



SKRIPSI – SK 141501

**PEMURNIAN SILIKA PADA ABU LAYANG DARI
PEMBANGKIT LISTRIK DI PAITON (PT YTL)
DENGAN PELARUTAN ASAM KLORIDA DAN
AQUA REGIA**

DENIDA MEGA ANGGIA

NRP. 1412 100 102

Dosen Pembimbing

Suprpto, M.Si, Ph.D

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**



SCRIPT – SK 141501

**PURIFICATION OF SILICA IN FLY ASH FROM
POWER PLANT IN PAITON (PT YTL) BY
HYDROCHLORIC ACID AND AQUA REGIA
LEACHING**

DENIDA MEGA ANGGIA

NRP. 1412 100 102

Advisor Lecturer

Suprpto, M.Si, Ph.D

**CHEMISTRY DEPARTMENT
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**

**PEMURNIAN SILIKA PADA ABU LAYANG DARI
PEMBANGKIT LISTRIK DI PAITON (PT YTL)
DENGAN PELARUTAN
ASAM KLOORIDA DAN AQUA REGIA**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
pada
Program Studi S-1 Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:
DENIDA MEGA ANGGIA
NRP. 1412 100 102

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**

LEMBAR PENGESAHAN
PEMURNIAN SILIKA PADA ABU LAYANG DARI
PEMBANGKIT LISTRIK DI PAITON (PT YTL)
DENGAN PELARUTAN
ASAM KHLORIDA DAN AQUA REGIA

TUGAS AKHIR

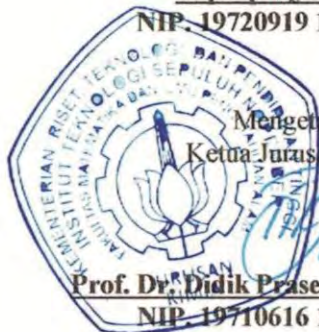
Disusun oleh:
DENIDA MEGA ANGGIA
NRP. 1412 100 102

Surabaya, 21 Juli 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Suprpto, M.Si, Ph.D
NIP. 19720919 199802 1 002



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik naskah Tugas Akhir yang berjudul “**Pemurnian Silika Pada Abu Layang Dari Pembangkit Listrik Di Paiton (PT YTL) Dengan Pelarutan Asam Klorida dan Aqua Regia**”. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, dukungan, doa serta dorongan semangat dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Bapak Suprpto, M.Si, Ph.D, selaku Dosen Pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc., selaku Ketua Jurusan Kimia dan dosen wali atas fasilitas yang telah diberikan dan pengarahannya hingga naskah tugas akhir ini dapat terselesaikan.
3. Dr.rer.nat. Fredy Kurniawan, M.Si., selaku Kepala Laboratorium Instrumentasi dan Sains Analitik Jurusan Kimia FMIPA ITS yang telah memberikan fasilitas selama pengerjaan tugas akhir ini.
4. PT YTL, Paiton, yang telah bersedia memberikan sampel abu layang sebagai bahan penelitian tugas akhir ini sehingga penelitian ini dapat terselesaikan.
5. Kedua orang tua, kakak tercinta Adrian Chandra Himawan dan Friska Devi Mella, yang selalu memberikan dukungan, doa, serta semangatnya.
6. Teman-teman SPECTRA 2012, Lalak, Nopek, Fitri, Retty, Iman, mbak Is, kak Artin, kak Elis, kak Dedi, kak Dimas Ery, warga CARBON, warga Lab. Instrumentasi dan Sains Analitik yang selalu membantu, memberikan semangat dan doa, serta

semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa penulisan naskah tugas akhir ini tidak lepas dari kekurangan, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 21 Juli 2016

Penulis

PEMURNIAN SILIKA PADA ABU LAYANG DARI PEMBANGKIT LISTRIK DI PAITON (PT YTL) DENGAN PELARUTAN ASAM KLORIDA DAN AQUA REGIA

Nama : Denida Mega Anggia
NRP : 1412 100 102
Jurusan : Kimia FMIPA
Dosen Pembimbing : Suprpto, M.Si., Ph.D

ABSTRAK

Penelitian mengenai pemurnian silika melalui pelarutan menggunakan asam klorida (HCl) dan aqua regia pada abu layang yang berasal dari PT YTL (Paiton) telah dilakukan. Parameter yang digunakan dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi dan waktu pelarutan HCl. Pengaruh pelarutan unsur Fe, Ca, dan Al dari sampel juga diteliti. Kadar Al dan Si dalam sampel dianalisis menggunakan ICP-OES, sedangkan kadar Fe dan Ca dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS). Dari hasil XRD abu layang, terkandung mineral *quartz*, *mullite*, *hematite* dan kalsium oksida. Kondisi paling baik pada saat pelarutan sampel adalah menggunakan pelarutan aqua regia, mampu menghasilkan kadar Si sebesar 68,07%, sedangkan kondisi paling baik pelarutan HCl adalah pada konsentrasi HCl 1 M dengan waktu pelarutan 2,5 jam, mampu menghasilkan kadar Si sebesar 34%. Peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar silika yang diperoleh.

Kata kunci : pelarutan, pemurnian, silika, abu layang

PURIFICATION OF SILICA IN FLY ASH FROM POWER PLANT IN PAITON (PT YTL) BY HYDROCHLORIC ACID AND AQUA REGIA LEACHING

Name : Denida Mega Anggia
NRP : 1412 100 102
Department : Chemistry
Advisor Lecturer : Suprpto, M.Si., Ph.D

ABSTRACT

A research on purification of silica in fly ash from PT YTL (Paiton) by hydrochloric acid (HCl) and aqua regia leaching had been performed. Variations of concentrations and leaching times of HCl to Fe, Ca, and Al dissolution were examined. Si and Al in the samples were analyzed using ICP-OES, whereas Fe and Ca contents were analyzed using atomic absorption spectrophotometer (AAS). XRD characterization showed that fly ash contain quartz, mullite, hematite and calcium oxide. Fly ash leaching by aqua regia, was able to produced Si contents up to 68,07%, while the best condition of fly ash leaching by HCl was at HCl 1 M, for 2.5 hours was able to produced Si contents to 34%. The silica contents were decreased as the hydrochloric acid concentrations increased.

Keyword: leaching, purification, silica, fly ash

DAFTAR ISI

KATA PENGANTAR.....	v
ABSTRAK.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
LAMPIRAN A.....	xiii
LAMPIRAN B.....	xiv
LAMPIRAN C.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Permasalahan.....	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Silika (SiO ₂).....	5
2.2 Abu Layang (<i>Fly Ash</i>).....	8
2.3 Pelarutan Menggunakan Asam.....	10
2.4 Metode Analisis.....	12
2.4.1 X-Ray Diffractometer (XRD).....	12
2.4.2 X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF).....	13
2.4.3 Fourier Transfer Infrared Spectroscopy.....	14
2.4.4 Atomic Absorption Spectrometry (AAS).....	16
2.4.5 ICP-OES (Inductively Coupled Plasma- Optical Emission Spectroscopy).....	18
BAB III METODE PENELITIAN.....	21
3.1 Alat dan Bahan.....	21
3.1.1 Alat.....	21
3.1.2 Bahan.....	21
3.2 Prosedur Penelitian.....	21
3.2.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel.....	21

3.2.2	Karakterisasi Awal Sampel Abu Layang	22
3.2.3	Pelarutan Sampel Menggunakan Aqua regia	22
3.2.4	Pelarutan Sampel Terhadap Konsentrasi HCl	23
3.2.5	Pelarutan Sampel Terhadap Waktu Pelarutan Asam Klorida	23
3.2.6	Pembuatan Kurva Standar untuk Uji AAS.....	24
3.2.6.1	Pembuatan Larutan Standar Fe.....	24
3.2.6.2	Pembuatan Larutan Standar Ca	25
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	27
4.1	Karakterisasi Awal Abu Layang	27
4.1.1	Karakterisasi Awal Menggunakan XRF	27
4.1.2	Karakterisasi Awal Menggunakan XRD.....	29
4.1.3	Karakterisasi Awal Menggunakan FTIR	30
4.2	Pelarutan dengan Asam.....	31
4.2.1	Pelarutan dengan Aqua regia.....	31
4.2.2	Pelarutan dengan Asam Klorida.....	35
4.2.2.1	Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida	31
4.2.2.2	Pengaruh Waktu Pelarutan Asam Klorida	40
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN.....	49
5.1	Kesimpulan.....	49
5.2	Saran.....	49
DAFTAR PUSTAKA.....		51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Bongkahan Batu Kuarsa.....	5
Gambar 2.2	Struktur Kristal Silika.....	6
Gambar 2.3	Tingkat Kelarutan dari Tiap Jenis Silika	7
Gambar 2.4	Pola XRD Abu Layang	10
Gambar 2.5	Difraksi Sinar-X pada Suatu Kristal.....	12
Gambar 2.6	Eksitasi Elektron yang Ditembakkan	14
Gambar 2.7	Skema Alat FTIR	16
Gambar 2.8	Proses Atomisasi dan Absorpsi pada AAS.....	17
Gambar 2.9	Skema Alat ICP-OES.....	19
Gambar 4.1	Abu Layang PT YTL.....	27
Gambar 4.2	Difraktogram Abu Layang PT YTL.....	29
Gambar 4.3	Spektrum FTIR Abu Layang PT YTL	30
Gambar 4.4	Pelarutan Sampel dengan Aqua regia...	32
Gambar 4.5	Filtrat Pelarutan Aqua regia	32
Gambar 4.6	Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Penghilangan Unsur Pengotor.....	37
Gambar 4.7	Kadar Si Terhadap Konsentrasi HCl ...	39
Gambar 4.8	Pengaruh Waktu Pelarutan Terhadap Penghilangan Unsur Pengotor	42
Gambar 4.9	Kadar Si Terhadap Waktu Pelarutan HCl.....	43
Gambar 4.10	Pengaruh Waktu Pelarutan HCl dan Aqua regia Terhadap Pelarutan Unsur Pengotor	44
Gambar 4.11	Kadar Si Optimum pada Pelarutan Aqua regia dan HCl.....	45
Gambar 4.12	Silika Hasil Pelarutan Aqua regia dan HCl	46
Gambar 4.13	Difraktogram Silika terhadap Pelarutan Aqua regia dan HCl.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi Kimia Utama Abu Layang PLTU Paiton	9
Tabel 4.1	Komposisi Kimia Abu Layang PT YTL Paiton	28
Tabel 4.2	Daftar Puncak Mineral Abu Layang.....	30
Tabel 4.3	Absorbansi Uji AAS pada Fe dan Ca terhadap Pelarutan Aqua regia.....	33
Tabel 4.4	Intensitas Unsur Al pada Pelarutan Aqua regia	33
Tabel 4.5	Kadar Unsur Fe, Ca dan Al terhadap Pelarutan Aqua Regia	33
Tabel 4.6	Kadar Si terhadap Pelarutan Aqua regia ...	34
Tabel 4.7	Absorbansi Uji AAS pada Fe dan Ca terhadap Konsentrasi HCl.....	36
Tabel 4.8	Intensitas unsur Al terhadap Konsentrasi HCl.....	36
Tabel 4.9	Intensitas unsur Si terhadap Konsentrasi HCl.....	38
Tabel 4.10	Absorbansi Uji AAS pada Fe dan Ca terhadap Waktu Pelarutan HCl.....	41
Tabel 4.11	Intensitas unsur Al terhadap Waktu Pelarutan HCl.....	41
Tabel 4.12	Intensitas unsur Si terhadap Waktu Pelarutan HCl.....	43
Tabel 4.13	Daftar Sudut 2 θ Mineral Silika (Quartz) Hasil Pelarutan Aqua regia dan HCl.....	48

LAMPIRAN A

SKEMA KERJA

A.1	Prosedur Kerja	59
A.2	Preparasi dan Analisis Komposisi Awal Sampel	60
A.3	Pelarutan Sampel Menggunakan Aqua regia	61
A.4	Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida.....	62
A.5	Pengaruh Waktu Pelarutan Asam Klorida	63
A.6	Pembuatan Larutan Standar Fe.....	64
A.6.1	Pembuatan Larutan Induk Fe 1000 ppm.....	64
A.6.2	Pembuatan Larutan Standar Fe 100 ppm.....	64
A.6.3	Pembuatan Larutan Standar Fe 10 ppm.....	64
A.6.4	Pembuatan Larutan Standar Fe 8 ppm.....	65
A.6.5	Pembuatan Larutan Standar Fe 6 ppm.....	65
A.6.6	Pembuatan Larutan Standar Fe 4 ppm.....	65
A.6.7	Pembuatan Larutan Standar Fe 2 ppm.....	66
A.7	Pembuatan Larutan Standar Ca.....	66
A.7.1	Pembuatan Larutan Induk Ca 5000 ppm.....	66
A.7.2	Pembuatan Larutan Standar Ca 100 ppm.....	67
A.7.3	Pembuatan Larutan Standar Ca 10 ppm.....	67
A.7.4	Pembuatan Larutan Standar Ca 8 ppm.....	67
A.7.5	Pembuatan Larutan Standar Ca 6 ppm.....	68
A.7.6	Pembuatan Larutan Standar Ca 4 ppm.....	68
A.7.7	Pembuatan Larutan Standar Ca 2 ppm.....	68

LAMPIRAN B

PEMBUATAN LARUTAN

B.1	Pembuatan Aqua regia	69
B.2	Pembuatan HCl 1 Molar	69
B.3	Pembuatan HCl 2 Molar	70
B.4	Pembuatan HCl 4 Molar	71
B.5	Pembuatan Larutan Induk Fe 1000 ppm	72
B.5.1	Pembuatan Larutan Standar Fe 100 ppm.....	73
B.5.2	Pembuatan Larutan Standar Fe 10 ppm.....	73
B.5.3	Pembuatan Larutan Standar Fe 8 ppm.....	74
B.5.4	Pembuatan Larutan Standar Fe 6 ppm.....	74
B.5.5	Pembuatan Larutan Standar Fe 4 ppm.....	75
B.5.6	Pembuatan Larutan Standar Fe 2 ppm.....	75
B.6	Pembuatan Larutan Induk Ca 5000 ppm	76
B.6.1	Pembuatan Larutan Standar Ca 100 ppm.....	77
B.6.2	Pembuatan Larutan Standar Ca 10 ppm.....	77
B.6.3	Pembuatan Larutan Standar Ca 8 ppm.....	78
B.6.4	Pembuatan Larutan Standar Ca 6 ppm.....	78
B.6.5	Pembuatan Larutan Standar Ca 4 ppm.....	79
B.6.6	Pembuatan Larutan Standar Ca 2 ppm.....	79

LAMPIRAN C PERHITUNGAN

C.1	Pembuatan Kurva Kalibrasi AAS	81
C.1.1	Pembuatan Kurva Standar Fe	81
C.1.2	Pembuatan Kurva Standar Ca	82
C.2	Pembuatan Kurva Kalibrasi ICP-OES	83
C.2.1	Pembuatan Kurva Standar Si	83
C.2.2	Pembuatan Kurva Standar Al	84
C.3	Pelarutan sampel menggunakan aqua regia .	85
C.4	Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Pelarutan Sampel	90
C.5	Pengaruh Waktu Pelarutan HCl	94

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Meningkatnya permintaan logam secara global (Halada et al., 2008) telah memotivasi para peneliti untuk mengembangkan pemurnian logam dari material sekunder seperti abu layang. Abu layang merupakan limbah yang dihasilkan dalam pembakaran batubara pada pembangkit tenaga listrik, yang pada umumnya mengandung komponen terbesar yaitu silika (SiO_2) 60% dan alumina (Al_2O_3) 30% (Matjie et al., 2005).

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

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

Pada dasarnya pemurnian silika dari abu layang dapat dilakukan dengan cara melarutkan kandungan unsur-unsur seperti Fe, Ca, dan Al menggunakan pelarut asam (Kheloufi, 2009). Hal ini akan menguntungkan untuk mendapatkan silika dengan kadar yang murni dikarenakan kandungan unsur-unsur yang dianggap sebagai pengganggu dapat larut dalam pelarut asam sedangkan silika tidak dapat larut (Shcerban, 1995).

Pelarut asam yang biasa digunakan untuk pelarutan unsur-unsur logam pada sampel adalah H_2SO_4 , HNO_3 dan HCl telah dipelajari pada beberapa penelitian, seperti yang dilakukan oleh Adjiantoro et al., pada tahun 2010, yang melakukan pemurnian silikon tingkat metalurgi (MG-Si) menggunakan metode pelarutan asam dengan memvariasikan jenis asam. Dari hasil penelitiannya menunjukkan bahwa proses pelarutan MG-Si dengan asam merupakan salah satu cara yang ekonomis untuk menurunkan kandungan pengotor logam seperti Al, Ca, Fe, Mg dan Ti, dimana keefektifan larutan asam yang paling tinggi adalah HCl (70,22%) dan HNO_3 (55,11%). Kemudian pada penelitian berikutnya, Adjiantoro et al.,

ditahun 2012 melakukan variasi waktu menggunakan pelarutan HCl terhadap MG-Si, dimana pelarutan selama 120 jam mendapatkan efisiensi larutan HCl terhadap unsur pengotor dengan gerakan pengadukan mekanik mencapai 99,04%. Kemudian Pratomo et al., ditahun 2013, menggunakan sampel abu sekam padi, mendapatkan kadar silika tertinggi sebesar 97,30% menggunakan pelarutan HCl dengan teknik pengadukan. Penelitian menggunakan pelarutan H₂SO₄ dilakukan oleh Aphane et al., (2015), yang mengamati pengaruh konsentrasi H₂SO₄ terhadap pelarutan abu layang, didapatkan total efisiensi ekstraksi Si sebesar 8%, sedangkan Kusumawati, dalam penelitiannya menggunakan pelarut HCl memperoleh total efisiensi ekstraksi Si pada abu layang sekitar 89%. Pemurnian sampel silikon tingkat metalurgi (MG-Si) menggunakan pelarutan aqua regia ditemukan paling efektif dalam periode waktu yang lama (Juneja et al., 1986). Chen et al., (1999), melaporkan bahwa penggunaan aqua regia cukup baik untuk menganalisis secara total logam yang ada pada sampel tanah dan digunakan untuk mengetahui adanya unsur-unsur secara maksimal. Unsur-unsur yang masih terdapat pada residu pelarutan oleh aqua regia kebanyakan merupakan ikatan dari mineral silikat.

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

1.2 Permasalahan

Berdasarkan latar belakang diatas maka permasalahan yang diangkat pada penelitian ini adalah bagaimana pengaruh pemurnian silika dan penghilangan

logam pengganggu yakni Ca, Fe dan Al terhadap pelarutan asam klorida dan aqua regia, dengan memvariasikan waktu pelarutan dan konsentrasi HCl pada abu layang yang berasal dari pembangkit listrik di PT YTL, Paiton.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh pemurnian silika dan penghilangan logam pengganggu yakni Ca, Fe dan Al terhadap pelarutan asam klorida dan aqua regia, dengan memvariasikan waktu pelarutan dan konsentrasi HCl pada abu layang yang berasal dari pembangkit listrik di PT YTL, Paiton.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Analisis logam sebagai logam pengganggu yang dapat larut oleh asam hanya dilakukan untuk logam Ca, Fe dan Al, sedangkan keberadaan logam lainnya tidak diperhitungkan atau diabaikan.
2. Sampel abu layang yang digunakan berukuran antara 250-125 μm .
3. Rasio padat-cair yang digunakan 1:50.
4. Suhu yang digunakan dalam penelitian ini adalah $85\pm 5^\circ\text{C}$.
5. Kecepatan pengadukan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 300 rpm.
6. Jenis asam yang digunakan adalah aqua regia dan HCl

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

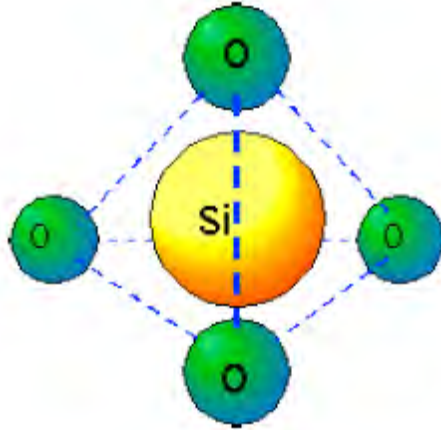
2.1 Silika (SiO_2)

Silikon adalah unsur kimia yang berada dalam golongan IV A dengan konfigurasi elektron ns^2np^2 dan membentuk ikatan kovalen dengan struktur tetrahedral. Dalam bentuk kristalnya, silikon berupa padatan keras dan berwarna abu mengkilap. Dalam tabel periodik, silikon memiliki simbol Si (bahasa Latin: 'Silex') dengan nomor atom 14 dan nomor massa 28,086 g/mol. Silikon memiliki titik didih 2.355°C , titik lebur 1.410°C dan densitas $2,33 \text{ g/cm}^3$ (Brady, 1990). Silikon di alam terdapat dalam bentuk silikon dioksida (SiO_2) atau disebut silika. Pada umumnya mineral silikat dengan kadar silika yang cukup tinggi (50-90%) ditemukan pada kuarsit, pasir pantai dan feldspar (Wahyudi et al., 2011). Contoh bongkahan mineral silika dari kuarsa ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Bongkahan Batu Kuarsa

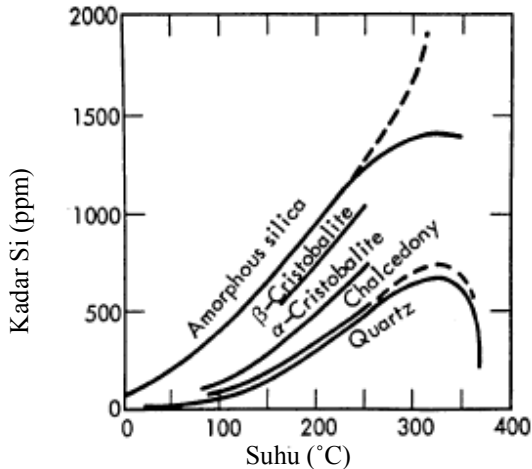
Silika memiliki struktur atomik tetrahedron SiO_4 , dimana setiap atom silikon dikelilingi oleh empat atom oksigen, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur Kristal Silika (Dobkin, 1922)

Struktur tetrahedron ini memiliki ikatan tetrahedral yang kuat karena ikatan antara oksigen dan silikon bersifat 50% ikatan ionik dan 50% ikatan kovalen (White, 2005). Pada umumnya silika terdapat dalam bentuk amorf terhidrat, namun bila pembakaran berlangsung terus-menerus pada suhu diatas 650°C maka tingkat kristalinitasnya akan cenderung naik dengan terbentuknya fasa *quartz*, *crystobalite*, dan *tridymite* (Hara, 1986). Fasa *low quartz* dapat terbentuk pada suhu $<570^{\circ}\text{C}$, *high quartz* terbentuk pada suhu $570-870^{\circ}\text{C}$ yang kemudian mengalami perubahan struktur menjadi *crystobalite* dan *tridymite*, kemudian pada suhu $870-1470^{\circ}\text{C}$ terbentuk *high crystobalite*, dan pada suhu 1723°C terbentuk silika cair (Smallman dan Bishop, 2000). Silika yang berbentuk amorf secara mineralogi lebih menguntungkan dibandingkan dengan silika yang

berbentuk kristalin karena bersifat lebih reaktif (mudah bereaksi) dan tidak membutuhkan proses energi yang besar. Berikut merupakan tingkat kelarutan dari tiap jenis silika yang ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Tingkat Kelarutan dari Tiap Jenis Silika (Fournier, 1970)

Mineral silika pada abu layang batubara berasosiasi dengan mineral ikutan (*gangue minerals*). Mineral ikutan tersebut umumnya besi, aluminium, calcium, titanium, magnesium dan kalium oksida, hal ini yang menyebabkan kelarutan silika berkurang karna adanya pengotor (*gangue minerals*). Silika merupakan unsur yang sukar bereaksi (*inert element*), relatif tidak bereaksi terhadap Cl_2 , H_2 , asam-asam dan sebagian besar logam pada 25°C atau pada suhu yang agak tinggi, tetapi dapat larut oleh F_2 , HF, hidroksida alkali dan leburan karbonat-karbonat (Cotton F.A., 2009).

Aplikasi dari silika banyak digunakan sebagai bahan tambahan dalam pembuatan pasta gigi yang

berfungsi sebagai bahan anti abrasi, bahan katalisator, kosmetik, kolom pada alat kromatografi, bahan tambahan pada pembuatan cat, bahan pelapisan dan sebagai silika gel yang digunakan untuk menyerap uap air (*desiccant*) pada kemasan alat elektronik, bahan makanan, atau obat-obatan yang bertujuan agar terhindar dari penyebab kerusakan seperti karat atau udara lembab (Kamath & Proctor, 1998; Kalapathy et al., 2000). Selain itu, pertumbuhan industri yang bergerak dalam pemanfaatan silika sebagai *raw material* adalah industri alat-alat gelas, pembuatan *chip*, industri ban, karet, semen, keramik, film, pembuatan beton, dan lain-lain (Fadli, et al., 2013).

2.2 Abu Layang (*Fly Ash*)

Limbah padat pembakaran batubara terdiri dari abu dasar (*bottom ash*) dan abu layang (*fly ash*). Abu layang (*fly ash*) merupakan salah satu limbah padat hasil pembakaran batubara yang digunakan sebagai bahan bakar oleh PLTU dan industri. Menurut SNI 03-6414-2002, pengertian abu layang adalah limbah hasil pembakaran batubara pada tungku pembangkit listrik tenaga uap yang berbentuk halus, bundar dan bersifat pozolanik. Abu dasar (*bottom ash*) memiliki ukuran partikel lebih besar dan lebih berat daripada abu layang, sehingga abu dasar akan jatuh pada dasar tungku pembakaran dan terkumpul pada penampung debu lalu dikeluarkan dengan cara disemprot dengan air untuk kemudian dibuang dan dimanfaatkan sebagai bahan pengganti sebagian pasir, sedangkan abu layang (*fly ash*) merupakan abu fraksi ringan berupa serbuk halus yang dipisahkan dari gas buang pembangkit listrik dengan menggunakan *electrostatic* atau *mechanical precipitators*. (Muhardi, 2010).

Perbedaan dari kedua abu tersebut terletak pada warna, ukuran distribusi partikel dan komposisi kimianya.

Secara visual, abu dasar berwarna hitam keabu-abuan dan berbutir kasar, sedangkan abu layang berwarna keabu-abuan, hal ini disebabkan karena pada abu dasar belum terjadi pembakaran yang cukup sempurna sehingga masih terdapat banyak batubara yang belum terbakar. Berdasarkan ukuran butirannya, abu layang berukuran 0,1-200 μm (Muhardi, 2010).

Sifat kimia abu batubara bergantung pada jenis batubara, asal, ukuran, teknik pembakaran, ukuran *boiler*, proses pembuangan dan metode penanggulangan (Talib, 2009). Pada umumnya, abu layang memiliki komposisi kimia utama yaitu SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 dan CaO . Komposisi kimia utama abu layang PLTU Paiton ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi Kimia Utama Abu Layang PLTU Paiton

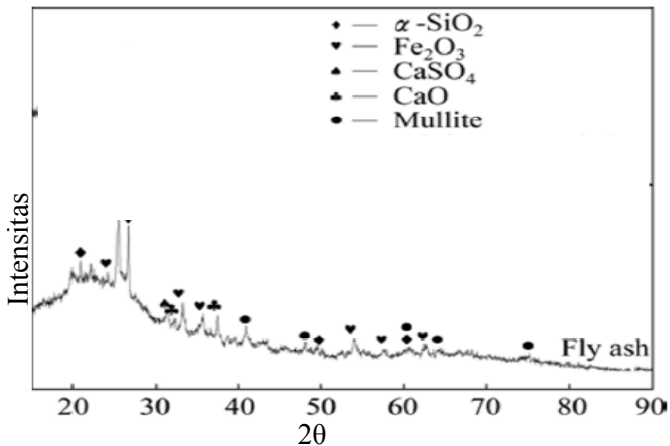
Komponen	Berat (%)
SiO_2	62,49
Fe_2O_3	16,71
Al_2O_3	6,36
CaO	5,69
MgO	0,79

(Rahmi, 2005).

Berdasarkan ASTM C 618-49a, abu layang dapat dibedakan menjadi dua kelas berdasarkan jenis batubaranya, yaitu abu layang kelas F dan abu layang kelas C. Abu layang kelas F dihasilkan dari pembakaran batubara jenis anthrasit atau bituminous, mengandung SiO_2 sedikitnya 54,90%, dan memiliki total kandungan dari SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 sedikitnya 70%. Sedangkan abu layang kelas C dihasilkan dari pembakaran batubara jenis lignit atau sub-bituminous, mengandung SiO_2 sedikitnya

39,90% dan memiliki total kandungan dari SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 sedikitnya 50% (Husin, 2006).

Kandungan mineral abu layang berupa fasa amorf dan fasa kristalin, terdiri dari *quartz* (SiO_2), *mullite* ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), *hematite* (Fe_2O_3) dan *magnetite* (Fe_3O_4).. Pada abu layang, *mullite* dan *quartz* merupakan sumber utama alumina dan silika. *Mullite* tersusun dari 27,8% SiO_2 dan 71,5% Al_2O_3 , sedangkan *quartz* mengandung SiO_2 lebih dari 99% (Querol et al, 2002). Pola XRD abu layang ditunjukkan seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Pola XRD Abu layang (Wang et al., 2013)

2.3 Pelarutan Menggunakan Asam

Pemurnian silika pada abu layang dapat diasumsikan dengan cara menghilangkan komposisi kimia dalam sampel seperti besi, aluminium, kalsium dan unsur-unsur lainnya. Penghilangan pengotor pada sampel dapat dilakukan dengan cara menggunakan metode pelarutan dengan asam untuk menurnikan silika (Premurzic dan Lin, 2003), hal ini dikarenakan sifat khas silika berfasa amorf memiliki kelarutan rendah terhadap asam (Iler, 1979), dan banyaknya unsur logam yang hadir sebagai

pengotor tersebut memiliki koefisien pemisahan yang tinggi terhadap silika (Santos et al., 1988).

Penelitian menggunakan pelarutan asam pada abu layang salah satunya diteliti oleh Aphane et al., (2015), yang mengamati pengaruh asam sulfat (H_2SO_4) terhadap pelarutan unsur Al dan kadar silika terhadap konsentrasi asam dan waktu pelarutan. Efisiensi optimum dari pelarutan aluminium yang diperoleh sebesar 80% pada konsentrasi asam sulfat 5 M, suhu refluks $95^\circ C$ dan dalam waktu 4 jam serta diperoleh efisiensi optimum ekstraksi silika sebesar 8,3% pada konsentrasi asam sulfat 1 M dalam waktu 30 menit (Aphane et al., 2015). Selain itu, Kusumawati dan Ratna Edianti dalam penelitiannya menggunakan asam klorida (HCl) untuk mendapatkan sumber silika dari abu layang sebagai bahan utama sintesis MCM-41, berhasil mendapatkan peningkatan SiO_2 pada residu pelarutan sebanyak 89,2% menggunakan konsentrasi asam klorida 10%, rasio padat/cair 1:25, suhu $80^\circ C$ dalam waktu 1 jam. Pemurnian sampel silikon tingkat metalurgi (MG-Si) menggunakan pelarutan aqua regia ditemukan paling efektif dalam periode waktu yang lama (Juneja et al., 1986). Hal ini didukung dari laporan Chen et al., (1999), bahwa penggunaan aqua regia cukup baik untuk menganalisis secara total logam pada sampel tanah (Chen et al., 1999).

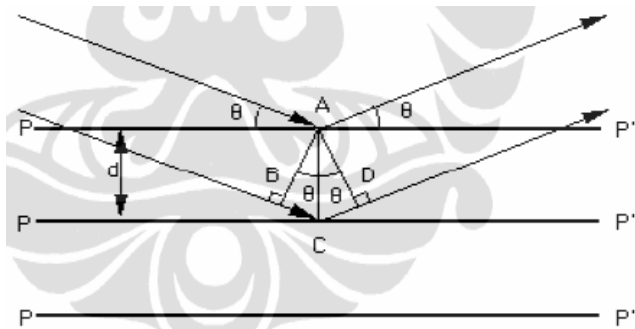
Berdasarkan penelitian pendahulu tersebut dan belum adanya penelitian yang menggunakan pelarut aqua regia dan HCl untuk melarutkan unsur pengotor dalam pemurnian kadar Si pada abu layang maka dalam penelitian ini digunakan HCl dan aqua regia sebagai pelarut asam yang memiliki efektivitas tinggi terhadap pelarutan unsur-unsur seperti Fe, Ca dan Al pada abu layang. Namun tentu saja setiap keadaan akan berbeda, bergantung pada komposisi kimia yang terkandung dalam mineral tersebut.

2.4 Metode Analisis

2.4.1 X-Ray Diffractometer (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan salah satu metode yang digunakan untuk menentukan struktur kristal suatu padatan dengan menggunakan alat yang disebut *X-Ray Diffractometer* (XRD). Di dalam kisi kristal, terdapat bidang kristal yang merupakan tempat kedudukan sederatan ion atau atom. Posisi dan arah dari bidang kristal ini disebut indeks miller. Setiap kristal mempunyai bidang kristal dengan posisi dan arah yang khas sehingga akan memberikan pola difraktogram yang khas pula.

Prinsip dasar XRD adalah hamburan elektron yang mengenai permukaan kristal. Bila sinar-X dilewatkan ke permukaan kristal, sebagian sinar tersebut akan dihamburkan dan sebagian lagi akan diteruskan ke lapisan berikutnya. Sinar yang dihamburkan akan berinterferensi secara konstruktif (menguatkan) dan destruktif (melemahkan). Hamburan sinar yang berinterferensi konstruktif inilah yang digunakan untuk analisis. Interferensi konstruktif terjadi apabila berkas sinar-X yang dihamburkan berada dalam keadaan satu fasa seperti terlihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Difraksi Sinar-X pada Suatu Kristal

Kondisi satu fasa tercapai apabila jarak $BC + CD$ sama dengan harga bilangan bulat (n) dari panjang gelombang radiasi.

$$BC + CD = n \lambda \dots\dots\dots(2.1)$$

dimana: n : orde difraksi

Karena $BC + CD = 2d \sin \theta$, maka interferensi konstruktif dari berkas sinar-X pada sudut θ adalah:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots(2.2)$$

dimana: d : jarak antar kristal

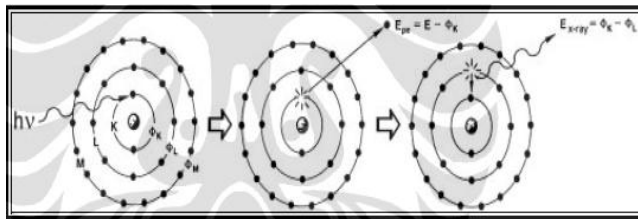
θ : sudut pengukuran (sudut difraksi)

λ : panjang gelombang sinar-X

Persamaan diatas dikenal sebagai persamaan Bragg. Dari hasil pengukuran XRD didapatkan nilai d , sudut 2θ dan intensitasnya. Senyawa dan struktur kristal dari sampel dapat diketahui dengan cara membandingkannya dengan data standar (Nurhayati, 2008).

2.4.2 X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF)

Fluoresensi Sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk menentukan komposisi unsur suatu material secara kualitatif dan kuantitatif. Bahan yang dianalisis dapat berupa padat maupun serbuk. Kelemahan dari metode XRF adalah tidak dapat mengetahui senyawa dan struktur apa yang dibentuk oleh unsur-unsur yang terkandung dalam material, serta tidak dapat menganalisa unsur di bawah nomor atom 10. Proses fluoresensi dari sinar-X diperlihatkan pada Gambar 2.6 (Nurhayati, 2008).



Gambar 2.6 Eksitasi Elektron yang Ditembakkan

Analisis XRF dilakukan berdasarkan identifikasi dan pencacahan sinar-X karakteristik yang terjadi dari peristiwa efek fotolistrik. Efek fotolistrik merupakan proses dimana sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang lebih dalam. Efek fotolistrik terjadi karena elektron dalam atom target (sampel) terkena sinar berenergi tinggi (radiasi gamma, sinar-X). Bila energi sinar tersebut lebih tinggi dari pada energi ikat elektron dalam orbit K, L atau M atom target, maka elektron atom target akan keluar dari orbitnya, sehingga mengalami kekosongan elektron. Kekosongan elektron ini akan diisi oleh elektron dari orbital yang lebih luar diikuti pelepasan energi yang berupa sinar-X karakteristik, yang selanjutnya ditangkap detektor untuk dianalisis kandungan unsur dalam bahan sehingga akan dihasilkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda.

2.4.3 Fourier Transfer Infrared Spectroscopy (FTIR)

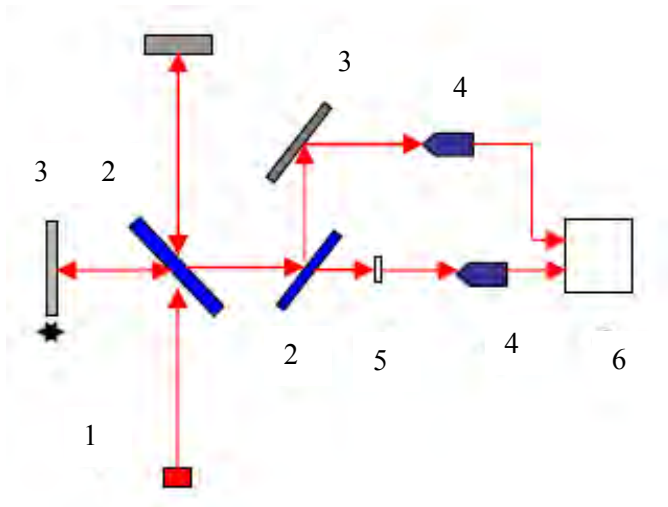
Spektroskopi inframerah merupakan suatu metode yang mengamati interaksi molekul dengan radiasi elektromagnetik yang berada pada daerah panjang gelombang 0,75-1000 μm atau pada bilangan gelombang 13.000-10 cm^{-1} . Inframerah merupakan sinar elektromagnetik yang panjang gelombangnya lebih dari

cahaya tampak dan kurang dari gelombang mikro, yaitu di antara 700 nm dan 1 mm (Sasrohamidjojo, 1991).

Metode spektroskopi FTIR (*Fourier Transform Infrared*) merupakan metode spektroskopi inframerah yang dilengkapi dengan transformasi Fourier untuk analisis hasil spektrumnya. Metode spektroskopi yang digunakan adalah metode absorpsi yaitu metode spektroskopi berdasarkan perbedaan penyerapan radiasi inframerah. Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985).

Jika suatu radiasi gelombang elektromagnetik mengenai suatu materi, maka akan terjadi suatu interaksi, diantaranya berupa penyerapan energi (*absorpsi*) oleh atom-atom atau molekul-molekul dari materi tersebut. Absorpsi sinar ultraviolet dan cahaya tampak akan mengakibatkan tereksitasinya elektron sedangkan absorpsi radiasi inframerah, energinya tidak cukup untuk mengeksitasi elektron, namun menyebabkan peningkatan amplitudo getaran (vibrasi) atom-atom pada suatu molekul (Fessenden, 1997).

Dalam spektroskopi inframerah, sinar inframerah dilewatkan pada sampel lalu diukur fraksi radiasi yang terabsorpsi pada rentang panjang gelombang menghasilkan spektrum yang menunjukkan informasi kualitatif dari abu layang. Struktur kimia, bentuk ikatan molekul serta gugus fungsional tertentu pada sampel yang diuji menjadi dasar bentuk spektrum yang akan diperoleh dari hasil analisis. Dengan demikian alat ini dapat digunakan untuk pengujian secara kualitatif. Skema alat spektroskopi FTIR secara sederhana ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Skema alat FTIR

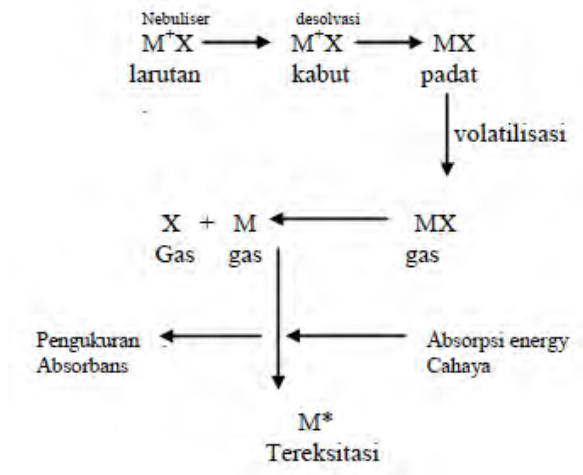
Keterangan:

- (1) Sumber inframerah
- (2) Pembagi berkas (*beam splitter*)
- (3) Kaca pemantul
- (4) Sensor inframerah
- (5) Sampel
- (6) *Display*

2.4.4 Atomic Absorption Spectrometry (AAS)

Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) merupakan suatu alat untuk menentukan konsentrasi suatu unsur dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi sumber oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar. Bila cahaya monokromatik ataupun campuran mengenai suatu medium yang homogen, sebagian dari cahaya masuk akan dipantulkan, sebagian diserap kedalam medium itu dan sisanya akan diteruskan (Basset, 2007). Atom-atom yang menyerap

sinar tersebut bergantung pada panjang gelombang yang spesifik dan karakteristik untuk setiap unsurnya (Khopkar, 2008). Proses penyerapan tersebut menyebabkan atom penyerap tereksitasi, sehingga elektron dari kulit atom meloncat ke tingkat energi yang lebih tinggi. Proses atomisasi dan absorpsi pada spektrofotometer serapan atom (AAS) digambarkan pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Proses Atomisasi dan Absorpsi pada AAS (Dewi, 2009)

Secara praktek, larutan cuplikan dialirkan ke dalam nyala, kemudian di dalam nyala akan terurai menjadi atom-atom bebas dari unsur yang dianalisis. Dengan adanya sinar dari lampu katoda cekung yang mempunyai panjang gelombang yang sama dengan unsur yang dianalisis, maka akan terjadi penyerapan sinar oleh atom-atom unsur tersebut yang mengakibatkan atom-atom tersebut tereksitasi. Banyaknya intensitas radiasi yang

diserap sebanding dengan jumlah atom yang berada pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi tersebut, dengan mengukur tingkat penyerapan radiasi (absorbansi) atau mengukur radiasi yang diteruskan (transmitansi), maka konsentrasi unsur di dalam cuplikan dapat ditentukan. (Boybul, 2009).

Hukum Lambert-Beer yang menjadi dasar dalam analisis kuantitatif secara spektrofotometer serapan atom (AAS) dirumuskan dalam persamaan sebagai berikut:

$$T = \frac{I_0}{I_1} = 10^{-a.b.c} \quad (2.3)$$

$$\text{Log } T = \text{Log } \frac{I_0}{I_1} = - a.b.c \quad (2.4)$$

$$\text{Log } \frac{1}{T} = \text{Log } \frac{I_1}{I_0} = a. b. c \quad (2.5)$$

Bila $\log \frac{I}{T} = A$, maka $A = a b c$

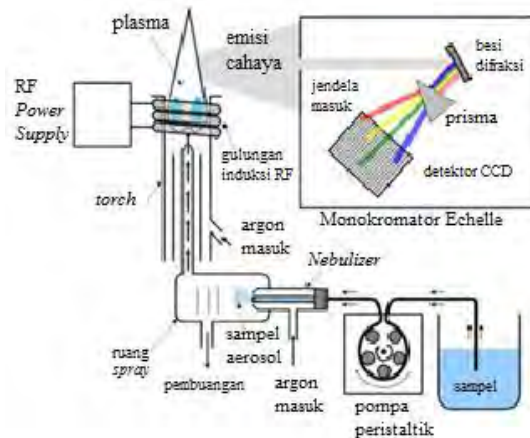
dimana,

- A = absorbansi
- I_0 = intensitas sinar mula-mula (c / s)
- I_1 = intensitas sinar yang diteruskan (c / s)
- a = absorpsivitas (L/ mol.cm)
- b = tebal lapisan yang absorpsi (cm)
- c = konsentrasi atom analit dalam sampel (mol / L)
- T = transmitans

2.4.5 ICP–OES (Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy)

Inductively Coupled Plasma (ICP) adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk mendeteksi *trace metals* dalam sampel. Prinsip utama ICP dalam penentuan elemen adalah mengatomisasi elemen agar dapat memancarkan cahaya pada panjang gelombang tertentu sehingga dapat diukur. Perangkat keras ICP-OES yang

utama adalah plasma, dengan bantuan gas akan mengatomisasi elemen dari tingkat dasar sehingga akan tereksitasi ke tingkat tertentu dengan memancarkan energi. ICP-OES ini terdiri dari Plasma yang dilengkapi dengan tabung konsentris yang disebut *torch* yang pada umumnya terbuat dari silika. *Torch* ini terletak di dalam *water-cooled coil* dari generator *radio frequency* (r.f.), yang kemudian akan menghasilkan konduktivitas listrik. Selain itu terdapat *introduction system* (nebulizer), *transfer optics*, *spectrometer* serta *computer interface* (Vela *et al.*, 1993). Skema alat ICP-OES ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Skema Alat ICP-OES (Yanuar, 2015)

Sampel yang akan dianalisis pada umumnya dipersiapkan dalam bentuk larutan. Nebulizer berfungsi untuk mengubah larutan sampel menjadi aerosol. Cahaya emisi oleh atom suatu unsur dikonversi ke suatu sinyal listrik kemudian mengukur intensitas cahaya dengan *photomultiplier tube* pada panjang gelombang tertentu untuk setiap elemen. Intensitas dari sinyal dibandingkan

intensitas standar yang telah ditentukan. ICP dapat digunakan dalam analisis kuantitatif untuk jenis sampel bahan-bahan alam seperti batu, mineral, tanah, endapan udara, air, dan jaringan tanaman dan hewan, mineralogi, pertanian, kehutanan, peternakan, kimia ekologi, ilmu lingkungan dan industri makanan, termasuk pemurnian dan distribusi analisa elemen air yang tidak mudah dikenali oleh AAS seperti sulfur, boraks, fosfor, titanium, dan zirconium (Vela *et al.*, 1993).

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas beaker dari kaca dan plastik, kaca arloji, spatula, pipet ukur, pipet mikrometer, corong plastik, labu ukur dari kaca dan plastik, botol ampul. Selain itu digunakan peralatan untuk pelarutan sampel yakni *hot plate* dengan sistem pengadukan magnetit, *magnetic stirrer*, termometer, kertas saring, oven, ayakan 250-125 μm dan neraca analitik. Serta digunakan pula beberapa instrumen untuk analisis dan karakterisasi diantaranya *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) Shimadzu AA 6800, *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) Prodigy Leeman Laboratories, *X-Ray Diffraction* (XRD) X'pert Pro PANalytical, *Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy* (XRF) PANalytical tipe Minipal 4, dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu 8400S.

3.1.2 Bahan

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

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel

Abu layang yang digunakan sebagai bahan baku penelitian ini berasal dari perusahaan pembangkit listrik,

di PT YTL, Paiton-Jawa Timur. Sampel yang diambil dari tempatnya ini berwujud serbuk halus dan dalam keadaan kering. Sampel selanjutnya dihomogenkan agar sampel terdistribusi secara merata kemudian dikeringkan pada suhu 110°C selama 1 jam untuk menghilangkan kandungan air dalam sampel. Kemudian material diayak dengan ayakan berukuran 250-125 μm atau setara dengan 60-120 mesh.

3.2.2 Karakterisasi Awal Sampel Abu Layang

Sampel abu layang dianalisis komposisi kimianya dengan alat fluoresensi sinar-X (XRF). Hasil analisis yang diperoleh berupa persentase berat (%) dari senyawa oksidanya. Fasa dan kandungan mineral abu layang dianalisa dengan difraktogram sinar-X (XRD). Analisis ini menggunakan sudut difraksi pendek (2θ) antara 10° - 70° . Hasil dari analisis ini berupa intensitas dan sudut difraksi (2θ) yang kemudian diidentifikasi jenis mineralnya dengan mencocokkan sudut difraksi sampel dengan pola difraktogram standar pada database *software Match (Phase Identification from Powder Diffraction)*. Karakteristik gugus fungsi abu layang dianalisa dengan FTIR.

3.2.3 Pelarutan Sampel Menggunakan Aqua regia

Dalam penelitian ini rasio padat-cair yang digunakan adalah 1:50, sehingga sampel ditimbang 1 g dan dilarutkan menggunakan aqua regia 50 mL pada suhu $85\pm 5^{\circ}\text{C}$ dengan kecepatan pengadukan 300 rpm. Pelarutan dilakukan hingga volume mencapai setengah dari volume awal, kemudian ditambahkan aquademin hingga mencapai volume awal dan dibiarkan hingga separuh volume. Penambahan aquademin dilakukan berulang hingga 3 kali. Filtrat yang diperoleh disaring menggunakan kertas saring, kemudian diencerkan dengan aquademin dan dianalisa kadar unsur Ca dan Fe

menggunakan AAS, sedangkan unsur Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Endapan berupa silika yang diperoleh dikeringkan hingga uap air hilang pada suhu 110°C selama 1 jam, kemudian 0,1 g silika tersebut dilarutkan dengan ±8 mL HF pada suhu pemanasan ±50°C di dalam beker plastik, setelah itu filtrat disaring dan diencerkan menggunakan aquademin pada labu ukur plastik 10 mL. Filtrat yang sudah diencerkan dianalisa kadar silika nya menggunakan ICP-OES. Silika yang diperoleh dianalisa kandungan mineraloginya menggunakan XRD.

3.2.4 Pelarutan Sampel Terhadap Konsentrasi Asam Klorida

Sampel berukuran antara 250-125 µm sebanyak 1 g dilarutkan menggunakan asam klorida dengan variasi konsentrasi asam 1 M, 2 M dan 4 M selama 1 jam. Dalam penelitian ini, rasio padat-cair yang digunakan adalah 1:50, dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 85±5°C. Filtrat dari hasil pelarutan disaring dengan kertas saring, kemudian diencerkan dengan aquademin untuk dianalisis kadar Ca dan Fe menggunakan AAS sedangkan kadar Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Endapan berupa silika yang diperoleh dikeringkan hingga uap air hilang pada suhu 110°C selama 1 jam, kemudian 0,1 g silika tersebut dilarutkan dengan ±8 mL HF pada suhu pemanasan ±50°C di dalam beaker plastik, setelah itu filtrat disaring dan diencerkan menggunakan aquademin pada labu ukur plastik 10 mL. Filtrat yang sudah diencerkan kemudian dianalisa kadar silika nya menggunakan ICP-OES.

3.2.5 Pelarutan Sampel Terhadap Waktu Pelarutan Asam Klorida

Sampel berukuran antara 250-125 µm sebanyak 1 g dilarutkan menggunakan asam klorida dengan konsentrasi optimum 1 M dengan variasi waktu pelarutan 1 jam, 2.5 jam dan 5 jam. Rasio padat-cair yang digunakan adalah 1:50, dengan pengadukan pada kecepatan 300 rpm dan suhu 85±5°C. Setelah itu filtrat disaring dengan kertas saring, kemudian diencerkan dengan aquademin untuk dianalisis kadar Ca dan Fe menggunakan AAS sedangkan kadar unsur Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Endapan berupa silika yang diperoleh dikeringkan hingga uap air hilang pada suhu 110°C selama 1 jam, kemudian 0,1 g silika tersebut dilarutkan dengan HF pada suhu pemanasan ±50°C di dalam beker plastik, setelah itu filtrat disaring dan diencerkan menggunakan aquademin pada labu ukur plastik 10 mL. Filtrat yang sudah diencerkan kemudian dianalisa kadar silika nya menggunakan ICP-OES.

3.2.6 Pembuatan Kurva Standar untuk Uji AAS

3.2.6.1 Pembuatan Larutan Standar Fe

Pembuatan larutan induk Fe 1000 ppm dilakukan dengan cara menimbang $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,7233 g, kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquademin hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Larutan induk Fe 1000 ppm ini selanjutnya diencerkan secara bertingkat dari 1000 ppm ke 100 ppm, dari 100 ppm ke 10 ppm, begitu seterusnya hingga menjadi 8 ppm, 6 ppm, 4 ppm dan 2 ppm dengan cara seperti berikut ini:

Pembuatan larutan standar Fe 100 ppm dilakukan dengan cara mengambil 10 mL larutan induk Fe 1000 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam

labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Fe 10 ppm dilakukan dengan cara mengambil 10 mL larutan standar Fe 100 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Fe 8 ppm dilakukan dengan cara mengambil 80 mL larutan standar Fe 10 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Fe 6 ppm dilakukan dengan cara mengambil 75 mL larutan standar Fe 8 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Fe 4 ppm dilakukan dengan cara mengambil 66,67 mL larutan standar Fe 6 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan Larutan Standar Fe 2 ppm dilakukan dengan cara mengambil 50 mL larutan standar Fe 4 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

3.2.6.2 Pembuatan Larutan Standar Ca

Pembuatan larutan induk Ca 5000 ppm dilakukan dengan cara menimbang $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 1,8342 g, kemudian diencerkan dalam labu ukur 100 mL dengan aquademin hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Larutan induk Ca 5000 ppm selanjutnya diencerkan secara bertingkat dari 5000 ppm ke 100 ppm, kemudian

dari 100 ppm ke 10 ppm, begitu seterusnya hingga menjadi 8 ppm, 6 ppm, 4 ppm dan 2 ppm dengan cara seperti berikut ini:

Pembuatan larutan standar Ca 100 ppm dilakukan dengan cara mengambil 1 mL larutan induk Ca 5000 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Ca 10 ppm dilakukan dengan cara mengambil 5 mL larutan standar Ca 100 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Ca 8 ppm dilakukan dengan cara mengambil 40 mL larutan standar Ca 10 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Ca 6 ppm dilakukan dengan cara mengambil 37,5 mL larutan standar Ca 8 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Ca 4 ppm dilakukan dengan cara mengambil 33,33 mL larutan standar Ca 6 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan standar Ca 2 ppm dilakukan dengan cara mengambil 25 mL larutan standar Ca 4 ppm menggunakan pipet ukur, lalu dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquademin hingga tanda batas dan dihomogenkan.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Awal Abu Layang

4.1.1 Karakterisasi Awal Menggunakan XRF

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel abu layang yang berasal dari hasil pembakaran batubara di perusahaan pembangkit listrik, PT YTL, Paiton-Jawa Timur, seperti yang terlihat pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Abu Layang PT YTL, Paiton

Sampel awal berupa serbuk halus di preparasi terlebih dahulu dengan pengayakan dan pengeringan menggunakan oven. Pengayakan ini bertujuan untuk menyeragamkan ukuran partikel sampel yang akan diproses lebih lanjut (Wicaksono, 2012). Selain itu, pengayakan dengan ukuran mikrometer juga bertujuan untuk memperkecil ukuran partikel sampel sehingga akan mempercepat laju reaksi pelarutan antara unsur-unsur pada abu layang dengan asam. Pada penelitian ini, sampel diayak menggunakan ayakan berukuran 250-125 μm .

Sampel yang lolos dan tertahan diantara ayakan berukuran 250-125 μm yang digunakan untuk proses selanjutnya. Sampel yang sudah diayak, lalu dikeringkan pada suhu 110°C selama 1 jam untuk menghilangkan kadar air pada sampel, kemudian sampel dianalisis komposisi kimianya menggunakan XRF. Berikut ini merupakan komposisi kimia abu layang PT YTL, Paiton yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

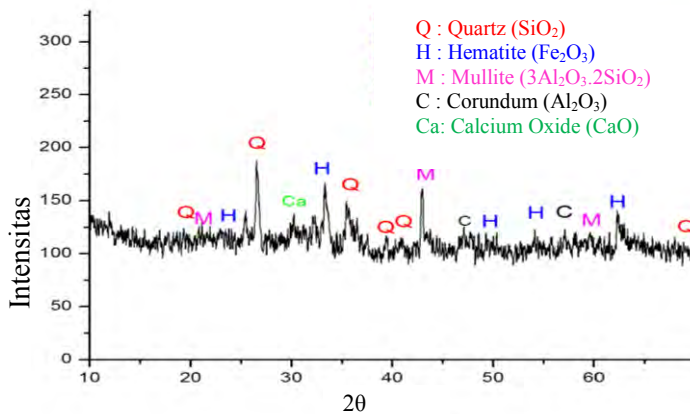
Tabel 4.1 Komposisi Kimia Abu Layang PT YTL, Paiton

Senyawa	Berat (%)	Senyawa	Berat (%)
Fe_2O_3	$36,10 \pm 0,20\%$	Eu_2O_3	$0,30 \pm 0,03\%$
CaO	$25,70 \pm 0,10\%$	MnO	$0,27 \pm 0,01\%$
SiO_2	$22,70 \pm 0,50\%$	HgO	$0,23 \pm 0,01\%$
Al_2O_3	$7,60 \pm 0,20\%$	Re_2O_7	$0,20 \pm 0,01\%$
MoO_3	$2,20 \pm 1,20\%$	NiO	$0,11 \pm 0,01\%$
K_2O	$1,39 \pm 0,05\%$	Cr_2O_3	$0,09 \pm 0,01\%$
TiO_2	$1,30 \pm 0,01\%$	CuO	$0,07 \pm 0,00\%$
SO_3	$1,10 \pm 0,06\%$	V_2O_5	$0,04 \pm 0,01\%$
SrO	$0,58 \pm 0,01\%$	ZnO	$0,04 \pm 0,00\%$
BaO	$0,44 \pm 0,02\%$	Yb_2O_3	$0,01 \pm 0,01\%$

Hasil XRF pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa sampel abu layang mengandung logam-logam oksida diantaranya adalah besi oksida, kalsium oksida, silika, alumina, molybdenum, kalium, titanium oksida dan beberapa senyawa oksida lainnya. Kandungan besi dan kalsium yang hadir dalam sampel memiliki persentase paling tinggi diantara logam lainnya yakni 36,10% dan 25,70%, kemudian diikuti oleh kandungan silika dan aluminium sebesar 22,70% dan 7,60%. Banyaknya kandungan silika pada sampel abu layang, berpotensi untuk dimanfaatkan dan diolah kembali mengingat banyaknya aplikasi dari penggunaan silika.

4.1.2 Karakterisasi Awal Menggunakan XRD

Sampel awal sebelum dilarutkan dengan asam dianalisis terlebih dahulu kandungan fasa mineralnya menggunakan difraktometer sinar-X (XRD). Prinsip dari alat ini yaitu menentukan struktur kristal suatu padatan dengan memanfaatkan radiasi gelombang elektromagnetik sinar-X. Berikut ini merupakan hasil XRD dari sampel abu layang yang kemudian dianalisis jenis mineralnya dengan cara mencocokkan sudut difraksi dengan pola difraktogram standar pada database *software Match*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram Abu Layang PT YTL, Paiton

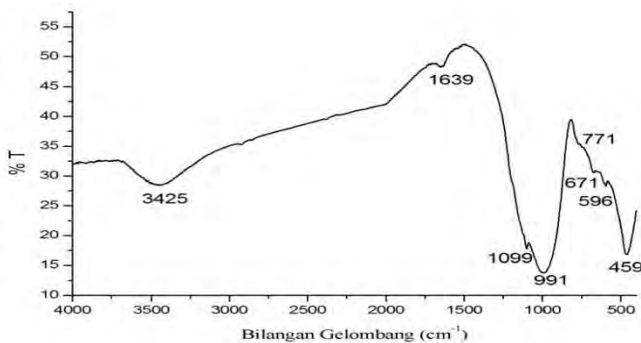
Pada pola difraktogram sampel dari Gambar 4.2, dapat terlihat bahwa fasa yang terbentuk adalah fasa amorf, yang terlihat dari ketidakteraturan dan intensitas puncak yang tidak terlalu tajam dan fasa kristalin yang berasal dari *quartz* (SiO_2), *hematite* (Fe_2O_3), kalsium oksida (CaO), *corundum* (Al_2O_3) dan *mullite* ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). Berikut ini merupakan daftar puncak yang muncul pada sudut 2θ , yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Daftar Puncak Mineral Abu Layang

Kandungan Mineral	Sudut (2θ)
Quartz (SiO_2)	$20,79^0$; $26,57^0$; $36,51^0$; $40,32^0$; $68,35^0$
Mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)	$23,48^0$; $42,98^0$; $59,61^0$
Corundum (Al_2O_3)	$46,62^0$; $58,11^0$
Hematite (Fe_2O_3)	$24,05^0$; $33,33^0$; $49,49^0$; $54,11^0$; $63,99^0$
Kalsium oksida (CaO)	$32,25^0$

4.1.3 Karakterisasi Awal Menggunakan FTIR

Sampel awal sebelum dilarutkan menggunakan asam juga dianalisis dengan spektroskopi FTIR untuk mengetahui gugus fungsional pada sampel abu layang. Prinsip analisis spektroskopi FTIR didasarkan pada karakteristik gugus-gugus fungsi yang terdapat pada sampel. Gugus fungsi pada abu layang memiliki serapan FTIR yang khas pada bilangan gelombang tertentu. Analisis FTIR ini dilakukan pada bilangan gelombang antara $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$. Hasil uji dari spektroskopi FTIR pada sampel awal abu layang ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Spektrum FTIR Abu Layang PT YTL, Paiton

Spektra IR abu layang membuktikan adanya silikat yang ditandai dengan adanya puncak pada pita frekuensi $1.099,46\text{ cm}^{-1}$ dan 771 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ulur asimetri Si-O dari Si-O-Si, sedangkan pita serapan yang muncul pada $991,44\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi ulur Si-O dari Si-OH.

Vibrasi ulur simetris Al-O-Si muncul pada daerah frekuensi $750-490\text{ cm}^{-1}$ (Panias, 2006). Vibrasi ulur simetris Al-O-Si terdapat pada $671,25\text{ cm}^{-1}$ dan $596,02\text{ cm}^{-1}$. Ikatan antara Al-O-Si ini menandakan adanya alumina silikat yang merupakan fasa mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) yang diperoleh dari hasil analisa XRD. Puncak pada bilangan gelombang $459,07\text{ cm}^{-1}$ merupakan pita vibrasi tekuk (*bending*) gugus Si-O-Si. Puncak pada frekuensi $3.425,69\text{ cm}^{-1}$ merupakan daerah vibrasi ulur – OH (hidroksil), yang dapat berasal dari Si-OH atau air yang terhidrasi (Nuryono dan Narsito, 2004), sedangkan puncak pada bilangan gelombang $1.639,55\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk (*bending*) H-O-H (Panias, 2006).

4.2 Pelarutan dengan Asam

4.2.1 Pelarutan dengan Aqua regia

Pelarutan dengan aquaregia bertujuan untuk mengetahui pengaruh penghilangan unsur Fe, Ca, dan Al sehingga diharapkan didapatkan silika dengan kadar kemurnian yang tinggi. Sampel sebanyak 1 g dilarutkan menggunakan aqua regia pada rasio padat-cair 1:50, pada rentang suhu $85 \pm 5^\circ\text{C}$ dengan menggunakan kecepatan pengadukan 300 rpm. Pembuatan aqua regia didasarkan pada penelitian dari Baghalha et al., (2009) yang menggunakan rasio $\text{HNO}_3:\text{HCl}$ 1:3. Penggunaan rasio 1:3 ini dikarenakan memiliki efektivitas yang tinggi untuk mengekstraksi logam (Bidari, 2015). Pelarutan sampel dengan aqua regia ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Pelarutan Sampel dengan Aqua regia

Setelah dilarutkan, filtrat disaring menggunakan kertas saring dan diencerkan dengan aquademin untuk dianalisa kandungan Ca, Fe dan Al. Filtrat hasil pelarutan aqua regia berwarna kuning bening, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Filtrat Pelarutan Aqua regia

Filtrat yang diperoleh dianalisa kandungan Fe dan Ca menggunakan AAS, sedangkan unsur Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan hasil absorbansi Fe dan Ca pada pelarutan aqua regia yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Absorbansi Uji AAS pada Fe dan Ca terhadap Pelarutan Aqua regia

Unsur	Absorbansi (nm)
Fe	0,0453
Ca	0,0839

Sedangkan intensitas unsur Al hasil analisa ICP-OES pada filtrat pelarutan aquaregia ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Intensitas unsur Al pada Pelarutan Aqua regia

Unsur	Intensitas
Al	13.768,33

Data hasil absorbansi dan intensitas tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar unsur Fe, Ca dan Al yang dapat dihilangkan dari sampel. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar unsur Fe, Ca dan Al terhadap pelarutan aqua regia yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Kadar Unsur Fe, Ca dan Al terhadap Pelarutan Aqua regia

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

Hasil kadar unsur Fe, Ca dan Al yang dapat dihilangkan dari sampel pada Tabel 4.5 ini akan dibandingkan dengan kadar Fe, Ca dan Al terhadap waktu pelarutan dan konsentrasi HCl. Reaksi pada saat sampel dilarutkan menggunakan aqua regia antara HCl dengan HNO₃ akan menghasilkan gas Cl₂ dan gas NOCl yang merupakan oksidator kuat.



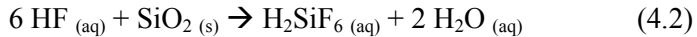
(Chen et al., 1999).

Residu berupa silika dari pelarutan aqua regia dianalisa kadar Si nya dengan menggunakan pelarut HF pada suhu pemanasan $\pm 50^{\circ}\text{C}$ untuk mempercepat reaksi pelarutan. Filtrat yang diperoleh dianalisa kadar Si nya menggunakan ICP-OES. Penggunaan pelarut HF ini dikarenakan silika efisien larut pada asam hidrof luorida (Wilson, et al., 2006). Intensitas unsur Si pada pelarutan aqua regia yakni sebesar 60.533,30. Data intensitas tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar Si nya. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar Si terhadap pelarutan aqua regia yang ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Kadar Si terhadap Pelarutan Aqua regia

Unsur	Kadar (ppm)	Kadar (mg)	Kadar (%)
Si	7.229,26	337,03	68,07

Pada saat silika dilarutkan dengan HF, silika akan bereaksi dengan anion fluor membentuk SiF_6^{2-} dalam larutan asam dan H_2O . Reaksi yang terjadi pada saat pelarutan silika dengan HF ditunjukkan pada persamaan 4.2 dibawah ini:



(Wu et al., 1996)

Kadar Si yang diperoleh setelah dilakukan penghilangan unsur pengotor dengan aqua regia yakni sebesar 68,07%. Kadar Si pada pelarutan aqua regia ini kemudian dibandingkan dengan kadar Si terhadap variasi waktu pelarutan dan konsentrasi HCl.

4.2.2 Pelarutan dengan Asam Klorida

4.2.2.1 Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida

Pelarutan sampel dengan asam klorida dipilih agar dapat memisahkan silika pada sampel dari unsur pengganggu seperti Ca, Fe dan Al. Hal ini dikarenakan sifat khas silika yang memiliki kelarutan rendah terhadap asam (Iler, 1979), serta dapat melarutkan unsur Fe, Ca dan Al dengan baik sehingga didapatkan silika dengan kadar yang lebih murni. Pelarutan sampel menggunakan variasi konsentrasi asam klorida bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi HCl terhadap pelarutan komposisi kimia abu layang seperti Fe, Ca dan Al sehingga didapatkan silika dengan kadar yang lebih tinggi. Penelitian dilakukan menggunakan asam klorida selama 1 jam, dengan rasio padat-cair 1:50, suhu $85 \pm 5^\circ\text{C}$ dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Filtrat yang diperoleh dianalisis kadar unsur Fe dan Ca menggunakan AAS, sedangkan unsur Al dianalisis menggunakan ICP-

OES. Berikut ini merupakan hasil absorbansi unsur Fe dan Ca terhadap konsentrasi HCl yang ditunjukkan pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Absorbansi Uji AAS pada Fe dan Ca terhadap Konsentrasi HCl

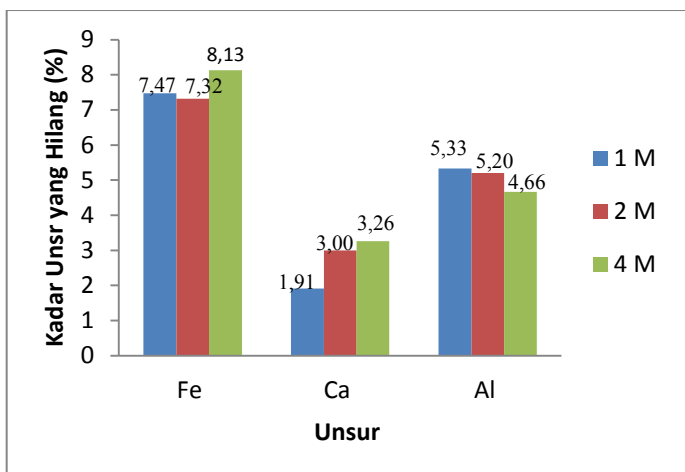
Logam	Konsentrasi (M)	Absorbansi (nm)
Ca	1	0,1352
	2	0,0915
	4	0,0992
Fe	1	0,0408
	2	0,0490
	4	0,0539

Sedangkan data ICP-OES unsur Al terhadap konsentrasi HCl ditunjukkan pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Intensitas unsur Al terhadap Konsentrasi HCl

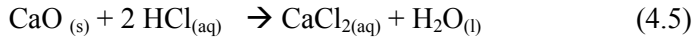
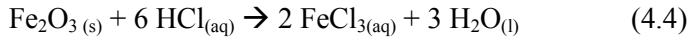
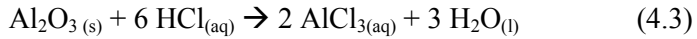
Unsur	Konsentrasi (M)	Intensitas
Al	1	28.767,67
	2	14.369,67
	4	124.117,00

Data hasil absorbansi dan intensitas tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar unsur Fe, Ca dan Al. Berikut ini merupakan hasil analisis prosentase kadar unsur Fe, Ca dan Al yang dapat dihilangkan terhadap konsentrasi HCl yang ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Pengaruh Konsentrasi HCl Terhadap Penghilangan Unsur Pengotor (T: $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$, t: 1 jam, L/S: 50/1 dan 300 rpm)

Peningkatan konsentrasi HCl hingga 4 M akan meningkatkan pelarutan dari unsur Fe dan Ca berturut-turut meningkat dari 7,47% menjadi 8,13% untuk Fe, dan dari 1,91% meningkat menjadi 3,26% untuk Ca, namun pelarutan unsur Al, menurun seiring meningkatnya konsentrasi asam yakni dari 5,33% turun menjadi 4,66%. Penurunan ini dikarenakan kemampuan HCl yang tidak terdisosiasi sempurna sehingga tidak mampu menguraikan aluminium oksida menjadi ion Al^{3+} (Fitri, 2013). Bila ditinjau secara teori, semakin tinggi konsentrasi asam maka akan semakin banyak logam yang dapat larut, hal ini dikarenakan semakin banyaknya ion H^+ dari HCl yang terdifusi, sehingga aluminium, besi dan kalsium oksida pada abu layang dapat bereaksi dengan ion Cl^- membentuk larutan AlCl_3 , FeCl_3 , CaCl_2 (Fitri, 2013). Berikut ini merupakan reaksi yang terjadi ketika sampel dilarutkan dengan asam klorida:



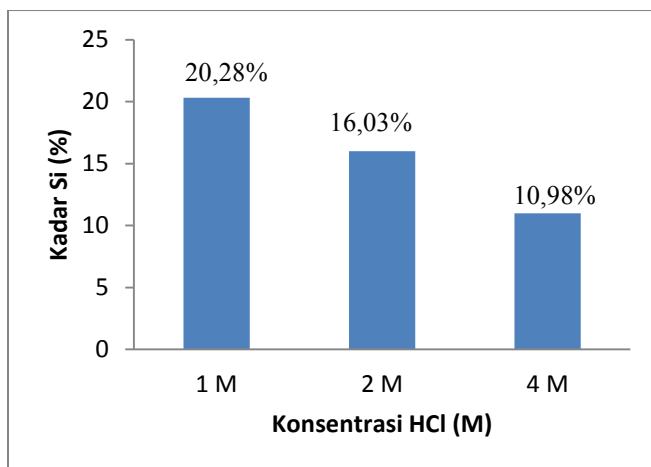
(Kurniati, 2009)

Silika dari residu pelarutan yang diperoleh dianalisis kadar Si nya menggunakan pelarut HF menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan data intensitas analisa kadar Si yang ditunjukkan pada Tabel 4.9:

Tabel 4.9 Intensitas unsur Si Terhadap Konsentrasi HCl

Unsur	Konsentrasi (M)	Intensitas
Si	1	22.069,70
	2	18.789,00
	4	16.929,70

Data intensitas tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar Si yang diperoleh setelah dilarutkan dengan asam. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar Si terhadap konsentrasi HCl yang ditunjukkan pada Gambar 4.7



Gambar 4.7 Kadar Si Terhadap Konsentrasi HCl (t: 1 jam, T: $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$, S/L: 1/50 dan 300 rpm)

Peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar silika yakni berturut-turut sebesar 20,28%, 16,03% dan 10,98%. Hasil ini serupa pada penelitian Pratomo et al., (2013), yang menggunakan pelarutan HCl terhadap abu sekam padi dimana peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar Si yang diperoleh (Pratomo et al., 2013). Nuryono dan Narsito pada tahun 2004, mendapatkan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam klorida maka semakin lama waktu yang diperlukan untuk pembentukan silika gel dari natrium silikat. Peningkatan konsentrasi asam menyebabkan semakin tinggi konsentrasi proton (H^+) dalam larutan dan sebagian gugus siloksi (Si-O) membentuk gugus silanol (Si-OH). Berikut ini merupakan kondisi yang terjadi pada proses kondensasi melalui mekanisme nukleofil seperti reaksi berikut ini:



(Nuryono dan Narsito, 2004)

Pada penambahan asam klorida 1 M, silika berada sebagai campuran ion $-\text{SiO}^-$ dan silanol ($-\text{SiOH}$). Peningkatan konsentrasi asam akan menyebabkan sebagian gugus $-\text{SiO}^-$ terprotonasi dan delokalisasi elektron terganggu sehingga atom Si dapat terserang oleh atom O dari spesies $-\text{SiO}^-$ lain seperti yang ditunjukkan pada reaksi (4.7). Apabila penambahan asam dilanjutkan maka akan terjadi peningkatan konsentrasi $-\text{Si-OH}$ dan penurunan konsentrasi $-\text{Si-O}^-$ sehingga reaksi akan menjadi lambat, dikarenakan apabila semua gugus $-\text{SiO}^-$ terprotonasi maka tidak ada atom O yang cukup efektif untuk menyerang atom Si (Nuryono dan Narsito, 2004).

Berdasarkan hasil penelitian ini, konsentrasi HCl 1 M merupakan konsentrasi yang optimum untuk menghasilkan kadar Si tertinggi, sehingga pada penelitian berikutnya digunakan konsentrasi HCl 1 M untuk mengetahui pengaruh waktu pelarutan HCl terhadap pemurnian silika.

4.2.2.2 Pengaruh Waktu Pelarutan Asam Klorida

Pada penelitian ini, pelarutan sampel dilakukan menggunakan konsentrasi optimum HCl dari hasil penelitian sebelumnya yakni 1 M dengan menggunakan variasi waktu pelarutan 1 jam, 2.5 jam dan 5 jam. Kondisi pelarutan dijaga konstan pada rasio padat-cair 1:50, suhu $85 \pm 5^\circ\text{C}$ dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Filtrat yang diperoleh kemudian disaring, diencerkan dan dianalisis kadar unsur Fe dan Ca menggunakan AAS, sedangkan unsur Al dianalisis menggunakan ICP-OES. Berikut ini

merupakan hasil absorbansi unsur Fe dan Ca terhadap waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Tabel 4.10.

Tabel 4.10 Absorbansi Uji AAS pada Fe dan Ca terhadap Waktu Pelarutan HCl

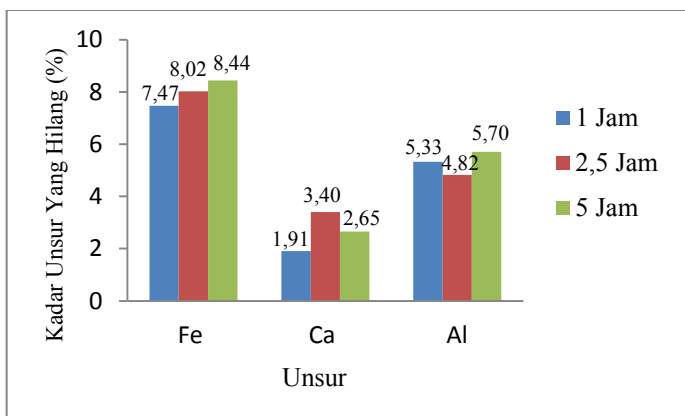
Unsur	Waktu (Jam)	Absorbansi (nm)
Ca	1	0,1352
	2,5	0,1202
	5	0,0454
Fe	1	0,0408
	2,5	0,0531
	5	0,0590

Sedangkan data ICP-OES unsur Al terhadap waktu pelarutan HCl ditunjukkan pada Tabel 4.11.

Tabel 4.11 Intensitas unsur Al terhadap Waktu Pelarutan

Unsur	Waktu (Jam)	Intensitas
Al	1	28.767,67
	2,5	13.314,67
	5	60.830,00

Data hasil absorbansi dan intensitas tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar unsur Fe, Ca dan Al yang dapat dihilangkan. Berikut ini merupakan hasil analisis prosentase kadar unsur Fe, Ca dan Al yang dapat dihilangkan terhadap waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Pengaruh Waktu Pelarutan HCl terhadap Penghilangan Unsur Pengotor (HCl 1 M, T: $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$, S/L: 1/50 dan 300 rpm)

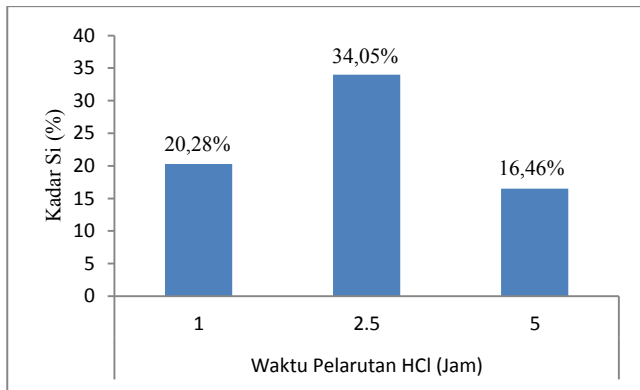
Peningkatan waktu pelarutan HCl akan meningkatkan pelarutan dari unsur Fe dan Al, yakni untuk Fe dari 7,47% meningkat menjadi 8,44% sedangkan Al dari 5,33% meningkat menjadi 5,70%. Waktu kontak yang lama antara sampel dengan pelarut akan menghasilkan peningkatan pelarutan dari unsur pengotor (Kusuma,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

Residu pelarutan berupa silika dianalisis kadar Si nya dengan pelarut HF menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan data intensitas unsur Si yang ditunjukkan pada Tabel 4.12:

Tabel 4.12 Intensitas Unsur Si terhadap Waktu HCl

Unsur	Waktu (Jam)	Intensitas
Si	1	22.069,70
	2.5	26.948,00
	5	18.359,00

Data intensitas tersebut kemudian dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar Si. Berikut ini merupakan hasil analisis kadar Si terhadap waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 4.9.

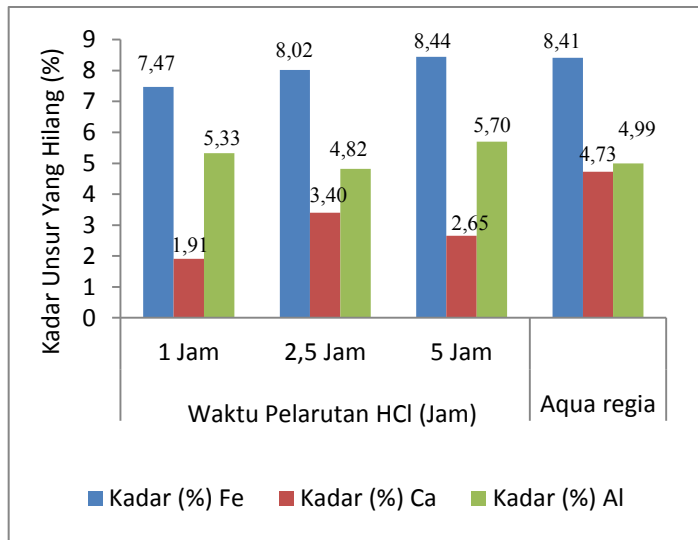


Gambar 4.9 Kadar Si Terhadap Waktu Pelarutan HCl (HCl 1 M, T: $85\pm 5^{\circ}\text{C}$, S/L: 1/50 dan 300 rpm)

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

pengganggu lainnya yang dapat dihilangkan dari sampel sehingga menyebabkan kadar silika nya menurun.

Hasil pelarutan sampel dengan aqua regia kemudian dibandingkan dengan waktu pelarutan HCl. Berikut ini merupakan pengaruh pelarutan unsur pengotor (Ca, Fe dan Al) terhadap aqua regia dan waktu pelarutan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 4.10.

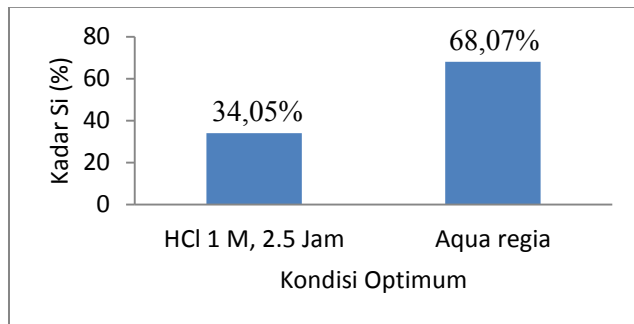


Gambar 4.10 Pengaruh Waktu Pelarutan HCl dan Aqua regia Terhadap Pelarutan Unsur Pengotor (T: $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$, S/L: 1/50 dan 300 rpm)

Pengaruh waktu pelarutan HCl 1 M dan aqua regia menyebabkan pengaruh yang berbeda untuk tiap unsur Ca, Fe dan Al. Pada Gambar 4.10 menunjukkan bahwa pada waktu pelarutan 5 jam menghasilkan kadar pelarutan Fe yang hampir serupa dengan pelarutan menggunakan aqua regia. Pelarutan unsur Ca dengan aqua

regia menghasilkan prosentase kadar yang lebih tinggi dibandingkan dengan HCl pada waktu optimum pelarutan Ca 2,5 jam, yakni 3,40% yang meningkat menjadi 4,73% menggunakan aqua regia. Pelarutan unsur Al dengan HCl pada waktu 5 jam menghasilkan prosentase yang lebih tinggi daripada pelarutan dengan aqua regia yakni sebesar 5,70% dan 4,99% untuk pelarutan dengan aqua regia. Penurunan pelarutan Al dengan aqua regia ini dikarenakan adanya HNO_3 di dalam aqua regia yang memiliki tingkat kereaktifan yang kecil terhadap pelarutan logam Al. Selain itu, HNO_3 hanya dapat bereaksi dengan Al dalam konsentrasi yang tinggi pada suhu 90°C (Fitri, 2013).

Kadar silika optimum dari pelarutan dengan aqua regia dan HCl ditunjukkan pada Gambar 4.11.

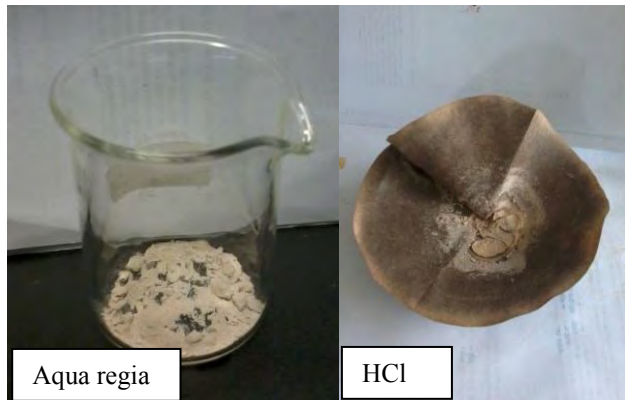


Gambar 4.11 Kadar Si Optimum pada Pelarutan Aqua regia dan HCl (T: $85\pm 5^\circ\text{C}$, S/L: 1/50 dan 300 rpm)

Berdasarkan Gambar 4.11, pelarutan dengan aqua regia menghasilkan kadar silika lebih tinggi dari HCl yakni sebesar 68,07%. Tingginya kadar silika yang diperoleh dikarenakan banyaknya unsur-unsur Fe, Ca dan Al yang lebih banyak larut dengan aqua regia, serta

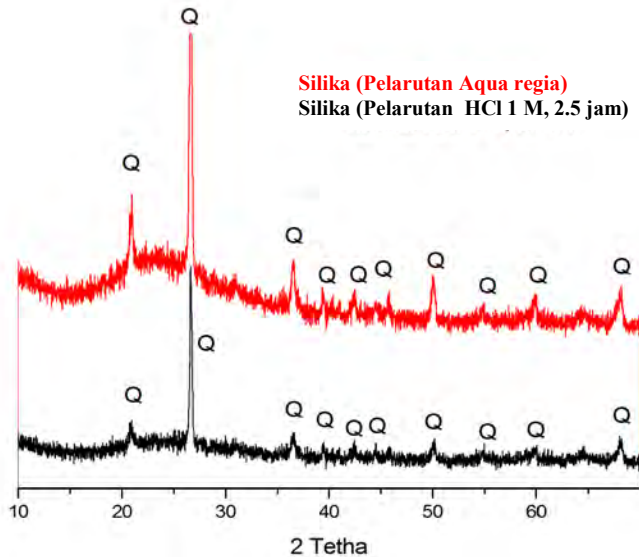
adanya unsur-unsur lainnya seperti K, Ti, Mo yang juga ikut larut sehingga pelarutan dengan aqua regia lebih efektif untuk mendapatkan silika dengan kadar kemurnian yang tinggi.

Residu berupa silika hasil pelarutan dengan aqua regia berwarna krem muda sedangkan residu pelarutan dengan HCl berwarna lebih kecoklatan yang menandakan masih adanya unsur pengotor pada silika hasil pelarutan dengan HCl. Berikut ini merupakan silika hasil pelarutan aqua regia dan HCl yang ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Silika Hasil Pelarutan Aqua regia dan HCl

Silika hasil pelarutan aquaregia dan HCl 1 M selama 2.5 jam dianalisa kandungan mineraloginya menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) untuk mengetahui kandungan mineral yang masih terdapat di dalam silika tersebut. Silika hasil pelarutan HCl pada konsentrasi 1 M selama 2.5 jam dipilih karena pada kondisi tersebut menghasilkan kadar silika yang tinggi. Hasil difraktogram silika hasil pelarutan dengan aqua regia dan HCl ditunjukkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Difraktogram Silika terhadap Pelarutan Aqua regia dan HCl

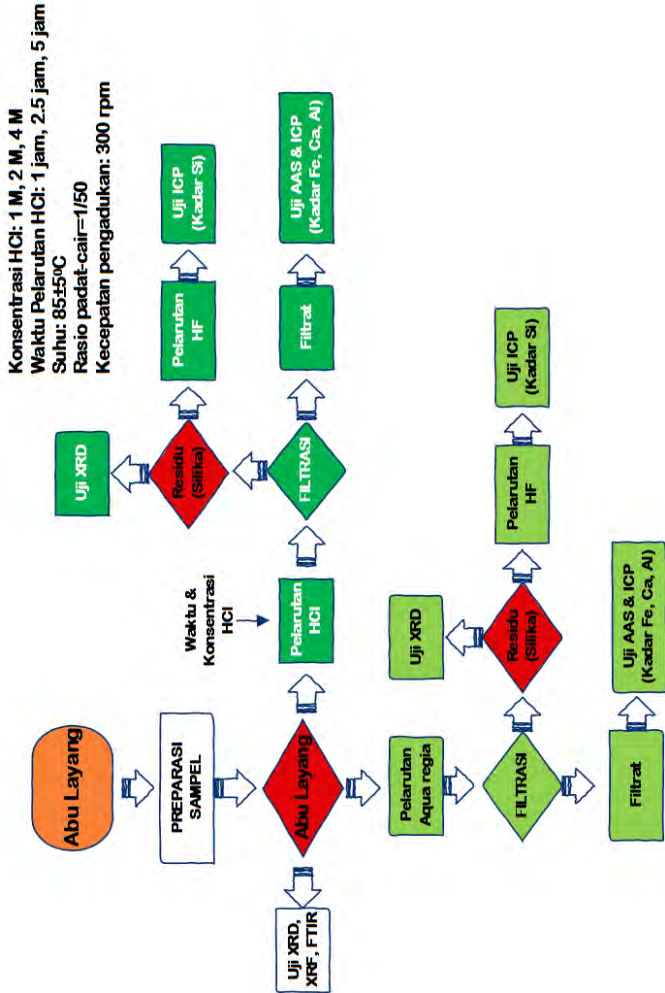
Hasil difraktogram pada Gambar 4.13 menunjukkan bahwa setelah dilarutkan dengan asam, unsur pengotor seperti hematite, corundum, mullite dan kalsium dioksida dapat dihilangkan dari sampel dan didominasi oleh silika dalam bentuk quartz (SiO_2). Silika amorf yang didapatkan ditandai dengan adanya gundukan pada 2θ sekitar 20° - 40° yang merupakan ciri dari fasa amorf (Krisbiantoro, 2015). Pelarutan dengan aqua regia menyebabkan perubahan intensitas puncak *quartz* lebih tinggi dan tajam dari pelarutan dengan HCl, peningkatan intensitas ini membuktikan bahwa pelarutan dengan aqua regia lebih efektif menurunkan kandungan unsur-unsur pengganggu (Kheloufi et al., 2009). Berikut ini merupakan sudut 2θ silika (Quartz) pada hasil pelarutan aqua regia dan HCl yang ditunjukkan pada Tabel 4.13.

Tabel 4.13 Daftar Sudut 2θ Mineral Silika (Quartz) Hasil Pelarutan Aqua regia dan HCl

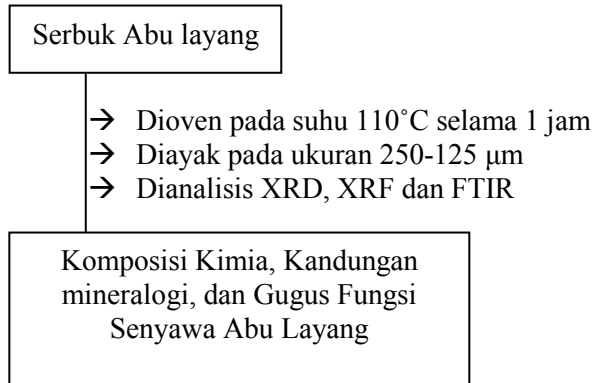
Jenis Asam	Fasa Mineral	Sudut 2θ
HCl 1 M, 5 Jam	Quartz (SiO ₂)	20,89 ⁰ ; 26,64 ⁰ ; 36,54 ⁰ ; 39,42 ⁰ ; 42,46 ⁰ ; 45,82 ⁰ ; 50,11 ⁰ ; 54,77 ⁰ ; 60,00 ⁰ ; 68,05 ⁰
Aqua regia	Quartz (SiO ₂)	20,77 ⁰ ; 26,56 ⁰ ; 36,52 ⁰ ; 39,35 ⁰ ; 42,38 ⁰ ; 45,66 ⁰ ; 50,02 ⁰ ; 54,80 ⁰ ; 59,88 ⁰ ; 67,85 ⁰

LAMPIRAN A PROSEDUR KERJA

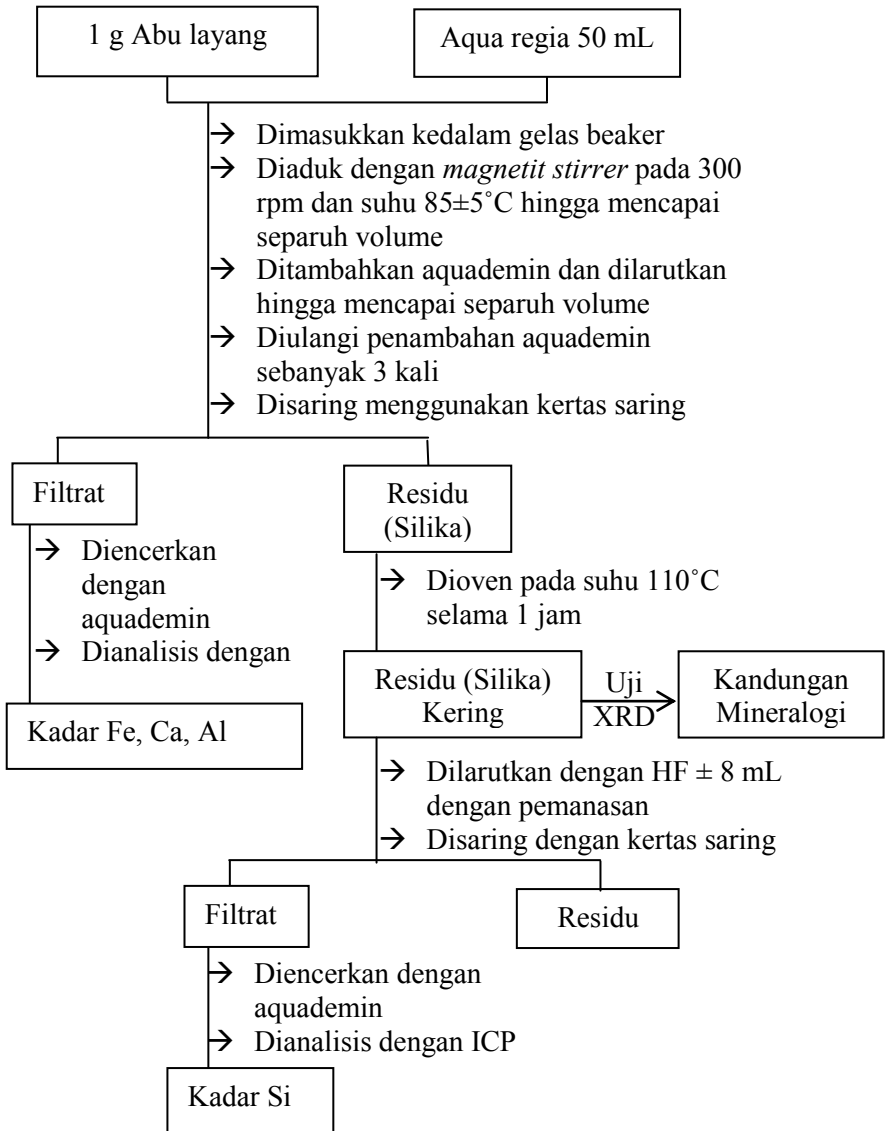
A.1 Prosedur Kerja



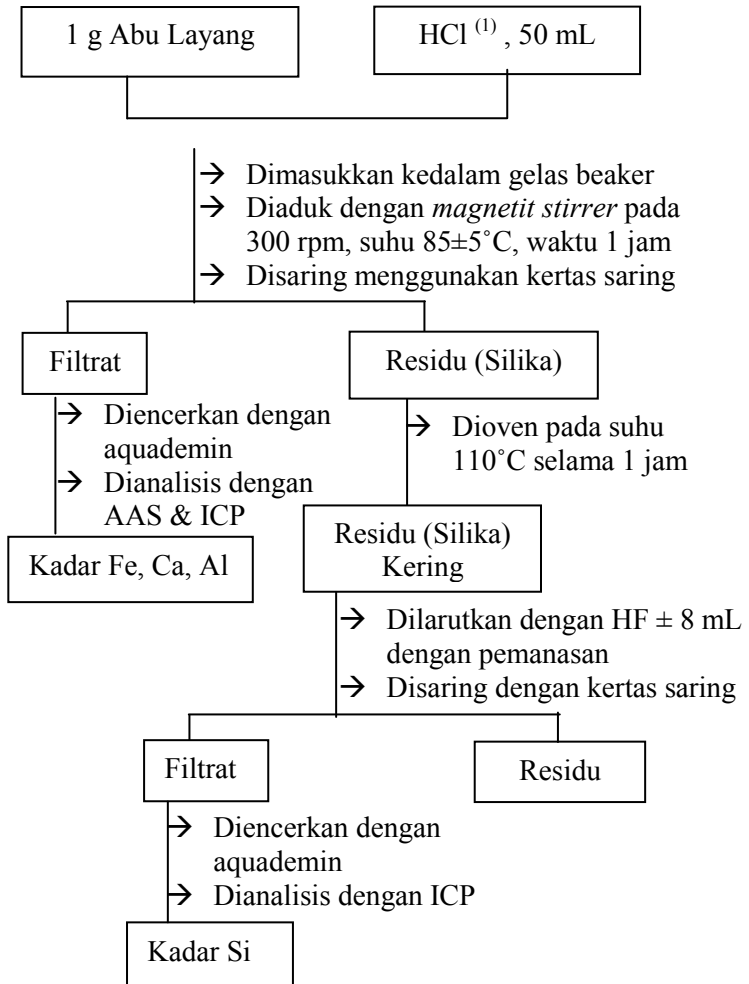
A.2 Preparasi dan Analisis Komposisi Awal Sampel



A.3 Pelarutan Sampel Menggunakan Aqua regia

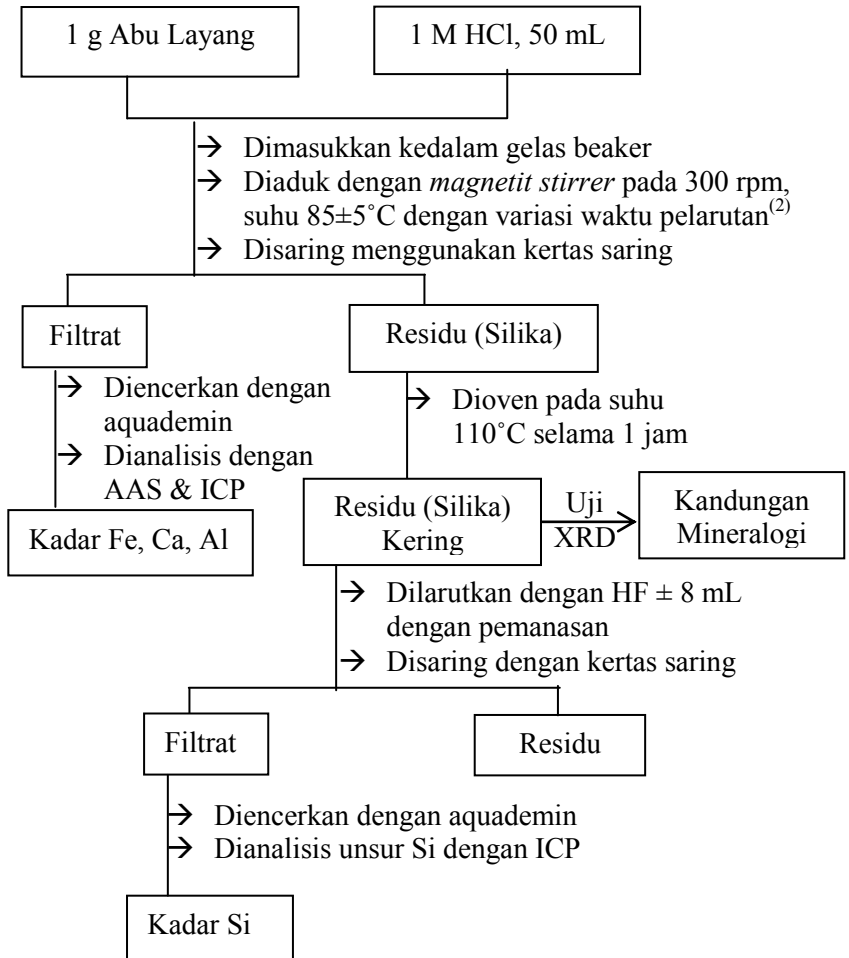


A.4 Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida



⁽¹⁾ Konsentrasi HCl: 1 M, 2 M, 4 M

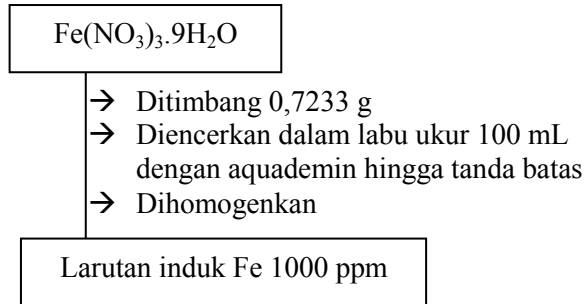
A.5 Pengaruh Waktu Pelarutan Asam Klorida



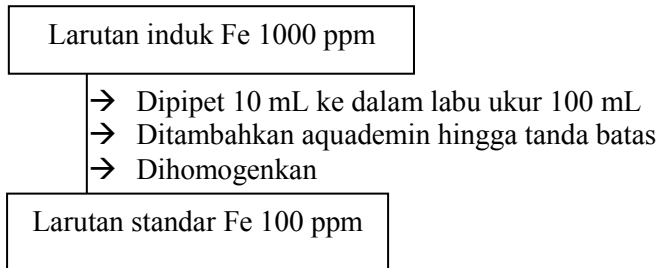
(2) Waktu Pelarutan: 1 jam, 2.5 jam, 5 jam

A. 6 Pembuatan Larutan Standar Fe

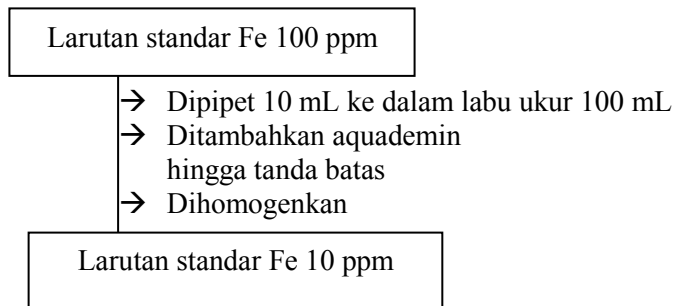
A.6.1 Pembuatan Larutan Induk Fe 1000 ppm



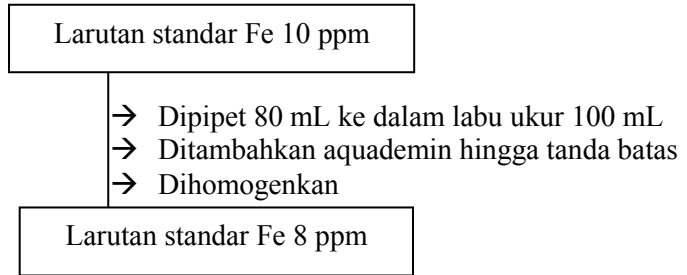
A.6.2 Pembuatan Larutan Standar Fe 100 ppm



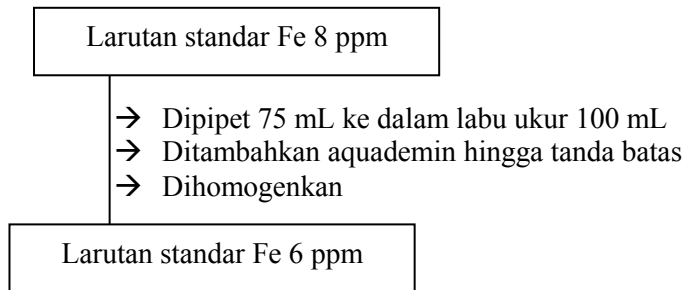
A.6.3 Pembuatan Larutan Standar Fe 10 ppm



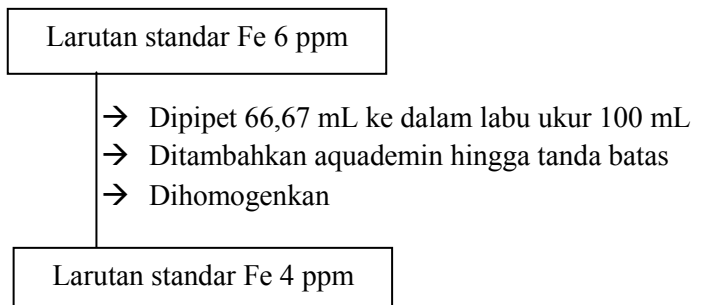
A.6.4 Pembuatan Larutan Standar Fe 8 ppm



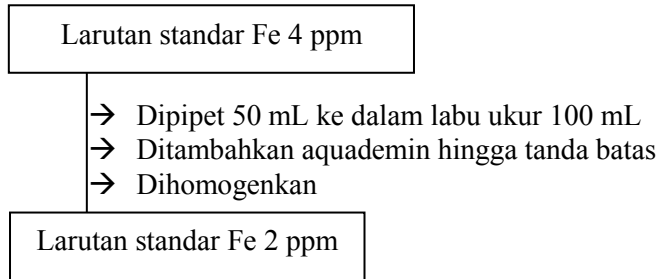
A.6.5 Pembuatan Larutan Standar Fe 6 ppm



A.6.6 Pembuatan Larutan Standar Fe 4 ppm

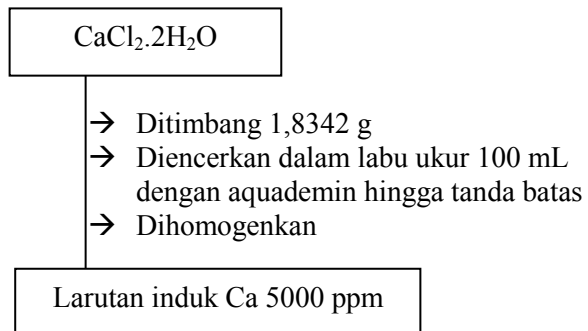


A.6.7 Pembuatan Larutan Standar Fe 2 ppm

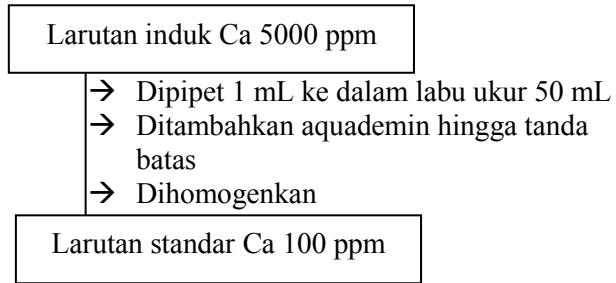


A. 7 Pembuatan Larutan Standar Ca

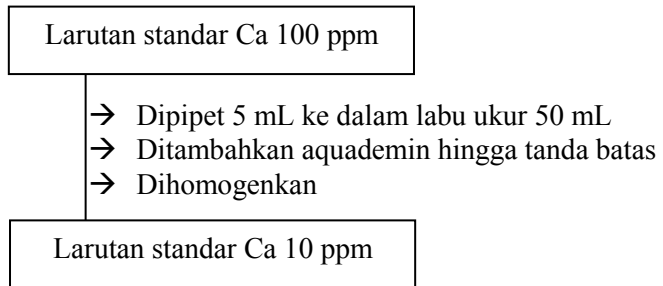
A.7.1 Pembuatan Larutan Induk Ca 5000 ppm



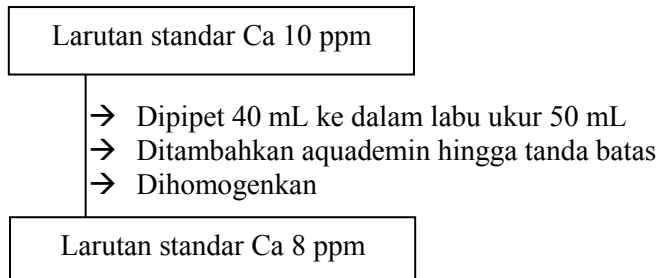
A.7.2 Pembuatan Larutan Standar Ca 100 ppm



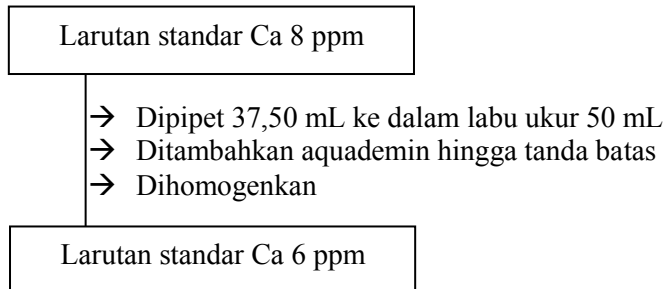
A.7.3 Pembuatan Larutan Standar Ca 10 ppm



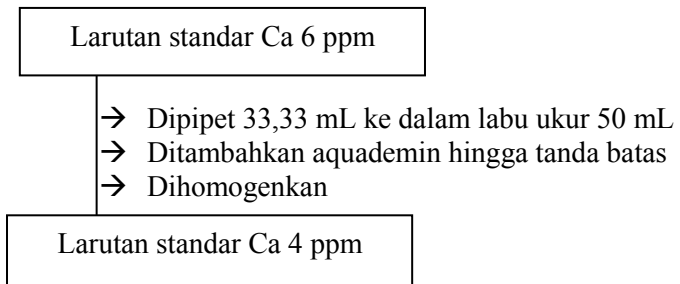
A.7.4 Pembuatan Larutan Standar Ca 8 ppm



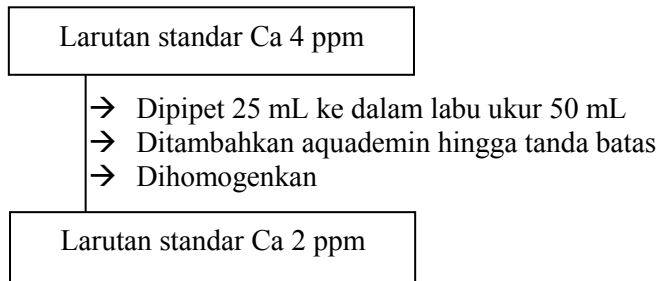
A.7.5 Pembuatan Larutan Standar Ca 6 ppm



A.7.6 Pembuatan Larutan Standar Ca 4 ppm



A.7.7 Pembuatan Larutan Standar Ca 2 ppm



LAMPIRAN B PEMBUATAN LARUTAN

B. 1 Pembuatan Aqua regia

Pembuatan aquaregia dilakukan dengan cara mencampurkan HCl pekat 37% dengan HNO₃ pekat 65% dengan perbandingan 3:1. Jadi untuk membuat aquaregia diambil HCl 37% sebanyak 45 mL kemudian ditambahkan HNO₃ 98% sebanyak 15 mL kedalam gelas beaker 100 mL.

B. 2 Pembuatan HCl 1 Molar

Pembuatan HCl 1 M dilakukan dengan cara mengencerkan HCl pekat 37% :

$$\begin{aligned}\% \text{ HCl pekat} &= 37\% \\ \rho \text{ HCl} &= 1,19 \text{ g/mol} \\ \text{Mr HCl} &= 36,5 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Untuk mengetahui M HCl 37% :

$$M = \frac{\rho \cdot 10 \cdot \%}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1,19 \cdot 10 \cdot 37}{36,5}$$

$$M \text{ HCl } 37\% = 12,06 \text{ M}$$

Untuk mengetahui berapa mL HCl 37% yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi HCl 1 M yaitu sebagai berikut:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$12,06 \cdot V_1 = 1 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100}{12,06}$$

$$= 8,29 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat HCl 5 M dari HCl 37% diambil 8,29 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquademin hingga tanda batas.

B. 3 Pembuatan HCl 2 Molar

Pembuatan HCl 2 M dilakukan dengan cara mengencerkan HCl pekat 37% :

$$\begin{aligned}\% \text{ HCl pekat} &= 37\% \\ \rho \text{ HCl} &= 1,19 \text{ g/mol} \\ \text{Mr HCl} &= 36,5 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Untuk mengetahui M HCl 37% :

$$\begin{aligned}M &= \frac{\rho \cdot 10 \cdot \%}{\text{Mr}} \\ M &= \frac{1,19 \cdot 10 \cdot 37}{36,5}\end{aligned}$$

$$M \text{ HCl } 37\% = 12,06 \text{ M}$$

Untuk mengetahui berapa mL HCl 37% yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi HCl 2 M yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1 V_1 &= M_2 V_2 \\ 12,06 \cdot V_1 &= 2 \cdot 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{200}{12,06} \\ &= 16,58 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi, untuk membuat HCl 2 M dari HCl 37% dengan cara diambil 16,58 mL HCl 37% dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquademin hingga tanda batas.

B. 4 Pembuatan HCl 4 Molar

Pembuatan HCl 4 M dilakukan dengan cara mengencerkan HCl pekat 37% :

$$\begin{aligned}\% \text{ HCl pekat} &= 37\% \\ \rho \text{ HCl} &= 1,19 \text{ g/mol} \\ \text{Mr HCl} &= 36,5 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Untuk mengetahui M HCl 37% :

$$M = \frac{\rho \cdot 10 \cdot \%}{\text{Mr}}$$

$$M = \frac{1,19 \cdot 10 \cdot 37}{36,5}$$

$$M \text{ HCl } 37\% = 12,06 \text{ M}$$

Untuk mengetahui berapa mL HCl 37% yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi HCl 4 M yaitu sebagai berikut:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$12,06 \cdot V_1 = 4 \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{400}{12,06}$$

$$= 33,17 \text{ mL}$$

Jadi untuk membuat HCl 4 M dari HCl 37% dengan cara diambil HCl 37% sebanyak 33,17 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan aquademin hingga tanda batas.

B. 5 Pembuatan Larutan Induk Fe 1000 ppm

Pembuatan larutan induk Fe 1000 ppm dilakukan dengan cara melarutkan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ dengan aquademin.

$$\begin{aligned}\text{Mr Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= 403,95 \text{ g/mol} \\ \text{Ar Fe} &= 55,85 \text{ g/mol}\end{aligned}$$

Untuk mengetahui berapa ppm $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan supaya setara dengan Fe 1000 ppm adalah:

$$\begin{aligned}\frac{\text{ppm Fe}}{\text{ppm Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}} &= \frac{\text{Ar Fe}}{\text{Mr Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}} \\ \frac{1000 \text{ ppm}}{\text{ppm Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}} &= \frac{55,85}{403,95}\end{aligned}$$

$$\text{ppm Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} = 7.233,41 \text{ ppm}$$

Jadi, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ sebesar 7.233,41 ppm setara dengan 1000 ppm Fe, sehingga dapat diketahui berapa gram $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan supaya didapatkan larutan induk Fe 1000 ppm:

$$\begin{aligned}\text{ppm Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ 7.233,41 &= \frac{\text{mg}}{0,1 \text{ L}} \\ \text{mg Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= 723,34 \text{ mg} \\ \text{g Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= 0,7233 \text{ g}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan induk Fe 1000 ppm dari $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ditimbang 0,7233 g dan diencerkan dengan aquademin kedalam labu ukur 100 mL.

B.5.1 Pembuatan Larutan Standar Fe 100 ppm

Pembuatan larutan standar Fe 100 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan induk Fe 1000 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan induk Fe 1000 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Fe 100 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\1000 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 100 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Fe 100 ppm diambil 10 mL larutan induk Fe 1000 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.5.2 Pembuatan Larutan Standar Fe 10 ppm

Pembuatan larutan standar Fe 10 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Fe 100 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Fe 100 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Fe 10 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\100 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 10 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 10 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Fe 10 ppm diambil 10 mL larutan standar Fe 100 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.5.3 Pembuatan Larutan Standar Fe 8 ppm

Pembuatan larutan standar Fe 8 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Fe 10 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Fe 10 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Fe 8 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\10 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 8 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 80 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Fe 8 ppm diambil 80 mL larutan standar Fe 10 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.5.4 Pembuatan Larutan Standar Fe 6 ppm

Pembuatan larutan standar Fe 6 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Fe 8 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Fe 8 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Fe 6 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\8 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 6 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 75 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Fe 6 ppm diambil 75 mL larutan standar Fe 8 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.5.5 Pembuatan Larutan Standar Fe 4 ppm

Pembuatan larutan standar Fe 4 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Fe 6 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Fe 6 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Fe 4 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\6 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 4 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 66,67 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Fe 4 ppm diambil 66,67 mL larutan standar Fe 6 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.5.6 Pembuatan Larutan Standar Fe 2 ppm

Pembuatan larutan standar Fe 2 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Fe 4 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Fe 4 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Fe 2 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\4 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 2 \text{ ppm} \cdot 100 \text{ mL} \\V_1 &= 50 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Fe 2 ppm diambil 50 mL larutan standar Fe 4 ppm dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B. 6 Pembuatan Larutan Induk Ca 5000 ppm

Pembuatan larutan induk Ca 5000 ppm dilakukan dengan cara melarutkan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan aquademin.

$$\text{Mr CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 147,02 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Ca} = 40,08 \text{ g/mol}$$

Untuk mengetahui berapa ppm $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan supaya setara dengan Ca 5000 ppm adalah:

$$\frac{\text{ppm Ca}}{\text{ppm CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{\text{Ar Ca}}{\text{Mr CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}}$$

$$\frac{5000 \text{ ppm}}{\text{ppm CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = \frac{40,08}{147,02}$$

$$\text{ppm CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 18.341,73 \text{ ppm}$$

Jadi, $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ sebesar 18.341,73 ppm setara dengan 5000 ppm Ca, sehingga dapat diketahui berapa gram $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan supaya didapatkan larutan induk Ca 5000 ppm:

$$\text{ppm CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$18.341,73 = \frac{\text{mg}}{0,1 \text{ L}}$$

$$\text{mg CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 1.834,17 \text{ mg}$$

$$\text{g CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 1,8342 \text{ g}$$

Jadi untuk membuat larutan induk Ca 5000 ppm dari $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ditimbang 1,8342 g dan diencerkan kedalam labu ukur 100 mL.

B.6.1 Pembuatan Larutan Standar Ca 100 ppm

Pembuatan larutan standar Ca 100 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan induk Ca 5000 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan induk Ca 5000 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Ca 100 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\5000 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 100 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\V_1 &= 1 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Ca 100 ppm dari larutan induk Ca 5000 ppm diambil 1 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.6.2 Pembuatan Larutan Standar Ca 10 ppm

Pembuatan larutan standar Ca 10 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Ca 100 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Ca 100 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Ca 10 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\100 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 10 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\V_1 &= 5 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Ca 10 ppm dari larutan standar Ca 100 ppm diambil 5 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.6.3 Pembuatan Larutan Standar Ca 8 ppm

Pembuatan larutan standar Ca 8 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Ca 10 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Ca 10 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Ca 8 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\10 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 8 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\V_1 &= 40 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Ca 8 ppm dari larutan standar Ca 10 ppm diambil 40 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.6.4 Pembuatan Larutan Standar Ca 6 ppm

Pembuatan larutan standar Ca 6 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Ca 8 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Ca 8 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Ca 6 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\8 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 6 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\V_1 &= 37,50 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Ca 6 ppm dari larutan standar Ca 8 ppm diambil 37,50 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.6.5 Pembuatan Larutan Standar Ca 4 ppm

Pembuatan larutan standar Ca 4 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Ca 6 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Ca 6 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Ca 4 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\6 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 4 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\V_1 &= 33,33 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Ca 4 ppm dari larutan standar Ca 6 ppm diambil 33,33 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

B.6.6 Pembuatan Larutan Standar Ca 2 ppm

Pembuatan larutan standar Ca 2 ppm dilakukan dengan cara mengencerkan larutan standar Ca 4 ppm. Untuk mengetahui berapa mL larutan standar Ca 4 ppm yang harus diambil supaya didapatkan konsentrasi Ca 2 ppm yaitu sebagai berikut:

$$\begin{aligned}M_1V_1 &= M_2V_2 \\4 \text{ ppm} \cdot V_1 &= 2 \text{ ppm} \cdot 50 \text{ mL} \\V_1 &= 25 \text{ mL}\end{aligned}$$

Jadi untuk membuat larutan standar Ca 2 ppm dari larutan standar Ca 4 ppm diambil 25 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuademin hingga tanda batas.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN C

C.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi AAS

Pembuatan kurva kalibrasi ini berguna dalam perhitungan kadar logam saat pengujian sampel menggunakan AAS. Berikut merupakan absorbansi dan persamaan kurva standar tiap logam.

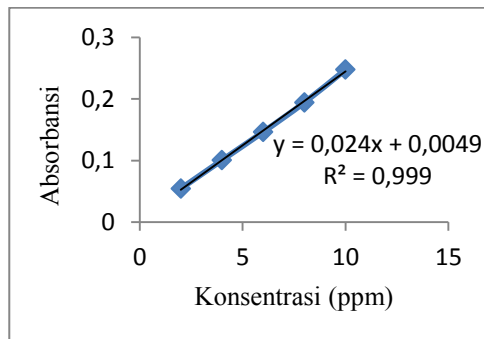
C.1.1 Pembuatan kurva standar Fe

Data pembuatan kurva standar AAS untuk Fe ditunjukkan pada Tabel C.1.

Tabel C.1 Data Absorbansi Kurva Standar Fe

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (nm)
2	0,0546
4	0,1007
6	0,1464
8	0,1942
10	0,2475

Kurva standar Fe dalam AAS ditunjukkan pada Gambar C.1. Dari kurva standar Fe diperoleh persamaan garis $y = 0,024x + 0,0049$ dengan $R^2 = 0,999$.



Gambar C.1 Kurva Standar Fe

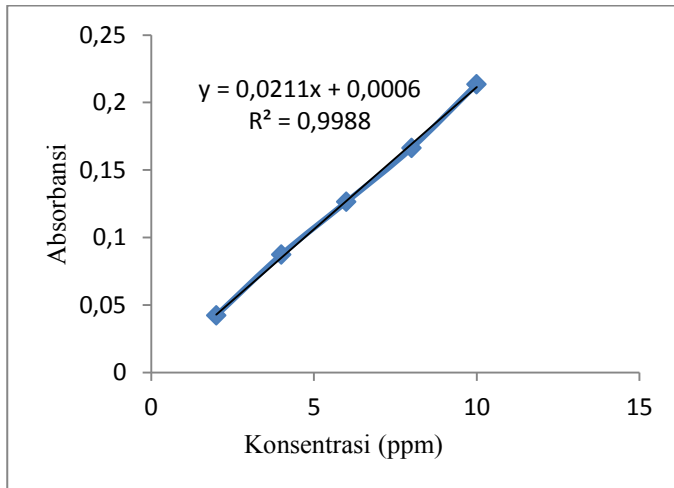
C.1.2 Pembuatan kurva standar Ca

Data pembuatan kurva standar AAS untuk Ca ditunjukkan pada Tabel C.2.

Tabel C.2 Data Absorbansi Kurva Standar Ca

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (nm)
2	0,0422
4	0,0873
6	0,1264
8	0,1662
10	0,2136

Kurva standar Ca dalam AAS ditunjukkan pada Gambar C.2. Dari kurva standar Ca diperoleh persamaan garis $y = 0,0211x + 0,0006$ dengan $R^2 = 0,9988$.



Gambar C.2 Kurva Standar Ca

C.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi ICP-OES

Pembuatan kurva kalibrasi ini berguna dalam perhitungan kadar logam saat pengujian sampel menggunakan ICP-OES. Berikut merupakan intensitas dan persamaan kurva standar tiap logam.

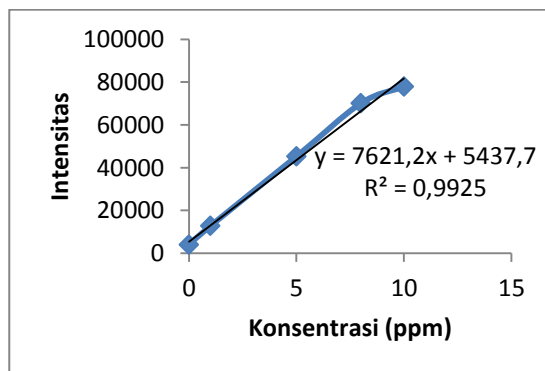
C.2.1 Pembuatan Kurva Standar Si

Data pembuatan kurva standar ICP-OES untuk Si ditunjukkan pada Tabel C.3.

Tabel C.3 Konsentrasi dan intensitas Si pada Pembuatan Kurva Standar Si

Konsentrasi (ppm)	Intensitas
0	4.061
1	12.818
5	45.251
8	70.107
10	77.861

Kurva standar Si ditunjukkan pada Gambar C.3. Dari kurva standar Si diperoleh persamaan garis $y = 7621,2x + 5437,7$ dengan $R^2 = 0,9925$.



Gambar C.3 Kurva Standar Si

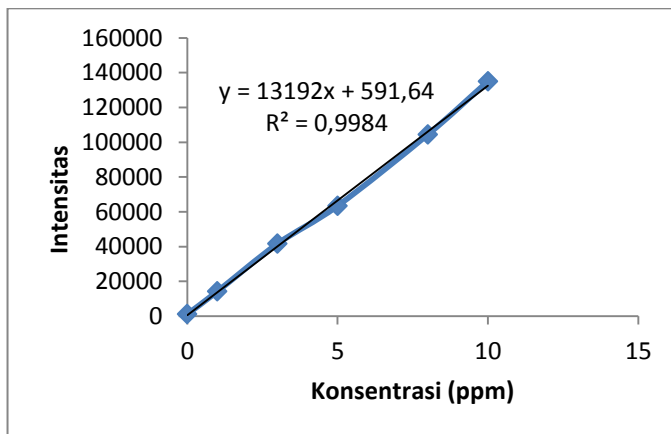
C.2.2 Pembuatan Kurva Standar Al

Data pembuatan kurva standar ICP-OES untuk Al ditunjukkan pada Tabel C.4.

Tabel C.4 Konsentrasi Al dan Intensitas pada Pembuatan Kurva Standar Al

Konsentrasi (ppm)	Intensitas
0	1.125,67
1	14.199,00
3	41.597,67
5	63.427,00
8	104.411,30
10	134.985,70

Kurva standar Al dalam ICP-OES ditunjukkan pada Gambar C.4. Dari kurva standar Al diperoleh persamaan garis $y = 13192x + 591,64$ dengan $R^2 = 0,9984$.



Gambar C.4 Kurva Standar Al

C.3 Pelarutan sampel menggunakan aqua regia

Pelarutan sampel dilakukan menggunakan pelarut aqua regia dengan rasio padat-cair 1:50, pada suhu $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$ dan kecepatan pengadukan 300 rpm. Berikut ini merupakan pengurangan massa residu (silika) hasil pelarutan dengan aqua regia yang ditunjukkan pada Tabel C.5.

Tabel C.5 Pengurangan Massa Sampel pada Pelarutan Aqua regia

Massa awal (g)	Massa Residu (Silika) (g)
1,0006	0,4951

Filtrat yang diperoleh dianalisa kadarnya menggunakan instrumen AAS untuk unsur Ca dan Fe, sedangkan Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan hasil analisa AAS untuk unsur Ca dan Fe pada filtrat pelarutan menggunakan aquaregia yang ditunjukkan pada Tabel C.6.

Tabel C.6 Data AAS pada Filtrat Pelarutan Menggunakan Aqua regia

Unsur	Volume Filtat (mL)	Fp	Absorbansi (nm)	Konsentrasi di Alat (ppm)
Ca	100	120	0,0839	3,7085
Fe	100	500	0,0453	3,5567

Sedangkan data hasil analisa ICP-OES untuk unsur Al pada filtrat pelarutan dengan aquaregia ditunjukkan pada Tabel C.7.

Tabel C.7 Data ICP-OES Unsur Al pada Filtrat Pelarutan Aqua regia

Unsur	Volume Filtrat (mL)	Fp	Intensitas	Konsentrasi di Alat (ppm)
Al	100	500	13.768,33	1,0044

Dari data tersebut dilakukan perhitungan sebagai berikut, diambil contoh perhitungan untuk unsur Ca, Absorbansi yang diperoleh logam Ca=0,0839, dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Ca.

$$y = 0,0211x + 0,0006$$

$$0,0839 = 0,0211x + 0,0006$$

$$x = 3,95$$

x merupakan konsentrasi Ca (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian Ca ini digunakan pengenceran secara bertingkat dari 10 kali pengenceran dengan mengambil 10 mL filtrat yang diencerkan menjadi 100 mL, kemudian diencerkan lagi 12 kali dengan mengambil 8,33 mL dari filtrat yang sudah diencerkan 10 kali ke dalam labu ukur 100 mL maka didapatkan faktor pengenceran 120 kali.

$$\text{konsentrasi Ca (ppm)} = 3,95 \text{ ppm} \cdot 120$$

$$\text{konsentrasi Ca (ppm)} = 473,74 \text{ ppm}$$

Setelah diperoleh konsentrasi Ca (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Ca (mg):

$$\begin{aligned} \text{Maka } 473,7440 \text{ ppm} &= 473,74 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= \frac{473,74 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \end{aligned}$$

Kemudian dihitung mg Ca dalam 100 mL filtrat awal:

$$\frac{\text{mg Ca}}{100 \text{ mL}} = \frac{473,74 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$\text{mg Ca} = \frac{473,74 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 100 \text{ mL}$$

$$\text{mg Ca} = 47,37 \text{ mg}$$

$$\text{konsentrasi Ca} = 47,37 \text{ mg}$$

Dari total konsentrasi masing-masing unsur dalam satuan mg tersebut, kemudian dikonversikan ke dalam satuan prosen, berikut merupakan contoh perhitungan total prosen Ca pada sampel:

$$\begin{aligned} \% \text{ Ca dalam sampel} &= \frac{\text{Total Ca (mg)}}{\text{sampel awal (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{47,37 \text{ mg}}{1000,60 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 4,73 \% \end{aligned}$$

Maka, dengan perhitungan yang sama didapatkan kadar dalam Ca, Fe dan Al dalam filtrat pelarutan oleh aqua regia sebagaimana ditunjukkan pada Tabel C.8.

Tabel C.8 Kadar Komposisi Kimia terhadap Pelarutan Aqua regia

Unsur	Kadar (ppm)	Berat (mg)	Kadar (%)
Fe	841,67	84,17	8,41
Ca	473,74	47,37	4,73
Al	499,42	49,94	4,99

Untuk mengetahui kadar silika yang diperoleh pada residu pelarutan aqua regia, maka 0,1 g residu berupa silika dilarutkan dengan ± 8 mL HF pada suhu $\pm 50^{\circ}\text{C}$, kemudian filtrat disaring dengan kertas saring dan diencerkan lalu dianalisis kadar Si nya menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan pengurangan massa pada pelarutan silika dengan HF yang ditunjukkan pada tabel C.9.

Tabel C.9 Pengurangan Massa pada Pelarutan Silika dengan HF

Massa Awal (g)	Massa akhir (g)
0,1062	0,0075

Filtrat yang sudah diencerkan kemudian dianalisa kadar Si nya menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan data intensitas analisa unsur Si yang ditunjukkan pada Tabel C.10:

Tabel C.10 Data ICP-OES unsur Si pada Pelarutan Aqua regia

Unsur	Volume Filtrat (mL)	Fp	Intensitas	Konsentrasi di Alat (ppm)
Si	10	1000	60.533,3	7,2110

Dari data tersebut dilakukan perhitungan untuk mengetahui kadar Si pada sampel, yakni sebagai berikut: Intensitas yang diperoleh unsur Si = 60.533,3. Kemudian dimasukkan dalam persamaan linier kurva standar Si.

$$y = 7621,2x + 5437,7$$

$$60.655,3 = 7621,2x + 5437,7$$

$$x = 7,23$$

x merupakan konsentrasi Si (ppm). Konsentrasi ini kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran dimana pada pengujian Si ini digunakan pengenceran 1000 kali.

$$\begin{aligned}\text{konsentrasi Si (ppm)} &= 7,23 \text{ ppm} \times 1000 \\ \text{konsentrasi Si (ppm)} &= 7230 \text{ ppm}\end{aligned}$$

Setelah diperoleh konsentrasi Si (ppm) maka diubah menjadi konsentrasi Si (mg):

$$\begin{aligned}\text{Maka } 7230 \text{ ppm} &= 7230 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= \frac{7230 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}\end{aligned}$$

Kemudian dihitung mg Si dalam 10 mL filtrat awal:

$$\begin{aligned}\frac{\text{mg Si}}{10 \text{ mL}} &= \frac{7230 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \\ \text{mg Si} &= \frac{7230 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \times 10 \text{ mL} \\ \text{mg Si} &= 72,30 \text{ mg} \\ \text{konsentrasi Si} &= 72,30 \text{ mg}\end{aligned}$$

Jadi, mg Si pada 106,20 mg residu pelarutan yakni sebanyak 72,30 mg Si, untuk mengetahui mg Si dalam total residu pelarutan yang dihasilkan yakni 495,10 mg, maka berikut ini merupakan perhitungannya:

$$\text{Kadar Si total (mg)} = \frac{\text{mg Si (pada 107,60 mg residu)}}{\text{massa residu}} \times \frac{\text{massa total residu}}{\text{residu}}$$

$$\text{Kadar Si (mg)} = \frac{337,03 \text{ mg}}{106,20 \text{ mg}} \times 495,10 \text{ mg}$$

$$\text{Kadar Si (mg)} = 337,03 \text{ mg}$$

Jadi, kadar Si total dalam pelarutan dengan aqua regia sebesar 337,30 mg. Kadar Si dalam satuan mg ini kemudian dikonversikan ke dalam satuan prosen, berikut merupakan contoh perhitungan prosen konsentrasi Si:

$$\begin{aligned} \% \text{ Si dalam sampel} &= \frac{\text{Si (mg)}}{\text{sampel awal Si (mg)}} \times 100\% \\ &= \frac{337,03 \text{ mg}}{495,1 \text{ mg}} \times 100\% \\ &= 68,07\% \end{aligned}$$

Jadi, kadar silika yang didapat pada pelarutan dengan aqua regia sebesar 68,07%.

C.4 Pengaruh Konsentrasi Asam Klorida pada Pelarutan Sampel

Pada penelitian ini digunakan variasi konsentrasi HCl yaitu 1 M, 2 M dan 4 M. Pelarutan dilakukan menggunakan waktu pelarutan 1 jam dengan pengadukan 300 rpm dan suhu antara $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi HCl terhadap pemurnian kadar Si yang diperoleh. Filtrat hasil pelarutan disaring dari residu nya, kemudian filtrat diencerkan dan dianalisa unsur Ca, Fe menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) dan unsur Al dianalisa menggunakan ICP-OES. Data pengurangan massa pelarutan sampel terhadap konsentrasi HCl ditunjukkan pada Tabel C.11.

Tabel C.11 Pengurangan Massa Pelarutan Sampel terhadap Konsentrasi HCl

Konsentrasi (M)	Massa awal (g)	Massa Residu (Silika) (g)
1	1,0015	0,5556
2	1,0045	0,4572
4	1,0039	0,4893

Data AAS untuk Ca dan Fe dalam filtrat hasil pelarutan terhadap konsentrasi HCl ditunjukkan pada Tabel C.12.

Tabel C.12 Data AAS pada Filtrat Pelarutan Sampel terhadap Konsentrasi HCl

Logam	Konsentrasi (M)	Volume Filtrat (mL)	Fp	Absorbansi (nm)
Ca	1	50	60	0,1352
	2	100	70	0,0915
	4	100	70	0,0992
Fe	1	50	1000	0,0408
	2	100	400	0,0490
	4	100	400	0,0539

Sedangkan data ICP-OES unsur Al dalam filtrat hasil pelarutan terhadap konsentrasi HCl ditunjukkan pada Tabel C.13

Tabel C.13 Data ICP-OES pada Filtrat Pelarutan Sampel terhadap Konsentrasi HCl

Unsur	Konsentrasi (M)	Volume Filtrat (mL)	Fp	Intensitas
Al	1	50	500	28.767,67
	2	100	500	14.369,67
	4	100	50	124.117,00

Data tersebut dilakukan perhitungan kadar unsur yang larut oleh HCl seperti pada contoh perhitungan kadar unsur Ca sebelumnya. Berikut ini merupakan hasil perhitungan kadar Ca, Fe dan Al dalam filtrat terhadap konsentrasi HCl yang ditunjukkan pada Tabel C.14.

Tabel C.14 Kadar Unsur Pengotor pada Filtrat Pelarutan terhadap Konsentrasi HCl

Unsur	Konsentrasi (M)	Kadar (ppm)	Berat (mg)	Kadar Logam (%)
Ca	1	382,75	19,14	1,91
	2	301,56	30,16	3,00
	4	327,11	32,71	3,26
Fe	1	1.495,83	74,79	7,47
	2	735,00	73,50	7,32
	4	816,67	81,67	8,13
Al	1	1067,92	53,40	5,33
	2	522,21	52,22	5,20
	4	468,18	46,82	4,66

Kadar silika pada residu pelarutan terhadap konsentrasi HCl dapat diketahui dengan melarutkan 0,1 gram residu dengan ± 8 mL HF pada suhu $\pm 50^{\circ}\text{C}$, kemudian filtrat yang diperoleh disaring dan diencerkan serta dianalisis kadar Si nya menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan pengurangan massa silika yang dilarutkan dengan HF, ditunjukkan pada Tabel C.15.

Tabel C.15 Pengurangan Massa Pelarutan Silika dengan HF terhadap Konsentrasi HCl

Konsentrasi (M)	Massa Awal (g)	Massa Akhir (g)
1	0,1076	0,0123
2	0,1093	0,0182
4	0,1373	0,0082

Data intensitas analisa Si terhadap konsentrasi HCl ditunjukkan pada Tabel C.16:

Tabel C.16 Data ICP-OES unsur Si Terhadap Konsentrasi HCl

Unsur	Con. (M)	Volume Filtrat (mL)	Fp	Intensitas
Si	1	10	1000	22.069,70
	2	10	1000	18.789,00
	4	10	1000	16.929,70

Perhitungan kadar Si terhadap konsentrasi HCl sama seperti pada perhitungan kadar Si pada pelarutan oleh aqua regia sebelumnya, maka dengan perhitungan yang sama didapatkan kadar Si terhadap konsentrasi HCl sebagaimana ditunjukkan pada Tabel C.17.

Tabel C.17 Kadar Si Terhadap Konsentrasi HCl

Konsentrasi (M)	Kadar Si (ppm)	Kadar Si (mg)	Kadar Si (%)
1	2182,33	112,69	20,30
2	1751,86	73,28	16,03
4	1507,90	53,74	11,00

C.5 Pengaruh Waktu Pelarutan Asam Klorida

Pada penelitian ini digunakan variasi waktu pelarutan HCl yaitu 1 jam, 2,5 jam, dan 5 jam, menggunakan konsentrasi optimum HCl 1 M dengan pengadukan 300 rpm dan suhu $85 \pm 5^{\circ}\text{C}$. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui waktu pelarutan yang optimum untuk memperoleh silika dengan kadar yang lebih murni. Filtrat pelarutan disaring dari residunya dan diencerkan dengan aquademin lalu dianalisa menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) dan ICP-OES. Data pengurangan massa pada pelarutan sampel terhadap waktu pelarutan ditunjukkan pada Tabel C.18.

Tabel C.18 Pengurangan massa Terhadap Waktu Pelarutan HCl

Waktu (Jam)	Massa Awal (g)	Massa Residu (Silika) (g)
1	1,0015	0,5556
2,5	1,0012	0,3650
5	1,0014	0,4017

Data AAS unsur Ca dan Fe dalam filtrat hasil pelarutan HCl ditunjukkan pada Tabel C.19.

Tabel C.19 Data AAS Unsur Ca dan Fe Terhadap Waktu Pelarutan HCl

Unsur	Waktu (Jam)	Volume Filtrat (mL)	Fp	Absorbansi (nm)
Ca	1	50	60	0,1352
	2,5	100	60	0,1202
	5	250	50	0,0454
Fe	1	50	1000	0,0408
	2,5	100	400	0,0531
	5	250	150	0,0590

Sedangkan data ICP-OES untuk unsur Al dalam filtrat hasil pelarutan ditunjukkan pada Tabel C.20.

Tabel C.20 Data ICP-OES unsur Al terhadap Waktu Pelarutan

Unsur	Waktu (Jam)	Volume Filtrat (mL)	Fp	Intensitas
Al	1	50	500	28.767,67
	2,5	100	500	13.314,67
	5	250	50	60.830,00

Dari data tersebut dilakukan perhitungan yang sama seperti pada perhitungan kadar Ca pada pelarutan oleh aqua regia sebelumnya, sehingga didapatkan kadar Ca, Fe dan Al dalam filtrat pelarutan HCl terhadap waktu, yang ditunjukkan pada Tabel C.21.

Tabel C.21 Kadar Unsur Pengotor pada Filtrat terhadap Waktu Pelarutan HCl

Unsur	Waktu (Jam)	Kadar (ppm)	Berat (mg)	Kadar (%)
Ca	1	382,75	19,14	1,91
	2,5	340,09	34,01	3,40
	5	106,16	26,54	2,65
Fe	1	1.495,83	74,79	7,47
	2,5	803,33	80,33	8,02
	5	331,88	82,97	8,44
Al	1	1.067,92	53,40	5,33
	2,5	482,23	48,22	4,82
	5	228,31	57,08	5,70

Kadar silika pada residu pelarutan HCl terhadap waktu dapat diketahui dengan melarutkan 0,1 g residu berupa silika tersebut dengan ± 8 mL HF, kemudian filtrat yang diperoleh disaring dan diencerkan serta dianalisis kadar Si nya menggunakan ICP-OES. Berikut ini merupakan pengurangan massa silika yang dilarutkan dengan HF, ditunjukkan pada Tabel C.22.

Tabel C.22 Pengurangan Massa Pelarutan Silika dengan HF

Waktu (Jam)	Massa Awal (g)	Massa Akhir (g)
1	0,1076	0,0123
2,5	0,0829	0,0226
5	0,1030	0,0156

Berikut ini merupakan data intensitas analisa Si menggunakan ICP-OES yang ditunjukkan pada Tabel C.23:

Tabel C.23 Data ICP-OES unsur Si pada Residu Pelarutan HCl terhadap Waktu

Unsur	Waktu (Jam)	Volume Filtrat (mL)	Fp	Intensitas
Si	1	10	1000	22.069,70
	2.5	10	1000	26.948,00
	5	10	1000	18.359,00

Perhitungan kadar Si sama seperti pada perhitungan kadar Si pada pelarutan oleh aqua regia sebelumnya, maka dengan perhitungan yang sama didapatkan kadar Si terhadap waktu pelarutan HCl sebagaimana ditunjukkan pada Tabel C.24.

Tabel C.24 Kadar Si Terhadap Waktu Pelarutan HCl

Waktu (Jam)	Kadar Si (ppm)	Kadar Si (mg)	Kadar Si (%)
1	2.182,33	112,69	20,28
2,5	2.822,43	124,27	34,05
5	1.695,44	66,12	16,46

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini telah dilakukan pemurnian silika pada abu layang yang berasal dari PT YTL (Paiton) menggunakan pelarutan asam klorida (HCl) dan aqua regia untuk menghilangkan pengotor selain silika. Kondisi paling baik pelarutan abu layang adalah pelarutan dengan aqua regia, mampu menghasilkan kadar Si sebesar 68,07%, sedangkan kondisi paling baik pelarutan abu layang dengan HCl adalah pada konsentrasi 1 M HCl dan waktu pelarutan 2,5 jam mampu menghasilkan kadar Si sebesar 34%. Peningkatan konsentrasi HCl akan menurunkan kadar silika yang diperoleh.

5.2 Saran

Perlu dilakukan perlakuan lanjutan untuk mengetahui apakah silika yang terdapat dalam fasa mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) larut pada pelarutan aqua regia dan HCl dengan cara menganalisis kadar silika pada filtrat pelarutan, selain itu perlu dilakukan peningkatan kadar silika untuk memperoleh silika dengan kadar yang lebih murni.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Adjiantoro, B., Mabruhi, E. 2010. *Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi dengan Menggunakan Metoda Pelarutan Kimia*. Serpong: Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI
- Adjiantoro, B., Mabruhi, E. 2012. *Pengaruh Waktu Pelindian pada Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi Menggunakan Larutan HCl*. Serpong: Pusat Penelitian Metalurgi – LIPI
- Agustin, R. 2013. *Ekstraksi dan Penentuan Kadar Silika (SiO₂) Hasil Ekstraksi dari Abu Terbang (Fly Ash) Batubara. Jember: Tugas Akhir Jurusan Kimia Uniersitas Negeri Jember*.
- ASTM C618-03, 2003, *Standard Specification for Coal Fly Ash and Raw or Calcined Natural Pozzolan for Use as a Mineral Admixture in Concrete*. Annual Book of ASTM Standard
- Basset, J., Pudjoatmoko, A. H., Setiono, L. 2007. *Anorganic Analysis Including Elementary instrumental Analysis, Kimia Analisis Kuantitatif anorganik*. Jakarta: Erlangga, h. 812.
- Bidari, B. R, 2015, *Peningkatan Kadar Emas Pada Batuan Dari Pulau Buru (Maluku) Dengan Pelarutan Asam Dan Kombinasi Asam-Kalium Iodida*. Surabaya: Skripsi Jurusan Kimia FMIPA ITS
- Boybul, Haryati, I. 2009. “*Analisis Unsur Pengotor Fe, Cr, dan Ni Dalam Larutan Uranil Nitrat*”

*Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom”
Jurnal Seminar Nasional V SDM Teknologi
Nuklir ISSN 1978-0176, h. 566.*

- Brady, J. E, 1990, *General Chemistry, Principles and Structure*. Edisi Kelima. New York: John Wiley and Sons
- Chatwal, G, 1985, *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Himalaya Publishing House. Bombay
- Chen, M., Lena, Q. 2001. *Comparison Of Three Aqua Regia Methods For Twenty Florida Soils”*, Soil Sci.Soc.Am.J., p. 491.
- Cheng, T., Tang, B., Xu, A., Chang, G., Hu, Z., He, W., Xing, Z., Xu, J., Wang, M., Wang, S. 2012. *Promising Plasmid DNA Vector Based On APTES- Modified Silica Nanoparticles*: Artikel, Dovepress, 7, 1061-1067
- Diana, E, 2010, *Prosiding Skripsi, Studi Perbandingan Sintess Geopolimer secara Normal dan Terpisah dari Abu Layang PLTU Suralaya*. Surabaya: ITS
- Estevez, M. C., O’Donoghue, M. B., Chen, X., Tan, W. 2009. *Highly Fluorescent Dye-Doped Silica Nanoparticles Increase Flow Cytometry Sensitivity for Cancer Cell Monitoring*: Artikel, SPRINGER, 2, 448-461
- Fadli, A. F., Tjahjanto, R. T., Darjito. 2013. Ekstraksi Silika dalam Lumpur Lapindo menggunakan Metode Kontinyu. *Kimia Student Journal* Vol.1, No.2, pp. 182-187 Universitas Brawijaya Malang.

- Fessenden, R.J., Fessenden J.S. 1997. *Kimia Organik Jilid 1 Edisi Ketiga*. Erlangga. Jakarta
- Galliker, P., Hommes, G., Schlosser, D., Corvini, P. F. X., Shahgaldian, P. 2010. *Laccase-Modified Silica Nanoparticles Efficiently Catalyze The Transformation Of Phenolic Compounds*: Artikel, ELSEVIER, 349, 1-8.
- Halada, K., Shimada, M., Ijima, K. 2008. *Forecasting of the consumption of metals up to 2050*. Mater. Trans. 49 (3), 402–410.
- Hara, 1986, *Utilization of Agrowastes for Bulding Materials*. International Reseach and Development Cooperation Division. Tokyo. Japan
- Hernández, E., López-Soler, A., Plana, F. 2002. *Synthesis Of Zeolites From Coal Fly Ash: An Overview*. International Journal Of Coal Geology, vol. 50, hal. 413– 423
- Husin, A. A, 1998, *Semen Abu Terbang untuk Genteng Beton*. Jurnal Litbang Vol. 14 No. 1: Bandung.
- Kalpathy, U., Proctor, A., Shultz J. 2000. *A Simple Method For Production Of Pure Silica From Rice Hull Ash*, Elsevier Science 73, pp 257-262.
- Kamath, S.R., Proctor, A. 1998. *Silica gel from rice hull ash: preparation and Characterization*. J. Cereal Chem., Vol. 75, hal. 484–487.
- Kheloufi, A., Berbar, Y., Kefai, A., Medjahed, S. A., Kerkar F. 2009. *Improvement of Impurities*

Removal from Silica Sand by Leaching Process.
Algeria: Silicon Technology Development Unit.

Khopkar, S.M, 2008, *Basic Concepts of analytical*
Khopkar, terjemahan. A. Saptorahardjo, *Konsep*
Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI-Press, h. 288.

Krisbiantoro, 2015, *Amobilisasi Fe^{3+} dan Co^{2+}*
Menggunakan Geopolimer dari Abu Layang PT
Ipmomi. Tugas Akhir, Jurusan Kimia FMIPA ITS.

Kurniati, 2009, *Ekstraksi Silika White Powder dari*
Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas
Bumi Dieng. Surabaya: UPN Press.

Kusumawati, E. N. *Sintesis MCM-41 Menggunakan*
Sumber Silika dari Abu Layang Batubara PLTU
Paiton dengan Variasi Suhu dan Waktu
Hidrotermal, Jurnal Penelitian. Jurusan Kimia
ITS : Surabaya

Kwon, S., Singh, R. K., Perez, R. A., Neel, E. A. A., Kim,
H. W., Chrzanowski, W. 2013. *Silica-based*
mesoporous nanoparticles for controlled drug
delivery: Artikel, Sage, 2013, 4, 1-18.

Le, V. H., Thuc, C. N. H., Thuc, H. H. 2013. *Synthesis of*
Silica Nanoparticles from Vietnamese Rice Husk
by Sol-Gel Method: Artikel, Springer, 8(58), 1-
10.

Liu, Y., Tourbin, M., Lachaize, S., Guiraud, P. 2013.
Silica Nanoparticles Separation From Water:
Aggregation by Cetyltrimethylammonium

Bromide (CTAB): Artikel, Open Archive Toulouse Archive Ouverte (Oatao), 1-9.

- Lu, J., Liong, M., Zink, J. I., Tamanoi, F. 2007. *Mesoporous Silica Nanoparticles as a Delivery System for Hydrophobic Anticancer Drugs:* Artikel, WILEY, 8, 1341-1346
- Matjie, R. H., Bunt, J. R., Van Heerden, J. H. P. 2004. *Extraction of alumnina from Coal Fly Ash Generated From a Selected Low Rank Bituminous South African Coal.* Article Elsevier: South Africa
- Misran, H., Singh, R., Begu, S., Yarmo, M. A. 2007. *Processing of Mesoporous Silica Materials (MCM-41) from Coal Fly Ash,* Journal of Materials Processing Technology. 186, 8-13.
- Muhardi, Satibi, S. 2010. *Karakteristik Kimia, Fisik dan Mekanik Abu Batu Bara (Abu Terbang dan Abu Dasar).* Riau: Universitas Riau
- Nandiyanto, A. B. D., Ogi, T., Iskandar, F., Okuyama, K. 2011. *Highly Ordered Porous Monolayer Generation by Dual-Speed Spin-Coating with Colloidal Templates:* Artikel, ELSEVIER, 409-415.
- Nurhayati, 2008, *Reaksi Katalis Oksidasi.* FMIPA-UI: Jakarta
- Nuryono, Narsito. 2004. *Pengaruh Konsentrasi Asam Terhadap Karakter Silika Gel Hasil Sintesis dari Natrium Silikat.* Jurusan Kimia, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta. Indo. J. Chem., 2005, 5(1),23-30

- Panias, D., Giannopoulou, I. P., Perraki, 2006. *Effect of Synthesis Parameters on Mechanical Properties of Fly Ash-Based Geopolymers*. Colloids and Surfaces A: Physicochemistry Engineering Aspects, Accepted Manuscript
- Pratomo, I., Wardhani, S., Purwonugroho, D. 2013. *Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel*. Kimia Studentjournal, Vol. 2, No. 1, pp. 358-364- Universitas Brawijaya, Malang.
- Rahmi, L. A, 2005, *Pemanfaatan Abu Layang Batubara Untuk Stabilisasi Ion Logam Berat Besi (Fe^{3+}) dan Seng (Zn^{2+}) Dalam Limbah Cair Buangan Industri*. Tugas Akhir, Jurusan Kimia - Fakultas MIPA, Universitas Negeri Semarang: Semarang
- Santos, I. C., Goncalves, A. P., Santos, C. S, Almeida, M., Afonso, M. H., Cruz, M. J. 1988. *Purification of Metallurgical Grade Silicon by Acid Leaching*. Jurnal Elsevier Science: B. V., Amsterdam. 23 (1990) 237-246
- Setiaka, Juniawan, Ulfin, I., Widiastuti, N. 2011. *Adsorpsi Ion Logam Cu(Ii) dalam Larutan pada Abu Dasar Batubara Menggunakan Metode Kolom*. Prosiding Tugas Akhir. Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Surabaya
- Shcherban S., Rayzman V, Pevzner I. 1995. *Technology of Coal Fly Ash Processing into Metallurgical and Silicate Chemical Products*. Paper presented

at 210th ACS National Meeting Chicago, IL
August 20-25, Volume 40, No.4, p. 863-867.

Shcherban, S, 1996. *Ash Utilization With Silica and Metals Recovery*. The International Association of Sciences, New York. 1138-1142p

Shemi, A., Ndlovu, S., Sibanda, V. 2015. *Extraction of alumina from coal fly ash using an acid leach-sinter-acid leach technique*. South Africa: Elsevier

Singh, L. P., Agarwal, S. K., Bhattacharyya, S. K., Sharma, U., Ahalawat, S. 2011. *Preparation of Silica Nanoparticles and Its Beneficial Role in Cementitious Materials*: Artikel, INTECH, 1(1), 44-51.

Sudjatmiko, N, 2003, *Penggunaan abuTerbang sebagai Campuran Beton, Aspal*.

Sun, Y.C., Chi, P.C., Shieu, M.Y. 2001. *Comparison of different Digestion Methods for total Decomposition of Siliceous and Organic Environmental Sample*, Analytical Sciences, Vol.17., p. 1395 - 1399.

Wahyudi, A., Rochani, S., Ardha, I. G. N. 2011. *Penyiapan Nano Partikel Silika dari Mineral Silikat secara Mekanis*. Laporan Akhir Puslitbang Teknologi Mineral dan Batubara

Wang, R. C., Zhai, Y. C., Ning, Z. C., Ma, P. H. 2013. *Kinetics of SiO₂ Leaching from Al₂O₃ Extracted*

Slag of Fly Ash with Sodium Hydroxide Solution.
China: Elsevier Science Press

White, H. M., 2005, *Geochemistry.* John-Hopkins University Press

Wicaksono, A. A., 2012, *Pengaruh Temperatur pada Proses Bayer terhadap Ekstraksi Alumina pada Bijih Nepheline.* Depok: Skripsi Program Studi Teknik Metalurgi dan Material Universitas Indonesia

Wilson, A. M., Burt, R., Lee, C. W. 2006. *Improved Elemental Recoveries in Soils with Heating Boric Acid Following Microwave Total Digestion.* National Soil Survey Center, Lincoln, Nebraska, USA. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 37: 513–524, 2006

Wu, S., Y. Zhao, X. Feng, and A. Wittmeier. 1996. *Application of inductively coupled plasma mass spectrometry for total metal determination in silicon-containing solid sampel using the microwave assisted nitric acid-hydrofluoric acid-hydrogen peroxide-boric acid digestion system.* *J. anal. At. Spect.* 11:287-296

BIODATA PENULIS



Penulis dengan nama lengkap Denida Mega Anggia, lahir di Probolinggo pada 5 Januari 1994, merupakan anak ketiga dari 3 bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di TK-SMA di Taruna Dra. Zulaiha Leces-Probolinggo. Penulis menempuh perguruan tinggi di Jurusan Kimia FMIPA-ITS

Surabaya. Selama masa kuliah S1, penulis pernah aktif di organisasi kemahasiswaan diantaranya Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS, dan Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) FMIPA ITS. Penulis juga pernah mengikuti Kerja Praktek di Laboratorium Badan Lingkungan Hidup (BLH) Provinsi Jawa Timur pada tahun 2015. Pada masa akhir studi, penulis melakukan penelitian mengenai pemurnian silika pada abu layang dari pembangkit listrik di Paiton (PT YTL) dengan menggunakan pelarutan asam klorida dan aqua regia. Penelitian yang dilakukan penulis dibawah bimbingan Bapak Suprpto, M.Si., Ph.D.

Email : denidamegaanggia@yahoo.co.id

Mobile : 0819 3859 3263