. Sifat-sifat fisik abu batubara antara lain densitas 2,23 g/cm³, kadar air sekitar 4% dan komposisi mineral yang dominan adalah -kuarsa dan mullite (Munir, 2008).

Kandungan *fly ash* sebagian besar yaitu silikon dioksida (SiO₂), aluminium oksida (Al₂O₃), besi oksida (Fe₂O₃), dan kalsium oksida (CaO), serta magnesium, potassium, sodium, titanium dan sulfur dalam jumlah yang lebih sedikit (Nugraha dan Antoni, 2007).

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

Komposisi Kimia	Abu Batubara dari PLTU Paiton	Sifat
SiO ₂	30,25 – 36,83 %	Asam
Al ₂ O ₃	14,52 – 23,78 %	Amfoter
Fe ₂ O ₃	14,52 – 23,78 %	Basa
CaO	11,40 – 16,57 %	Basa
MgO	5,360 – 8,110 %	Basa
Mn ₃ O ₄	0,140 – 0,480 %	Basa
Na ₂ O	0,250 – 0,740 %	Basa
K ₂ O	0,630 – 1,320 %	Basa
TiO ₂	0,830 – 1,050 %	Amfoter
SO ₃	3,010 – 7,280 %	Asam
P ₂ O ₃	0,630 – 3,750 %	Asam

(Sumber: PJB Paiton, 2002)

Menurut ASTM C618 *fly ash* dibagi menjadi dua kelas yaitu *fly ash* kelas F dan kelas C. Perbedaan utama dari kedua *ash* tersebut adalah banyaknya kalsium, silika, aluminium dan kadar besi. *Fly ash* kelas F merupakan *fly ash* yang diproduksi dari pembakaran batubara anthracite atau bituminous yang mempunyai sifat pozzolanic. Kadar kapur *fly ash* kelas F rendah ($\text{CaO} < 10\%$). *Fly ash* kelas C diproduksi dari pembakaran batubara lignite atau sub-bituminous, selain mempunyai sifat pozzolanic juga mempunyai sifat *self-cementing* (kemampuan untuk mengeras dan menambah *strenght* apabila bereaksi dengan air) dan sifat ini timbul tanpa penambahan kapur. *Fly ash* kelas C mengandung kapur $\text{CaO} > 20\%$ (Wardani, 2008).

ACI Manual Practice (1993) menyatakan bahwa *fly ash* dibedakan menjadi tiga, yaitu *fly ash* kelas C, kelas F dan kelas N. *Fly ash* kelas N yaitu Pozzolan alam atau hasil pembakaran yang dapat digolongkan antara lain tanah *diatomic*, *opaline chertz* dan *shales*, *tuff* dan abu vulkanik yang mana biasa diproses melalui pembakaran atau tidak melalui proses pembakaran (Nugroho, 2010).

2.4 Ekstraksi

Ekstraksi adalah pemisahan suatu zat dari campurannya berdasarkan perbedaan koefisien distribusi zat terlarut dalam 2 larutan yang berbeda fasa dan tidak saling bercampur. Ekstraksi tidak melibatkan perubahan fasa sehingga tidak membutuhkan energi yang menambah biaya operasional. Prinsip metode ekstraksi adalah berdasarkan pada perbedaan koefisien distribusi zat terlarut dalam dua larutan yang berbeda fasa dan tidak saling bercampur. Suatu zat terlarut yang terdistribusi diantara dua larutan yang tidak saling bercampur, berlaku hukum mengenai konsentrasi zat terlarut dalam kedua fasa pada kesetimbangan (Setiadi, 2010).

Ada beberapa hal yang harus diperhatikan dalam proses ekstraksi yaitu :

a. Ukuran Partikel

Ukuran partikel mempengaruhi laju ekstraksi dalam beberapa hal. Semakin kecil ukurannya maka semakin besar luas permukaan antara padatan dan cairan,

sehingga laju perpindahannya menjadi semakin besar. Dengan kata lain, jarak untuk berdifusi yang dialami oleh zat terlarut dalam padatan adalah kecil.

b. Zat Pelarut

Larutan yang akan dipakai sebagai zat pelarut seharusnya merupakan pelarut pilihan yang terbaik dan viskositasnya harus cukup rendah agar dapat bersirkulasi dengan mudah. Biasanya zat pelarut murni akan dipakai pada awalnya, tetapi setelah proses ekstraksi berakhir, konsentrasi zat terlarut akan naik dan laju ekstraksinya turun. Hal tersebut dikarenakan gradien konsentrasi akan berkurang dan zat terlarut menjadi lebih kental.

c. Temperatur

Kelarutan zat terlarut (pada partikel yang diekstraksi) di dalam pelarut akan naik bersamaan dengan kenaikan temperatur untuk memberikan laju ekstraksi yang tinggi.

d. Pengadukan Fluida

Pengadukan pada zat pelarut adalah hal penting karena akan menaikkan proses difusi, sehingga menaikkan perpindahan material dari permukaan partikel ke zat pelarut (Widhyantari, 2015).

2.4.1 Ekstraksi Padat-Cair

Ekstraksi padat-cair atau ekstraksi dengan pelarut terjadi dengan proses pelarutan selektif dari satu atau lebih pelarut dari matriks padatan dengan cairan pelarut (Hadiwibowo, 2010). Proses ini merupakan proses yang bersifat fisik karena komponen terlarut kemudian dikembalikan lagi ke keadaan semula tanpa mengalami perubahan kimiawi. Ekstraksi dari bahan padat dapat dilakukan jika bahan yang diinginkan dapat larut dalam pelarut pengestraksi. Ekstraksi berkelanjutan diperlukan apabila padatan hanya sedikit larut dalam pelarut tersebut, namun hal itu sering juga digunakan pada padatan yang terlarut karena efektivitasnya (Lucas, 1949).

Prinsip dasar ekstraksi padat-cair adalah adanya kemampuan senyawa dalam suatu matriks yang kompleks dari suatu padatan, yang dapat larut oleh suatu pelarut

tertentu. Beberapa hal yang harus diperhatikan untuk tercapainya kondisi optimum ekstraksi antara lain :

- ✚ Senyawa dapat terlarut dalam pelarut dengan waktu yang singkat
- ✚ Pelarut harus selektif melarutkan senyawa yang dikehendaki
- ✚ Senyawa analit memiliki konsentrasi yang tinggi untuk memudahkan ekstraksi
- ✚ Tersedia metode memisahkan kembali senyawa analit dari pelarut pengestraksi (Fajrianti *et al.*, 2011).

Hadiwibowo (2010) menyatakan bahwa terdapat beberapa metode ekstraksi padat-cair, yaitu metode maserasi, soklet, tekanan tinggi, fluida super kritis dan gelombang mikro. Metode yang paling konvensional dari beberapa metode tersebut adalah maserasi. Penjelasan dari metode-metode tersebut yaitu :

- a. Metode maserasi yaitu matriks padatan direndam ke dalam cairan pelarut selama waktu tertentu dan biasanya disertai pengadukan.
- b. Metode soklet memiliki prinsip hampir menyerupai distilasi, matriks padatan dimasukkan ke dalam refluks kemudian diberi kalor sehingga menghasilkan uap. Uap hasil pemanasan dikondensasi untuk mendapatkan pelarut yang telah mengandung analit yang diperoleh.
- c. Metode tekanan tinggi, ekstraksi dilakukan dengan memasukkan matriks padat ke dalam kolom ekstraksi kemudian dilewatkan dengan aliran pelarut bertekanan tinggi.
- d. Ekstraksi fluida superkritis merupakan metode ekstraksi yang menyerupai metode tekanan tinggi, tetapi menggunakan pelarut yang berbeda dalam kondisi fluid super kritis. Fluid superkritis memiliki sifat pelarut yang baik, viskositas rendah dan koefisien difusi yang tinggi, sehingga memudahkan perpindahan massa dari matriks padatan ke pelarut.

2.4.2 *Leaching*

Ekstraksi silika dari abu batubara dapat dilakukan dengan proses *leaching* silika dalam larutan alkali dan mereaksikan dengan NaOH membentuk natrium silikat

(Soeswanto, 2011). Natrium silikat selanjutnya direaksikan dengan asam klorida membentuk endapan asam silikat dan dipisahkan lebih lanjut menghasilkan silika.

Leaching merupakan proses ekstraksi senyawa tertentu (*solute*) dalam suatu padatan dengan bantuan pelarut, jika *solute* terdispersi secara merata dalam padatan maka material yang berada di permukaan padatan akan lebih dulu terlarut meninggalkan struktur pori padat. Pelarut akan melakukan penetrasi melalui lapisan padatan terluar untuk mencapai *solute* yang berada di struktur padatan yang lebih dalam. Proses ini lebih sulit dan lama dibandingkan proses *leaching* di permukaan padatan, sehingga laju ekstraksi menjadi menurun. Proses *leaching* terdiri dari 5 tahapan, yaitu :

- a. Difusi massa pelarut dari *bulk* pelarut ke permukaan padatan
- b. Difusi pelarut ke dalam pori padatan
- c. Perubahan fasa *solute* menjadi terlarut dalam pelarut
- d. Difusi melalui pelarut di dalam pori padatan ke lapisan luar padatan
- e. Transfer *solute* dari lapisan luar padatan ke *bulk* pelarut

(Soeswanto, 2011).

Leaching merupakan suatu proses pelarutan logam dari bahan padat melalui ekstraksi media cair. HCl dikenal sebagai asam kuat yang mampu melarutkan berbagai jenis logam dan menghasilkan logam klorida dan gas hidrogen. Asam klorida (HCl) mampu menghilangkan senyawa pengotor seperti K_2O , Al_2O_3 dan Fe_2O_3 (Artini, 2010).

Proses *leaching* yang disertai dengan reaksi kimia akan tergantung dari sifat fisika dan kimia dari reaktan yang terlibat. Sistem reaksi heterogen padat-cair isothermal, laju reaksi keseluruhan dipengaruhi oleh laju reaksi kimia di permukaan padatan (kinetika kimia) dan laju perpindahan massa melalui lapisan tipis (difusi massa) (Soeswanto, 2011). Faktor lain yang juga mempengaruhi laju reaksi yaitu ukuran partikel, pelarut, temperatur, agitasi fluida (Richardson, 2001), serta reaktifitas padatan, karakter permukaan, dan pengotor (Soeswanto, 2011).

2.4.3 Ekstraksi Cair-Cair

Ekstraksi cair-cair merupakan suatu teknik dimana suatu larutan (biasanya dalam air) dibuat bersentuhan dengan suatu pelarut kedua (biasanya organik), yang pada hakikatnya tak tercampurkan dengan yang disebut pertama, dan menimbulkan perpindahan satu atau lebih zat terlarut (*solute*) ke dalam pelarut kedua tersebut (Basset *et al.*, 1994). Ekstraksi cair-cair digunakan sebagai cara untuk perlakuan awal sampel atau *clean-up* sample untuk memisahkan analit-analit dari komponen-komponen matrik yang mungkin mengganggu pada saat kuantifikasi atau deteksi analit. Ekstraksi pelarut juga digunakan untuk memekatkan analit yang ada dalam sampel dengan jumlah kecil sehingga tidak memungkinkan atau menyulitkan untuk deteksi atau kuantifikasinya (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.5 Gravimetri

Analisis gravimetri atau analisis kuantitatif berdasarkan bobot adalah proses isolasi serta penimbangan suatu unsur atau suatu senyawa tertentu dari unsur tersebut, dalam bentuk yang sempurna mungkin. Unsur atau senyawa itu dipisahkan dari suatu porsi zat yang sedang diselidiki, yang telah ditimbang. 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. Bobot unsur atau radikal itu dengan mudah dapat dihitung dari pengetahuan kita tentang rumus senyawannya serta bobot atom unsur-unsur penyusunnya (konstituennya) (Basset *et al.*, 1994).

Aspek yang penting dan perlu diperhatikan pada metode gravimetri adalah endapannya mempunyai kelarutan yang sangat kecil dan dapat dipisahkan secara filtrasi. Kedua, sifat fisik endapan sedemikian rupa sehingga mudah dipisahkan dari larutannya dengan filtrasi, dapat dicuci untuk menghilangkan pengotor, ukuran partikelnya cukup besar serta endapan dapat diubah menjadi zat murni dengan komposisi kimia tertentu (Khopkar, 1990).

Pada temperatur tertentu, kelarutan zat dalam pelarut tertentu didefinisikan sebagai jumlahnya bila dilarutkan pada pelarut yang diketahui beratnya dan zat tersebut mencapai kesetimbangan dengan pelarut itu. Hal ini tergantung pada ukuran partikel. Larutan lewat jenuh adalah larutan dengan konsentrasi zat terlarut lebih besar dibandingkan dalam keadaan kesetimbangan pada suhu tertentu. Larutan lewat jenuh merupakan keadaan yang tidak stabil dan dapat diubah menjadi keadaan kesetimbangan dengan menambahkan kristal zat terlarut yang disebut sebagai *seeding*. Kecepatan pengendapan (R) sebanding dengan :

$$R \propto \left(\frac{A - B}{B} \right)$$

dimana : A = konsentrasi total

B = kesetimbangan kelarutan

(A – B) adalah keadaan lewat jenuh pada saat pengendapan dimulai, sehingga :

$$\text{Tingkat pengendapan} = K \left(\frac{A - B}{B} \right)$$

dan juga persentase zat yang terbentuk sebagai berikut :

$$P = \frac{W}{S} \times 100 \%$$

dimana : S = berat sampel (gram)

W = berat residu (gram)

P = persentase zat yang terbentuk

Umumnya pengendapan dilakukan pada larutan yang panas, karena kelarutan bertambah dengan bertambahnya temperatur. Pengendapan dilakukan dalam larutan encer yang ditambahkan pereaksi perlahan-lahan dengan pengadukan yang teratur, partikel yang terbentuk lebih dahulu berperan sebagai pusat pengendapan. Untuk memperoleh pusat pengendapan yang besar suatu reagen ditambahkan agar kelarutan endapan bertambah besar (Khopkar, 1990).

Suatu endapan yang memisah dari suatu larutan tidak selalu sempurna murninya, mungkin mengandung berbagai jumlah zat pengotor, bergantung pada sifat endapan, dan kondisi pengendapan. Kontaminasi endapan oleh zat-zat yang secara

normal larut dalam cairan induk dinamakan kopresipitasi. Dua jenis kopresipitasi yang penting yaitu pertama berkaitan dengan adsorpsi pada permukaan partikel yang terkena larutan, dan yang kedua adalah yang sehubungan dengan okulasi zat asing sewaktu proses pertumbuhan kristal dari partikel-partikel primer (Khopkar, 1990).

Pengotoran juga disebabkan oleh pascapresipitasi, yaitu pengendapan yang terjadi di atas permukaan endapan pertama sesudah ia terbentuk. Hal ini terjadi pada zat-zat yang sangat sedikit larut yang membentuk larutan lewat jenuh. Zat-zat ini umumnya mempunyai satu ion yang sama dengan salah satu ion endapan primer (endapan pertama) (Basset *et al.*, 1994).

Endapan mungkin mengandung air akibat adsorpsi, okulasi, penyerapan dan hidrasi. Temperatur pembakaran ditentukan berdasarkan pada sifat kimia zat. Pemanasan harus diteruskan sampai beratnya tetap dan seragam. Berat dari abu kertas saring harus pula diperhitungkan (Khopkar, 1990).

2.6 Metode Metalotermis

Ide pemindahan logam dari senyawa padat oleh logam lain dengan metode termal pertama kali diterapkan oleh ahli kimia Perancis Joseph Louis Gay-Lussac dan Louis Jacques Thenard pada tahun 1808, dan secara *independen* oleh Davy yang pertama mengisolasi boron dengan mereaksikan asam borat dengan kalium. Tahun 1811, Gay-Lussac dan Thenard mengalirkan gas silikon tetrafluorida pada kalium dalam keadaan yang lebih panas. Mereka tidak mengidentifikasi massa produk yang mereka diperoleh, namun produk tersebut diyakini tidak murni yaitu silikon amorf. Silikon tetrafluorida telah dibuat oleh kimiawan Swedia Carl Wilhelm Scheele (1742-1786) dengan cara memanaskan campuran pasir dan fluorspar dengan asam sulfat pekat pada 1771. Ahli kimia lain Swedia, Jöns Jakob Berzelius, selanjutnya mengembangkan teknik tersebut dan menjadi yang pertama menyiapkan logam lain menggunakan metode ini. Dia menyiapkan zirkonium pada tahun 1824, titanium pada tahun 1825, thorium pada tahun 1828, dan vanadium pada tahun 1831. Kimiawan lain

selanjutnya mengikuti teknik untuk mengisolasi logam menggunakan metode ini (Habashi, 2012).

Reaksi Metalotermis berkaitan dengan pembuatan logam dan paduan logam dengan mereduksi oksida atau halida menggunakan suatu logam. Reaksi tersebut secara umum dapat dinyatakan oleh persamaan berikut ini :



dimana X adalah oksigen, klorin, atau fluorin, serta A dan B adalah dua logam. Hal ini ditandai dengan fakta bahwa logam yang tereduksi dikonversi menjadi produk padat atau cair dan bukan gas seperti pada proses reduksi lainnya, misalnya reduksi dengan karbon atau hidrogen dimana CO, CO₂ dan H₂O masing-masing terbentuk. Fakta menunjukkan bahwa metode metalotermis digunakan ketika reduksi oleh karbon dan hidrogen atau *elektrowining* dari larutan encer tidak mungkin dilakukan (Habashi, 2012).

Silikon dari abu sekam padi dapat diperoleh menggunakan metode metalotermis. Reaksi metalotermis adalah proses pereaksian secara termal silika dan bahan logam. (Subhan, 2002 dalam Armaina *et al.*, 2013). Namun hanya logam-logam tertentu saja yang dipakai seperti titanium, aluminium, dan kalium. Reaksi metalotermis ditemukan oleh Herchenroeder pada tahun 1976, yakni dengan mereaksikan lantanum dan silikon untuk menghasilkan oksida atau paduan silikon (Yilmaz, 2007 dalam Subakti *et al.*, 2013).

Metode metalotermis tersebut selain murah dan relatif sederhana, proses pereaksian juga dapat dilakukan pada temperatur yang relatif rendah yakni 650 °C dibandingkan dengan metode Czochralski yang sekitar 1450 °C (Subhan, 2002 dalam Armaina *et al.*, 2013). Tingkat kemurnian silikon yang diekstraksi dari abu sekam padi hasil reaksi metalotermis pada temperatur 620 °C adalah 99,95%. Jadi, sekam padi yang merupakan limbah pertanian dapat digunakan sebagai bahan baku untuk produksi metalurgi dan *solar-grad* silikon (Ikram, 1988 dalam Armaina *et al.*, 2013).

Reduktor logam yang paling sering digunakan adalah aluminium, kalsium, *ferrosilicon*, magnesium, dan natrium. Pemilihan untuk reduksi logam didasarkan

pada berbagai faktor. Secara umum, logam harus memiliki afinitas yang kuat untuk senyawa yang akan direduksi, harganya murah, memiliki titik didih tinggi, tekanan uap yang rendah, menghasilkan *slag* (produk campuran) yang dapat dengan mudah dicairkan atau dicuci, tidak membentuk senyawa intermetalik dengan logam yang diproduksi dan mudah untuk menanganinya (Habashi, 2012).

Reaksi metalotermis mungkin terjadi secara eksotermik atau endotermik. Reaksi pada sistem eksotermis yaitu ketika campuran dinyalakan di satu tempat, reaksi spontan berjalan terus, biasanya dengan pembentukan *fluid slag*, dan logam yang tereduksi diperoleh sebagai padatan logam murni yang seragam (Habashi, 2012).

2.7 Spektrofotometer Infra Merah Transformasi Fourier (FTIR)

Daerah radiasi spektroskopi infra merah atau *infra red spectroscopy* (IR) berkisar pada bilangan gelombang $12800\text{--}10\text{ cm}^{-1}$ atau panjang gelombang $0,78\text{--}1000\text{ }\mu\text{m}$. Umumnya daerah radiasi IR terbagi dalam daerah IR dekat ($12800\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$; $3,8\text{--}1,2 \times 10^{14}\text{ Hz}$; $0,78\text{--}2,5\text{ }\mu\text{m}$), daerah IR tengah ($4000\text{--}200\text{ cm}^{-1}$; $0,012\text{--}6 \times 10^{14}\text{ Hz}$; $2,5\text{--}50\text{ }\mu\text{m}$), dan daerah IR jauh ($200\text{--}10\text{ cm}^{-1}$; $60\text{--}3 \times 10^{11}\text{ Hz}$; $50\text{--}100\text{ }\mu\text{m}$). Spektroskopi IR digunakan untuk analisa kualitatif yaitu penentuan struktur (Khopkar, 1990).

Kemajuan yang paling berarti dalam spektroskopi infra merah, sudah memperkenalkan spektrometer Fourier-transform. Instrumen jenis ini mempekerjakan suatu interferometer dan eksploitasi matematika untuk proses Fourier-Transformation. Spektroskopi Fourier-transform Infra Merah (FTIR) telah secara dramatis meningkatkan mutu spektra infra merah dan memperkecil waktu yang diperlukan memperoleh data. Tambahannya pada penggunaan komputer, spektroskopi IR telah selangkah lebih maju (Siswoyo dan Asnawati, 2007).

2.7.1 Prinsip Dasar

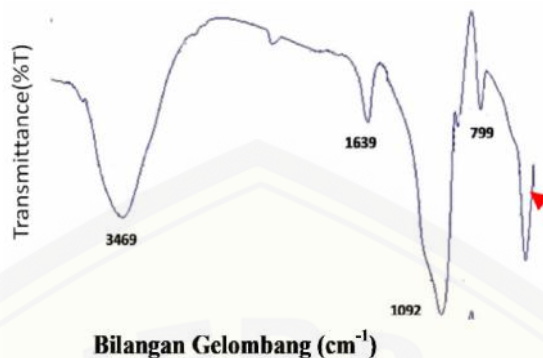
Atom-atom di dalam suatu molekul tidak diam melainkan bervibrasi (bergerak). Radiasi infra merah jika dilewatkan melalui suatu cuplikan, maka molekul-

molekulnya dapat menyerap (mengabsorpsi) energi dan terjadilah transisi diantara tingkat vibrasi dasar (*ground state*) dan tingkat vibrasi tereksitasi (*excited state*). Contoh, suatu ikatan C–H yang bervibrasi 90 trilion kali dalam satu detik harus menyerap radiasi infra merah pada frekuensi tersebut ($9,0 \times 10^{13}$ Hz, 3000 cm^{-1}) untuk pindah ke tingkat vibrasi tereksitasi pertama. Pengabsorbsian energi pada berbagai frekuensi dapat dideteksi oleh spektrofotometer infra merah, yang memplot jumlah radiasi infra merah yang diteruskan melalui cuplikan sebagai fungsi frekuensi (atau panjang gelombang) radiasi. Plot tersebut disebut spektrum infra merah yang akan memberikan informasi penting tentang gugus fungsional suatu molekul (Hendayana *et al.*, 1994).

Posisi relatif atom dalam molekul tidak pasti, tetapi berubah-ubah terus menerus karena bervibrasi. Vibrasi molekul dwi atom atau tri atom 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 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. Tipe vibrasi tekuk ada empat yaitu *scissoring*, *rocking*, *wagging*, dan *twisting*. Keempat vibrasi tersebut hanya mungkin bagi molekul yang mempunyai lebih dari dua atom (Khopkar, 1990).

2.7.2 Spektrum FTIR Silika Murni

Spektrum IR memberikan puncak-puncak maksimal yang jelas sebaik puncak minimumnya. Spektrum absorpsi dibuat dengan bilangan gelombang pada sumbu X dan persentase transmittan (T) pada sumbu Y (Khopkar, 1990).



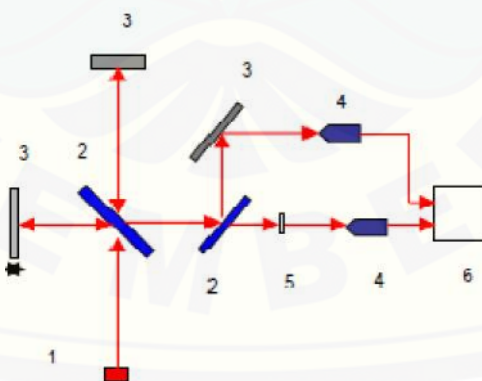
Gambar 2.1 Spektrum FTIR Silika (SiO_2) p.a

(Sumber: Putri, 2012).

Spektrum FTIR silika murni menunjukkan pola serapan pada bilangan gelombang 466 cm^{-1} dan 799 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus O–Si–O, bilangan gelombang 970 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus Si–OH, bilangan gelombang $1080\text{-}1099 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus Si–O–Si, dan bilangan gelombang 3460 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus gugus –OH (Putri, 2012).

2.7.3 Instrumen Spektrofotometer FTIR

Skema alat spektrofotometer FTIR secara sederhana ditunjukkan pada gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema alat spektrofotometer FTIR, (1) Sumber Inframerah (2) Pembagi berkas (*Beam Splitter*) (3) Kaca pemantul (4) Sensor Infra merah (5) Sampel (6) Display

(Sumber: Anam *et al.*, 2007).

Metode Spektroskopi FTIR yang digunakan adalah metode absorpsi, yaitu metode spektroskopi yang didasarkan atas perbedaan penyerapan radiasi infra merah. Absorpsi infra merah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi infra merah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985 dalam Anam *et al.*, 2007).

Spektrum infra merah tersebut dihasilkan dari transmisi cahaya yang melewati sampel, pengukuran intensitas cahaya dengan detektor dan dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Spektrum infra merah yang diperoleh kemudian diplot sebagai intensitas fungsi energi, panjang gelombang (μm) atau bilangan gelombang (cm^{-1}) (Marcott, 1986 dalam Anam *et al.*, 2007).

2.8 Spektrofotometer Serapan Atom (AAS)

Absorpsi atomik, serta emisi atomik pertama kali digunakan oleh Guystav Kirchoff dan Robert Bunsen ditahun 1859 dan 1860 yang digunakan sebagai alat untuk identifikasi kualitatif atom. Emisi atomik walaupun terus berkembang sebagai teknik analitik, kemajuan dalam absorpsi atomik tidak diperhatikan selama satu abad. Spektroskopi Absorpsi Atomik yang modern diperkenalkan di tahun 1955. Sebagai hasil usaha sendiri oleh A.Walsh dan C. T. J Alkemade pemasaran alat-alat di tempat itu dimulai awal tahun 1960-an dan yang paling penting dari absorpsi atomik adalah sebagai teknik analitik segera terlihat (Siswoyo dan Asnawati, 2007).

2.8.1 Prinsip AAS

Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung sifat unsurnya. Transisi elektronik suatu unsur bersifat spesifik, dengan absorpsi energi berarti memperoleh lebih banyak energi. Suatu atom pada keadaan dasar dinaikkan tingkat energinya ke tingkat eksitasi, dimana tingkat eksitasi bermacam-macam (Khopkar, 1990).

Penyerapan energi oleh sekumpulan populasi atom netral menyebabkan berkurangnya intensitas radiasi. Berkurangnya intensitas radiasi ini sebanding dengan

jumlah atom yang menyerap energi radiasi tersebut. Energi yang diserap berbanding lurus dengan energi yang diperlukan untuk eksitasi atom. Hal ini ditunjukkan dengan persamaan Lambert-Beer dengan rumus sebagai berikut :

$$A = -\log \frac{I_t}{I_0} = K_v \cdot d \cdot c$$

dimana :

A : Absorbansi

I_0 : Intensitas cahaya awal (erg/detik)

I_t : Intensitas cahaya setelah sebagian diabsorpsi oleh sampel (erg/detik)

K_v : Absorptivitas molar-konstan (mol/L.cm)

d : Tebal media (cm)

c : Konsentrasi atom analit sampel (mol/L)

(Suryana, 2001 dalam Apriliani, 2010).

Ditinjau dari hubungan antara konsentrasi dan absorbansi, maka hukum Lambert-beer dapat digunakan jika sumbernya adalah monokromatis. Instrumen AAS, panjang gelombang garis absorpsi resonansi identik dengan garis-garis emisi disebabkan keserasian transisinya. Pekerjaan pada panjang gelombang ini diperlukan suatu monokromator celah yang menghasilkan lebar puncak sekitar 0,002-0,005 nm. Jelas pada teknik AAS, diperlukan sumber radiasi yang mengemisikan sinar pada panjang gelombang yang tepat sama pada proses absorpsinya. Efek pelebaran puncak dengan cara ini dapat dihindarkan. Sumber radiasi tersebut dikenal sebagai lampu *hollow cathode* (Khopkar, 1990).

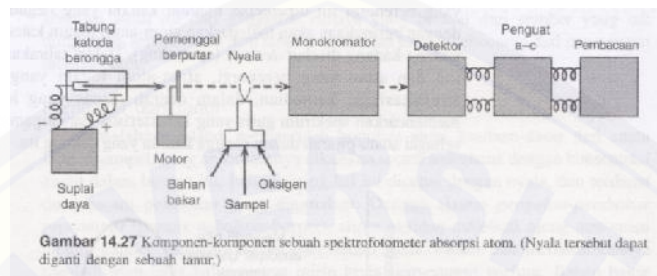
Tabel 2.2 Kondisi analisis logam silikon (Si) menggunakan AAS, yaitu :

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Tipe Nyala	Sensitivitas ($\mu\text{g/mL}$)	Range Kerja ($\mu\text{g/mL}$)	Batas Deteksi ($\mu\text{g/mL}$)
Si	251,6	N_2O -asetilen	1,5	70-280	0,2

(Sumber: Khopkar, 1990).

2.8.2 Instrumentasi

Gambar dibawah ini menunjukkan bentuk bagan komponen-komponen dari sebuah spektrofotometer adsorpsi atom dasar.



Gambar 2.2 Komponen-komponen AAS

(Sumber: Day dan Underwood, 1998).

a. Sumber Sinar

Seperangkat sumber sinar memberikan garis emisi yang tajam dari suatu unsur spesifik tertentu dikenal sebagai lampu pijar *hollow cathode*. Lampu ini memiliki dua elektroda, satu diantaranya berbentuk silinder dan terbuat dari unsur yang sama dengan unsur yang dianalisis. Lampu ini diisi dengan gas mulia bertekanan rendah. Pemberian tegangan pada arus tertentu, maka logam mulai memijar dan atom-atom logam katodanya akan teruapkan dengan pemercikan. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu (Khopkar, 1990).

b. Atomisasi

Sistem pengatoman dengan nyala tersendiri dari pembakar (*burner*), pengabut (*nebulizer*) dan pengatur aliran gas serta kapiler. Sedangkan sistem pengatoman tanpa nyala yaitu pemanasan secara listrik oleh batang karbon dengan tahapan pengeringan (*drying*), pengabuan (*ashing*) dan pengatoman (*atomizing*).

Sistem pengatoman dengan nyala berfungsi untuk mengubah populasi unsur dalam larutan menjadi populasi atom dimana akan dilakukan pengukuran absorpsi. Proses yang terjadi dalam atomisasi secara umum adalah :

- Nebulasi yaitu pengubahan cairan ke dalam bentuk kabut aerosol

- Pemisahan titik-titik kabut dengan sebaran ukuran yang benar
- Pencampuran kabut dengan gas memasukkannya ke dalam *burner* (Suryana, 2001 dalam Apriliani, 2010).

c. Monokromator

Sistem pemilihan panjang gelombang berfungsi untuk memisahkan radiasi yang tidak diserap oleh populasi atom (yang berasal dari lampu katoda cekung) dari radiasi-radiasi lain yang tidak diperlukan dan akan mengganggu pengukuran intensitas radiasi yang diperlukan. Sistem monokromator terdiri dari gabungan cermin, lensa dan prisma atau kisi (*grating*). Sistem monokromator ini ada yang menggunakan saluran tunggal (*single beam*) dan saluran ganda (*double beam*) (Suryana, 2001 dalam Apriliani, 2010).

d. Detektor

Detektor berfungsi mengubah intensitas radiasi menjadi arus (sinyal listrik). Keluaran dari detektor diumpankan ke suatu sistem pencatat yang sesuai. Alat pencatat ini digunakan untuk mengubah dan mencatat sinyal-sinyal listrik yang berasal dari suatu detektor ke suatu bentuk yang mudah dibaca oleh operator, misalnya dalam bentuk angka digital sesuai dengan hasil analisis. Detektor yang dipakai AAS pada umumnya adalah *photomultiplier tube*. *Photomultiplier tube* menghasilkan sinyal listrik sebanding dengan intensitas cahaya pada panjang gelombang yang telah dipisahkan oleh monokromator (Suryana, 2001 dalam Apriliani, 2010).

e. Sistem Pengolahan

Sistem pengolahan berfungsi untuk mengolah kuat arus dari detektor menjadi besaran daya serap atom transmisi yang selanjutnya diubah menjadi data dalam sistem pembacaan (Nasution, 2009).

f. Sistem Pembacaan

Sistem pembacaan merupakan bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dapat dibaca mata (Nasution, 2009).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Dasar, Laboratorium Kimia Organik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dimulai April 2015 hingga Oktober 2015. Karakterisasi menggunakan FTIR dilaksanakan di Laboratorium Kimia, Fakultas Farmasi, UNEJ, serta karakterisasi menggunakan AAS dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Jurusan Kimia FMIPA UGM.

3.2 Alat dan Bahan

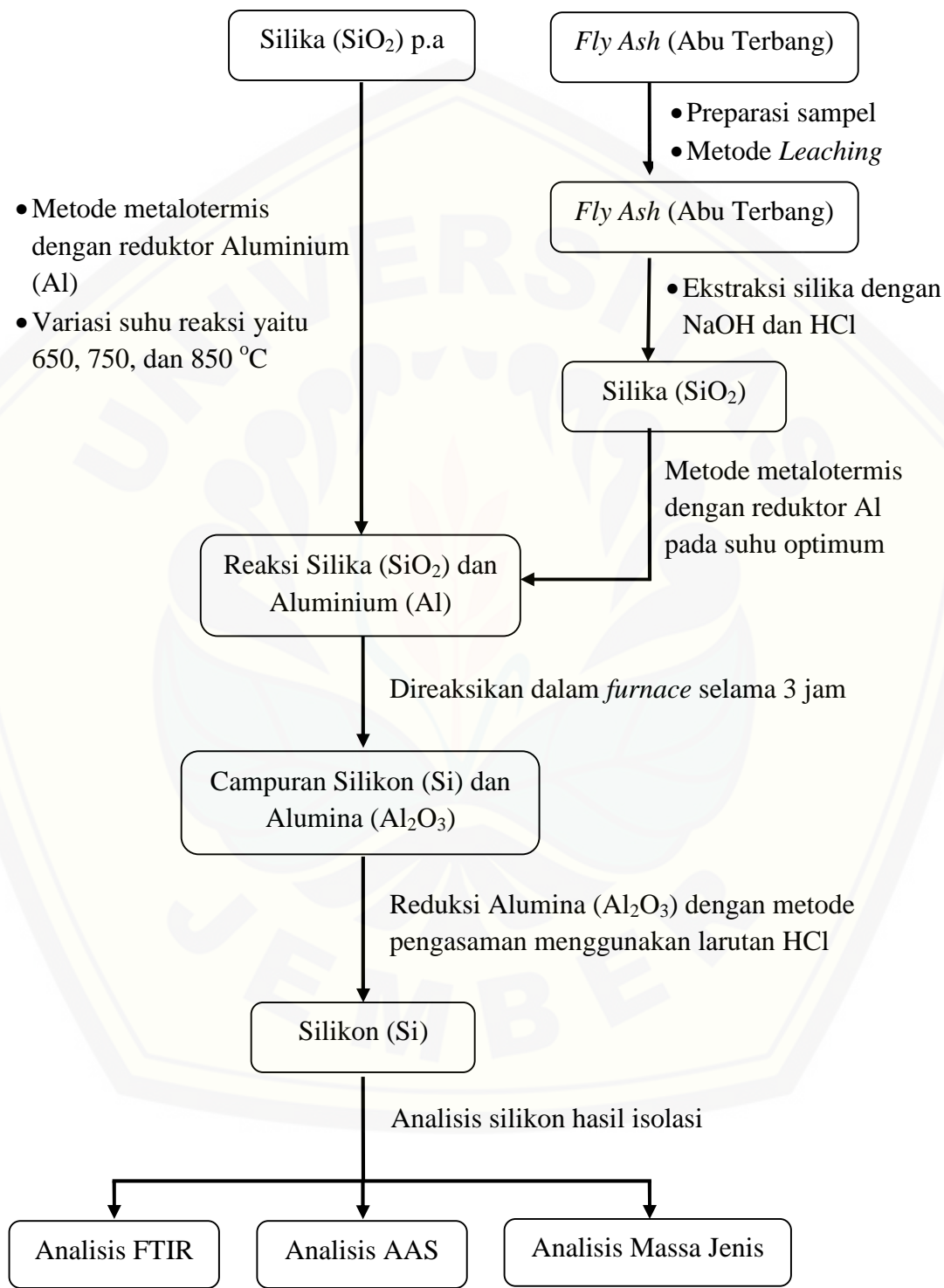
3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker 250 mL; 500 mL, labu ukur 100 mL; 250 mL; 500 mL, pipet volume 25 mL, pipet mohr 1 mL; 10 mL, pipet tetes, spatula, corong kaca, corong buchner, *ball pipet*, botol semprot, cawan porselin, cawan nikel, desikator, termometer, aluminium foil, piknometer, kaca arloji, kertas saring, kertas saring *whatman* no.41, anak stirer, neraca analitik (Ohaus Analytical Plus), *furnace* (Barnstead Thermolyne 1400), oven (Memmert), pH meter (Jenway 3505), Spektrofotometer FTIR (Bruker Alpha Sample, ATR eco Ge), Spektrofotometer Serapan Atom (AAS Perkin Elmer 3110), stirer magnetik dan pemanas listrik (Lab. Companion HP-3000).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel *fly ash* (abu terbang) batubara dari PLTU Paiton Probolinggo, NaOH (merck), HCl (merck 37%), HNO₃ (merck 65%), HClO₄ (merck 60-70%), H₂SO₄ (merck 98%), HF (merck 48%), serbuk silika (merck), serbuk aluminium (merck), dan akuades.

3.3 Diagram Alir Penelitian



3.4 Prosedur Kerja

3.4.1 Pembuatan Larutan Pereaksi

3.4.1.1 Pembuatan Larutan HCl 3 M

Labu ukur 250 mL diisi dengan akuades terlebih dahulu. Larutan HCl 3 M dibuat dengan mengambil 62,5 mL HCl 37% (12 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

3.4.1.2 Pembuatan Larutan HCl 3 %

Labu ukur 500 mL diisi dengan akuades terlebih dahulu. Larutan HCl 3% dibuat dengan mengambil 40,5 mL HCl 37% (12 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

3.4.1.3 Pembuatan Larutan NaOH 3 M

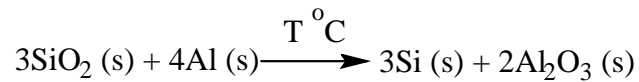
Larutan NaOH 3 M dibuat dengan cara menimbang terlebih dahulu NaOH sebanyak 60 gram, kemudian dimasukkan ke dalam gelas beaker yang berisi sedikit akuades. NaOH ditambah akuades untuk melarutkannya, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen.

3.4.1.4 Pembuatan Larutan HCl 1 M

Labu ukur 250 mL diisi dengan akuades terlebih dahulu. Larutan HCl 1 M dibuat dengan mengambil 20,8 mL HCl 37% (12 M), kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok perlahan supaya larutan menjadi homogen..

3.4.2 Isolasi Silikon dari Silika p.a dengan Metode Metalotermis untuk Penentuan Suhu Optimum

Serbuk silika (SiO_2) dan aluminium (Al) ditimbang dengan tepat menggunakan neraca analitik. Kedua serbuk tersebut dicampur dengan perbandingan massa berdasarkan stoikiometri dan ditempatkan dalam cawan porselen.



Silika sebanyak 5 gram dan 2,967 gram aluminium dicampur, kemudian dipanaskan dalam *furnace* dengan variasi suhu reaksi yaitu 650, 750, 850 °C selama 3 jam. Campuran yang telah dipanaskan kemudian didinginkan dalam desikator dan dilakukan prosedur pemisahan alumina serta analisis silikon hasil metalotermis, sehingga akan didapatkan suhu optimum untuk isolasi silikon.

3.4.3 Preparasi Sampel

Sampel *fly ash* diambil dari PLTU Paiton Probolinggo. Sebanyak 50 gram sampel (*fly ash*) direndam dalam air panas selama 2 jam untuk menghilangkan pengotor yang berupa bahan organik yang larut dalam air supaya tidak mengganggu proses ekstraksi silika (Retnosari, 2013).

3.4.4 Leaching

Sampel *fly ash* ditimbang dengan teliti sebanyak 25 gram kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga dan ditambah 500 mL HCl 3%. Campuran tersebut direfluks selama 2 jam, setelah itu larutan disaring dan residu dicuci dengan aquades panas hingga netral. Residu dikeringkan di dalam oven pada suhu 100 °C (Okutani, 2009). Serbuk *fly ash* ini digunakan untuk proses ekstraksi silika.

3.4.5 Ekstraksi Silika dari *Fly Ash* Batubara

Sampel *fly ash* yang telah dicuci dengan HCl (*leaching*) direndam dalam 120 mL larutan NaOH 3 M. Sampel tersebut dipanaskan hingga mendidih yang disertai pengadukan dengan kecepatan 150 rpm selama 120 menit. Larutan tersebut disaring dan filtratnya (mengandung silika) ditampung dalam beaker glass. Silika diendapkan dengan cara menambahkan larutan HCl 1 M ke dalam filtrat secara bertahap hingga pembentukan endapan silika berhenti (rentang pH 6,5-7). Endapan dipisahkan dan dibilas menggunakan aquades untuk menghilangkan kelebihan asam. Silika yang

diperoleh selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 110 °C selama 6 jam (Retnosari, 2013).

3.4.6 Karakterisasi Silika Hasil Ekstraksi dengan Metode Gravimetri

Sebanyak 1 g sampel yang telah dipanaskan pada suhu 105-110 °C dimasukkan ke dalam beaker gelas 100 mL dan dilarutkan dengan 20 mL akuades, kemudian ditambahkan 20 mL HNO₃ p.a dan 40 mL HClO₄ 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 100 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 2-4 tetes H₂SO₄ dan 10 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 dalam Retnosari, 2013).

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

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

dimana :

A = bobot cawan + residu (gram)

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

C = silika hasil ekstraksi (gram)

D = bobot sampel (1 gram)

3.4.7 Isolasi Silikon dari Silika *Fly Ash* Batubara dengan Metode Metalotermis berdasarkan Suhu Reaksi Optimum

Serbuk silika (SiO_2) dan aluminium (Al) ditimbang dengan tepat menggunakan neraca analitik. Kedua serbuk tersebut dicampur dengan perbandingan massa berdasarkan stoikiometri di atas yaitu 1,5 gram silika dan 0,9 gram aluminium, kemudian ditempatkan dalam cawan porselen. Campuran tersebut dipanaskan dalam *furnace* pada suhu optimum selama 3 jam. Campuran yang telah dipanaskan kemudian didinginkan dan dilakukan prosedur pemisahan alumina serta analisis silikon hasil metalotermis.

3.4.8 Pemisahan Campuran Silikon dan Alumina

Pemisahan campuran atau reduksi alumina untuk mendapatkan silikon dilakukan dengan metode pengasaman menggunakan larutan HCl 3 M. Larutan HCl tersebut dituangkan secara perlahan pada produk reaksi metalotermis, kemudian diaduk dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 60 menit. Prosedur tersebut diulang tiga kali. Tahap selanjutnya yaitu campuran dibilas dengan aquades panas berulang kali hingga netral, setelah itu campuran difiltrasi dan dikeringkan dalam oven 60°C selama 60 menit. Padatan yang telah dikeringkan dibiarkan selama 12 jam dan ditimbang hingga massanya konstan (Armaina, 2013).

3.4.9 Analisis Kualitatif Silikon Hasil Metalotermis dengan FTIR

Silikon hasil metalotermis dari silika p.a pada variasi suhu dan silikon dari *fly ash* batubara diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan Spektrofotometer FTIR.

3.4.10 Analisis Kuantitatif Silikon Hasil Metalotermis dengan AAS

3.4.10.1 Preparasi Sampel

Sebanyak $1,00 \pm 0,05$ gram sampel kering ditempatkan dalam cawan platina atau cawan porselin dan dibakar pada 400°C . Sampel yang telah dibakar dipindahkan ke beaker teflon 100 mL. Sampel dilarutkan dengan menambahkan 10 mL HF, 10 mL