

**Ekstraksi Silika dari Lumpur Sidoarjo Menggunakan  
Sistem Kontinyu**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**AGUS FARID FADLI**  
**0810923032**



**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**  
**MALANG**  
**2013**

UNIVERSITAS BRAWIJAYA



**Ekstraksi Silika dari Lumpur Sidoarjo Menggunakan  
Sistem Kontinyu**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Oleh:

**AGUS FARID FADLI**

**0810923032**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2013**

**Lembar Pengesahan Skripsi**

**Ekstraksi Silika dari Lumpur Sidoarjo Menggunakan Sistem Kontinyu**

oleh :

**AGUS FARID FADLI**  
**0810923032**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji  
pada tanggal .....  
dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Sains dalam bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dr. rer.nat. Rachmat Triandi, T., M.S  
NIP. 19720717 200003 1 002

Darjito, S.Si, M.Si  
NIP. 19700708199503 1 001

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Sasangka Prasetyawan, MS  
NIP. 19630404 198701 1 001

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Agus Farid Fadli

NIM : 0810923032

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Ekstraksi Silika dari Sidoarjo Menggunakan Sistem Kontinyu

Dengan ini menyatakan bahwa :

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang tercantum di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini
2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, Januari 2013

Yang menyatakan,

Agus Farid Fadli  
NIM. 0810923032

# Ekstraksi Silika Dari Lumpur Sidoarjo Menggunakan Sistem Kontinyu

## ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah mempelajari pengaruh konsentrasi dan laju alir pelarut KOH yang digunakan untuk mengekstraksi silika dalam lumpur Sidoarjo. Kandungan silika merupakan mayor elemen di dalam lumpur Sidoarjo sehingga dapat digunakan sebagai sumber silika. Lumpur Sidoarjo dicuci menggunakan akuades dan direndam dalam larutan HCl 2 M untuk menghilangkan impuritas selain silika di dalam lumpur Sidoarjo yang kemudian dikeringkan dengan temperatur  $110^{\circ}\text{C}$  sebagai sampel. Untuk proses ekstraksi, KOH dialirkan dengan laju alir tertentu kedalam fasa padat sampel lumpur Sidoarjo sehingga didapatkan larutan kalium silikat yang kemudian dikondisikan dalam suasana asam sampai pH 4 membentuk endapan amorf silika. Konsentrasi larutan KOH yang digunakan sebesar 1, 3, 5, 7, dan 10 M sedangkan laju alir yang digunakan sebesar 2, 4 dan 6 mL/menit. Dari hasil penelitian, didapatkan konsentrasi KOH yang dapat mengekstraksi silika paling besar sebesar 10 M dan laju alir maksimum sebesar 2 mL/menit dengan jumlah silika yang terekstrak sebesar 36,104%.

*Kata Kunci : lumpur Sidoarjo, ekstraksi, silika, laju alir*



# Extraction of Silika From Sidoarjo Mud Using Continue System

## ABSTRACT

This experiment purpose for learn concentrate and rate flow of KOH is used for extraction silica on Sidoarjo mud. The silica is major element on Sidoarjo mud so that can be use as raw production of silica. Sidoarjo mud cleaned using aquades and immersion in HCl 2 M for ill all impurity other than silica on Sidoarjo mud and then drying at temperature 110 °C as sample. For extraction process, KOH flow through with a rate flow on sample so that we get a potassium silicate and then we change its condition in acid condition until pH 4 shaping silica amorf. The concentrate of KOH is 1, 3, 5, 7 and 10 M than the rate flow is 2, 4 and 6 mL/minute. The result of this experiment showed that KOH with concentration 10 M and flow rate 2 mL/minute, it can extract much silica with weight of silica is 36.104%.

*Key word : Sidoarjo mud, extraction, silica, flow injection*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadiran Allah SWT karena atas berkat, rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dapat terselesaikan dengan lancar dan sesuai dengan waktu yang telah direncanakan.

Penulis menyadari bahwa penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan dan perhatian dari semua pihak, maka penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada :

1. Dr. rer.nar. Rachmat Triandi T., M.S selaku dosen pembimbing I dan Darjito, S.Si, M.Si selaku dosen pembimbing II dan selaku dosen penasehat akademik yang telah memberikan bimbingan selama menjalani perkuliahan
2. Dr. H. Sasangka Prasetyawan, MS. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Brawijaya
3. Dosen penguji dan seluruh staf pengajar Jurusan Kimia Universitas Brawijaya yang telah memberikan ilmu dan bimbingan
4. Ketua laboratorium, staf laboran, dan karyawan Jurusan Kimia Universitas Brawijaya.
5. Seluruh rekan-rekan mahasiswa di Jurusan Kimia, yang telah memberikan dukungan serta do'a
6. Semua pihak yang telah banyak membantu selama penyelesaian skripsi

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan. Maka dari itu, saran dan kritik yang membangun dari semua pihak sangat diharapkan. Semoga skripsi ini bermanfaat bagi pembaca pada umumnya dan penulis pada khususnya.

Malang, 23 Januari 2013

Penulis

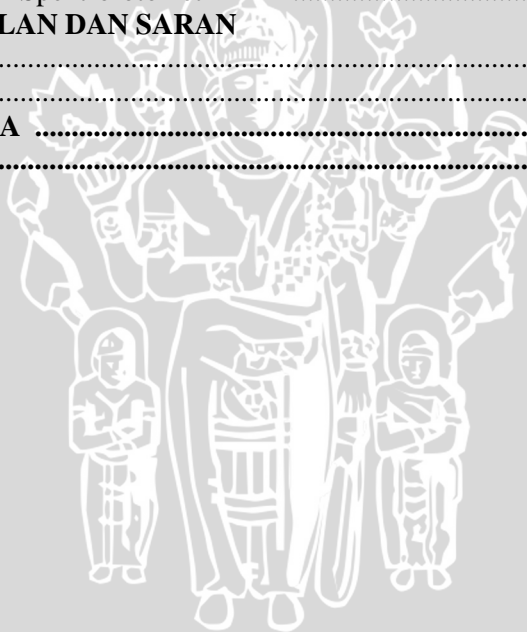


## DAFTAR ISI

Halaman

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	iii
<b>ABSTRAK</b> .....	iv
<b>ABSTRACT</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	vi
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vii
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	ix
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	x
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xi
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan Penelitian.....	3
1.2 Manfaat Penelitian.....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Lumpur Sidoarjo .....	4
2.2 Silika (Silikon Dioksida).....	6
2.3 Ekstraksi Menggunakan Sistem Kolom .....	8
2.4 Analisa Kuantitatif Gravimetri.....	9
2.5 Spektrofotometri X-Ray Fluoresensi (XRF).....	11
2.6 Hipotesis.....	14
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Penelitian .....	15
3.2 Bahan Penelitian.....	15
3.3 Alat Penelitian .....	15
3.4 Tahapan Penelitian .....	15
3.5 Prosedur Penelitian.....	16
3.5.1 Preparasi sampel lumpur Sidoarjo .....	16
3.5.2 Penentuan kadar silika awal dalam lumpur Sidoarjo .....	16
3.5.3 Preparasi larutan.....	16
3.5.4 Penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstraksi .....	16
3.5.5 Penentuan pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstraksi .....	17

3.5.6 Pemurnian silika .....	17
3.5.7 Karakterisasi silika yang di peroleh .....	17
3.5.8 Analisis data .....	17
3.5.8.1 Penentuan jumlah silika yang terekstrasi .....	17
3.5.8.2 Uji statistik .....	17
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Penentuan Konsentrasi Silika pada Lumpur Sidoarjo Menggunakan Spektrofotometri X-Ray Fluoresensi .....	18
4.2 Pengaruh Konsentrasi KOH terhadap Silika yang Terekstrak .....	19
4.3 Pengaruh Laju Alir Ekstraksi terhadap Silika yang Terekstrak .....	21
4.4 Karakterisasi Kemurnian Silika Hasil Ekstraksi Menggunakan Spektrofotometri XRF .....	23
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan .....	24
5.2 Saran .....	24
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>25</b>
<b>LAMPIRAN .....</b>	<b>29</b>



## DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1: Fenomena menyemburnya lumpur vulkanik di Porong Sidoarjo .....	4
Gambar 2.2: Fenomena lumpur vulkanik setinggi 40 cm .....	5
Gambar 2.3: Struktur lokal silikon dioksida .....	6
Gambar 2.4: Struktur padatan silikon dioksida .....	7
Gambar 2.5: Bentuk-bentuk unit kristal SiO <sub>2</sub> .....	7
Gambar 2.6: Alur pemisahan kromatografi .....	8
Gambar 2.7: Prinsip spektroskopi fluoresensi sinar - X .....	12
Gambar 2.8: Transisi fluoresensi sinar - X .....	13
Gambar 2.9: Susunan spektrofotometri X-ray fluoresensi .....	14
Gambar 4.1: Silika yang terekstrak dengan menggunakan berbagai konsentrasi KOH .....	20
Gambar 4.2: Silika yang terekstrak dengan menggunakan berbagai laju alir KOH .....	22

## DAFTAR TABEL

Halaman

Tabel 2.1: Kandungan Senyawa Oksida pada Lumpur Sidoarjo .....	5
Tabel 2.2: Komposisi Unsur di Dalam Kerak Bumi .....	6
Tabel 4.1: Kandungan Logam pada Sampel Lumpur Sidoarjo .....	19
Tabel 4.2: Silika yang Terekstrak dengan Berbagai Konsentrasi KOH.....	20
Tabel 4.3: Silika yang Terekstrak dengan Berbagai Laju Alir KOH.....	22
Tabel 4.4: Tingkat Kemurnian Silika yang Terekstrak KOH.....	23



## DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

LAMPIRAN	1. Preparasi Larutan .....	29
	1.1 Pembuatan larutan KOH 10 M.....	29
	1.2 Pembuatan larutan KOH 7 M.....	29
	1.3 Pembuatan larutan KOH 5 M.....	29
	1.4 Pembuatan larutan KOH 3 M.....	30
	1.5 Pembuatan larutan KOH 1 M.....	30
	1.6 Pembuatan larutan asam klorida .....	30
	1.7 Perhitungan kadar silika.....	31
	1.7.1 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 1 M .....	31
	1.7.2 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 3 M .....	31
	1.7.3 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 5 M .....	31
	1.7.4 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 7 M .....	31
	1.7.5 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 10 M .....	32
	1.7.6 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan laju alir ekstraksi 2 mL/menit .....	32
	1.7.7 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan laju alir ekstraksi 4 mL/menit .....	32
	1.7.8 Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan laju alir ekstraksi 6 mL/menit .....	32
LAMPIRAN	2. Diagram Alir Penelitian .....	33
	2.1 Diagram alir tahapan penelitian.....	33
	2.2 Preparasi sampel.....	34
	2.3 Penentuan kadar silika awal pada lumpur Sidoarjo .....	34
	2.4 Penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak.....	35
	2.4.1 Ekstraksi menggunakan KOH 1 M .....	35
	2.4.2 Ekstraksi menggunakan KOH 3 M .....	36
	2.4.3 Ekstraksi menggunakan KOH 5 M .....	37
	2.4.4 Ekstraksi menggunakan KOH 7 M .....	38
	2.4.5 Ekstraksi menggunakan KOH 10 M .....	39

2.5	Penentuan pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstrak .....	40
2.5.1	Ekstraksi menggunakan laju alir 4 mL/menit...	40
2.5.2	Ekstraksi menggunakan laju alir 6 mL/menit...	41
2.6	Pemurnian silika dari kalium klorida.....	42
LAMPIRAN	3. Uji Statistik.....	43
3.1	Uji statistik pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak .....	43
3.2	Uji statistik pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstrak .....	45
LAMPIRAN	4. Gambar Hasil Penelitian.....	48
4.1	Gambar rangkaian alat .....	48
4.2	Gambar lumpur Sidoarjo .....	49
4.3	Gambar larutan kalium silikat.....	49
4.4	Gambar proses pengendapan silika menggunakan HCl.....	50
4.5	Gambar silika kering hasil ekstraksi.....	50





# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. Latar Belakang

Penggunaan silika diberbagai bidang terus meningkat seiring berkembangnya zaman, kebutuhan yang sangat besar ini dipengaruhi oleh tingginya perkembangan teknologi yang ada di dunia sehingga penggunaan bahan silika pun terus meningkat seperti alat-alat gelas, pembuatan chip, industri ban, karet, semen, keramik, tekstil, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, pembuatan beton, dan lain-lain [1]. Pada tahun 1998, Indonesia membutuhkan pasokan silika sebesar 24.000 ton dan setiap tahunnya meningkat dengan kenaikan permintaan rata-rata sebesar 19%. Untuk memenuhi kebutuhan lokal, saat ini Indonesia masih melakukan impor dari Cina, Korea, dan Taiwan sebesar 18.983 ton meskipun bahan kimia ini sudah dapat diproduksi di dalam negeri.

Semakin meningkatnya penggunaan bahan silika ini dikarenakan keberadaan senyawa ini yang melimpah di kerak bumi, menurut Tanty dan Timnas PSLs [2,3], kandungan silika di dalam kerak bumi merupakan terbesar kedua setelah oksigen yaitu mencapai 27,7%. Silika biasanya didapatkan dari pasir silika yang jumlahnya melimpah, selain itu sumber silika lainnya yaitu dari abu sekam padi ataupun lumpur. Salah satu sumber silika yang potensial adalah lumpur Sidoarjo.

Lumpur Sidoarjo merupakan peristiwa menyemburnya lumpur panas akibat adanya tekanan tinggi dari perut bumi dan keluar dilokasi pengeboran PT Lapindo Brantas di Desa Renokenongo, Kecamatan Porong, Kabupaten Sidoarjo, Jawa Timur yang terjadi sejak tanggal 27 Mei 2006 dan sampai saat ini semburan panas lumpur terus membanjiri daerah tersebut.

Menurut Aristianto, volume lumpur diperkirakan sekitar 5.000 hingga 50.000m<sup>3</sup>/hari (setara dengan muatan penuh 690 truk peti kemas berukuran besar). Akibatnya, semburan lumpur ini membawa dampak yang luar biasa bagi masyarakat sekitar maupun bagi aktivitas perekonomian di Jawa Timur. Untuk menanggulangi semburan dan luapan lumpur serta menangani masalah sosial kemasyarakatan dan infrastruktur yang terjadi di Sidoarjo, pemerintah memutuskan dalam keputusan presiden nomor 13 tahun

2006 membentuk suatu tim nasional bernama BPLS (Badan Penanggulangan Lumpur Sidoarjo).

Berbagai upaya pemanfaatan lumpur Sidoarjo telah banyak dilakukan diantaranya campuran semen, batu bata, batako, keramik dan beton, tetapi hal tersebut menjadi tidak layak secara ekonomi bila dikaitkan dengan besarnya volume lumpur yang keluar karena memerlukan biaya investasi yang besar, pengoperasian, pemeliharaan, perawatan dan tingkat daya serap pasar yang kecil [5].

Berdasarkan penjelasan diatas, diperlukan adanya upaya pemisahan senyawa silika pada lumpur Sidoarjo sebagai salah satu cara upaya penanggulangan semburan dan luapan lumpur di daerah sidoarjo tersebut melihat kandungan silika pada lumpur Sidoarjo menurut aristianto mencapai 53,03% dan merupakan elemen yang paling banyak daripada senyawa-senyawa lainnya. Kandungan lainnya selain silika ( $\text{SiO}_2$ ) adalah  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ , dan  $\text{SO}_2$  [4].

. Beberapa teknik mengekstraksi silika yang umum digunakan antara lain alkali fusion, dan kopresipitasi. Metode kopresipitasi banyak dipilih karena dengan metode ini bisa di peroleh silika dengan kemurnian yang tinggi, Menurut penelitian Nittaya, ekstraksi dengan menggunakan metode kopresipitasi di peroleh silika dengan kemurnian 98% [6]. Energi yang digunakan sangat kecil sehingga dapat menghemat energi yang cukup signifikan sebesar 74 – 82% [7]. Cara ekstraksinya cukup mudah, waktu yang digunakan pun sangat singkat. Pada penelitian ini akan dilakukan ekstraksi silika dari lumpur Sidoarjo dengan menggunakan metode kopresipitasi yang dikembangkan dengan sistem alir (kontinyu).

## 1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang dapat dirumuskan permasalahan yang akan diteliti adalah :

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak menggunakan sistem kontinyu?
2. Bagaimana pengaruh laju alir terhadap silika yang terekstrak menggunakan sistem kontinyu?

### **1.3. Batasan Masalah**

Batasan masalah dalam penelitian ini antara lain :

1. Sampel lumpur Sidoarjo diambil dari semburan lumpur akibat aktivitas pengeboran yang dilakukan oleh PT. Lapindo Brantas di bagian pinggir tanggul di Desa Siring Kecamatan Porong Kabupaten Sidoarjo Jawa-Timur.
2. Pelarut yang digunakan adalah larutan KOH 1, 3, 5, 7, dan 10 M.
3. Laju alir yang digunakan adalah 2, 4, dan 6 mL/menit.
4. Analisa kuantitatif silika dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri dan spektrofotometri X-Ray Fluoresensi (XRF).
5. Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini berbahan dari plastik.

### **1.4. Tujuan Penelitian**

Tujuan penelitian ini antara lain:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak menggunakan sistem kontinyu.
2. Mengetahui pengaruh laju alir terhadap silika yang terekstrak menggunakan sistem kontinyu.

### **1.5. Manfaat Penelitian**

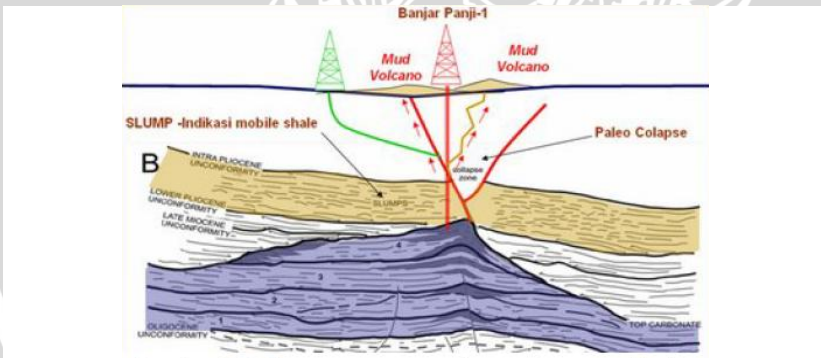
Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan teknik untuk mengekstraksi silika dari lumpur Sidoarjo menggunakan sistem kontinyu.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1. Lumpur Sidoarjo

Lumpur Sidoarjo merupakan fenomena keluarnya lumpur panas vulkanik (*Sidoarjo mud*) berupa cairan yang terdiri dari berbagai macam campuran material mineral, gas, dan kandungan tanah ke permukaan yang terjadi di lokasi kegiatan PT. Sidoarjo Brantas, Inc Porong Sidoarjo akibat patahan/crack yang memotong puncak dari batu gamping formasi kujung, indikasi *slump* yang kemungkinan menunjukkan *mobile shale* dan *collapse zone* akibat adanya *liquifaction* atau pencairan yang dihentakkan secara mendadak saat dilakukan kegiatan eksplorasi minyak dan gas. Lumpur Sidoarjo dikategorikan tiga jenis [3]:

1. Lumpur panas
2. Air lumpur
3. Padatan lumpur



**Gambar 2.1** Fenomena menyemburnya lumpur vulkanik di Porong Sidoarjo

*Sidoarjo mud* adalah suatu gunung api lumpur yang berbentuk kerucut dari tanah liat berukuran kecil, yang tingginya kurang dari 1-2 m. Gunung api lumpur kecil ini terbentuk dari campuran air panas dan sedimen halus (tanah liat dan lumpur) dimana terdapat aliran perlahan dari suatu lubang seperti suatu arus lahar cair yang menyembur ke udara seperti suatu air mancur lahar yang melepaskan air mendidih dan gas vulkanis. Tanah liat dan lumpur tersebut berasal dari gas batuan vulkanik padat dan panas yang terlepas dari

magma menjadi suatu campuran panas dan asam yang secara kimiawi merubah batuan vulkanik menjadi fraksi lumpur dan tanah liat [8].



**Gambar 2.2** Fenomena lumpur vulkanik setinggi 40 cm.

Menurut Gunradi dan Joko, volume lumpur diperkirakan sekitar 5.000 hingga 50.000 m<sup>3</sup>/hari (setara dengan muatan penuh 690 truk peti kemas berukuran besar). Akibatnya, semburan lumpur ini membawa dampak yang luar biasa bagi masyarakat sekitar maupun bagi aktivitas perekonomian di Jawa Timur [8]. Lumpur panas ini memiliki kandungan logam berat (Hg), mencapai 2,565 mg/liter, dan kandungan fenol yang sangat berbahaya bagi lingkungan.

Kandungan unsur-unsur yang dominan pada lumpur Sidoarjo berdasarkan hasil uji kadar oksida dan hilang pijar oleh Aristianto tersaji pada tabel 2.1 [4].

**Tabel 2.1** Kandungan senyawa oksida pada lumpur Sidoarjo [4]

Senyawa	Kadar % Berat
SiO <sub>2</sub>	53,08
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18,27
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,6
CaO	2,07
MgO	2,89
Na <sub>2</sub> O	2,97
K <sub>2</sub> O	1,44
SO <sub>2</sub>	2,96
Hilang pijar	10,15



Selain adanya kandungan senyawa di atas, pada daerah sekitar 200 meter dari pusat semburan lumpur menunjukkan adanya kandungan logam berat sebagai logam berbahaya yaitu unsur Cd 10,45 ppm, Cr 105,44 ppm, As 0,99 ppm, dan Hg 1,96 ppm dengan pH lumpur 9,18 [9].

## 2.2 Silika (Silikon Dioksida)

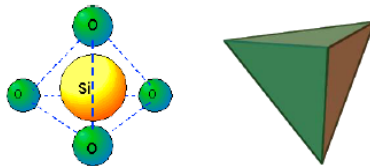
Silika merupakan unsur terbesar kedua di kerak bumi dan sebagian di dalam tanah.

**Tabel 2.2** Komposisi unsur di dalam kerak bumi [3]

Unsur	Rata-rata persen berat
Oksigen	46,6
Silika	27,7
Aluminium	8,1
Besi	5,0
Kalsium	3,6
Natrium	2,8
Kalium	2,6
Magnesium	2,1
Lainnya	1,5

Silika banyak dimanfaatkan untuk berbagai keperluan seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, kertas, kosmetik, elektronik, cat, film, pasta gigi, dan lain-lain [10].

Silikon dioksida terbentuk melalui ikatan kovalen yang kuat, serta memiliki struktur lokal yang jelas yaitu empat atom oksigen terikat pada posisi sudut tetrahedral di sekitar atom pusat yaitu atom silikon. Berikut ini struktur lokal dari silikon dioksida disajikan pada Gambar 2.3:



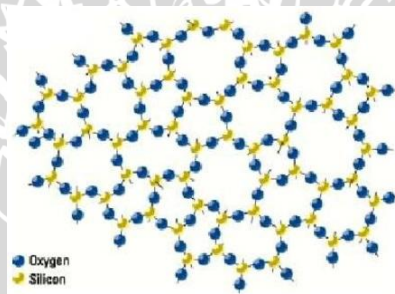
**Gambar 2.3** Struktur lokal silikon dioksida [11]



Atom oksigen bersifat elektronegatif dan kerapatan elektron pada atom silikon sebagian ditransfer pada atom oksigen, sudut ikatan di sekitar O-Si-O merupakan sudut tetrahedral yaitu sebesar  $109^\circ$  sedangkan jarak antara atom Si-O sebesar  $1,61 \text{ \AA}$  ( $0,16 \text{ nm}$ ) [11].

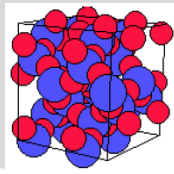
Silikon dioksida memiliki ikatan yang disebut “jembatan” oksigen yang terdapat diantara atom silikon, hal inilah yang memberikan sifat unik pada silikon dioksida. Sudut ikatan pada Si-O-Si sekitar  $145^\circ$ , tetapi nilai ini sangat bervariasi antara  $100-170^\circ$  yang dipengaruhi oleh perubahan energi ikatan, Sehingga sangat memungkinkan terjadinya rotasi ikatan secara bebas [12].

Struktur  $\text{SiO}_2$  terbentuk melalui kelompok-kelompok  $\text{SiO}_4$  yang saling berikatan melalui atom oksigen pada sudut-sudut tetrahedralnya, ikatan ini dapat terbentuk dalam berbagai variasi sudut [12].

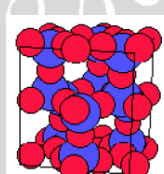


**Gambar 2.4** Struktur padatan silikon dioksida

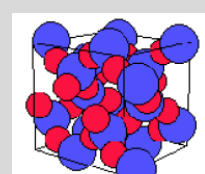
Sudut yang terbentuk memungkinkan terbentuknya struktur kristalin yang berbeda-beda pada silikon dioksida dan dapat dengan mudah membentuk struktur amorfous. Beberapa bentuk kristalin dari silikon dioksida disajikan pada Gambar 2.5 :



Kristobalit



Tridimit



Kuarsa

**Gambar 2.5** Bentuk-bentuk unit kristal  $\text{SiO}_2$  [12]

### 2.3 Ekstraksi Menggunakan Sistem Kolom

Ekstraksi adalah kegiatan penarikan kandungan kimia yang dapat larut sehingga terpisah dari bahan yang tidak dapat larut dengan menggunakan pelarut tertentu.

Kromatografi merupakan pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kelarutan komponen dalam pelarut yang berbeda dengan distribusi 2 fasa yaitu fasa diam dan fasa gerak. Fase diam akan menahan komponen campuran sedangkan fasa gerak akan melarutkan zat komponen campuran [13,15].

Ekstraksi silika umumnya dilakukan dengan menambahkan larutan basa seperti larutan NaOH terhadap sampel sehingga diperoleh larutan silikatnya. Silika akan larut dengan penambahan NaOH 5M pada kondisi suhu 85 °C dan akan meningkat kelarutannya seiring bertambahnya konsentrasi pelarut [14]. Alur pemisahan menggunakan metode kromatografi disajikan pada Gambar 2.6.



**Gambar 2.6** Alur teknik pemisahan secara kromatografi [15]

Salah satu metode kromatografi yaitu kromatografi kolom. Kromatografi kolom bertujuan untuk purifikasi dan isolasi komponen dari suatu campurannya [16]. Pada kromatografi kolom, campuran yang akan dipisahkan diletakkan pada bagian atas kolom penyerap yang berada dalam tabung kaca, tabung logam, atau bahkan tabung plastik. Solven atau pelarut (fasa gerak) dibiarkan mengalir melalui kolom karena aliran yang disebabkan oleh gaya berat atau didorong dengan tekanan. Senyawa yang larut akan bergerak melalui kolom dengan laju alir yang berbeda, kemudian akan memisah dan dikumpulkan dalam bentuk fraksi ketika keluar dari dasar kolom [16].

Pemisahan suatu komponen dari campurannya maka digunakan ekstraktan. Hal yang perlu diperhatikan dalam menentukan ekstraktan/pelarut yaitu kemampuan untuk memisahkan komponen dalam persentase tinggi dengan penggunaan sedikit solven [17].

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses ekstraksi yaitu konsentrasi pereaksi, waktu ekstraksi, ukuran partikel, temperatur,

laju ekstraksi, pemisahan komponen dari padatan terlarut [18]. Untuk mendapatkan proses ekstraksi silika optimum, pengaruh kenaikan konsentrasi larutan basa akan memperbesar kelarutan silika sesuai dengan jumlah kandungan silika dalam sumbernya [18].

Untuk memisahkan ion logam dalam jumlah besar dapat digunakan proses ekstraksi dengan metode kolom. Metode ini digunakan untuk meneliti pemisahan ion logam dengan sistem laju alir [17]. Keunggulan sistem kolom adalah lebih efisien dalam penggunaan ekstraktan dan memperkecil larutan yang dibuang, prosesnya sederhana sehingga dapat diaplikasikan pada berbagai macam teknik analisa kimia analitik [19].

## 2.4 Analisa Kuantitatif Gravimetri

Analisis gravimetri adalah suatu bentuk analisis kuantitatif yang berupa penimbangan, yaitu suatu proses pemisahan dan penimbangan suatu komponen dalam suatu zat dengan jumlah tertentu dan dalam keadaan sempurna mungkin. Penimbangan disini merupakan penimbangan hasil reaksi setelah zat yang dianalisis direaksikan. Hasil reaksi dapat berupa sisa bahan atau suatu gas yang terjadi atau suatu endapan yang terbentuk dari bahan yang dianalisis [21].

Prinsip dasar dalam analisa gravimetri adalah sebagai berikut [21] :

1. Metode gravimetri untuk analisa kuantitatif didasarkan pada stoikiometri reaksi pengendapan.
2. Secara umum dinyatakan dengan persamaan :  $aA + pP \rightarrow AaPp$ .
3. 'a' adalah koefisien reaksi setara dari reaktan analit (A), 'p' adalah koefisien reaksi setara dari reaktan pengendap (P) dan AaPp adalah rumus molekul dari zat kimia hasil reaksi yang tergolong sulit larut (mengendap) yang dapat ditentukan beratnya dengan tepat setelah proses pencucian dan pengeringan.
4. Penambahan reaktan pengendap P umumnya dilakukan secara berlebih agar dicapai proses pengendapan yang sempurna.
5. Agar penetapan kuantitas analit dalam metode gravimetri mencapai hasil yang mendekati nilai sebenarnya, harus dipenuhi 2 kriterianya :

1. Proses pemisahan atau pengendapan analit dari komponen lainnya berlangsung sempurna.
2. Endapan analit yang dihasilkan diketahui dengan tepat komposisinya dan memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, tidak bercampur dengan zat pengotor.

Analisis gravimetri dapat berlangsung baik, jika persyaratan berikut dapat terpenuhi [21] :

1. Komponen yang ditentukan harus dapat mengendap secara sempurna (sisa analit yang tertinggal dalam larutan harus cukup kecil, sehingga dapat diabaikan), endapan yang dihasilkan stabil dan sukar larut.
2. Endapan yang terbentuk harus dapat dipisahkan dengan mudah dari larutan (melalui penyaringan).
3. Endapan yang ditimbang harus mempunyai susunan stoikiometrik tertentu (dapat diubah menjadi sistem senyawa tertentu) dan harus bersifat murni atau dapat dimurnikan lebih lanjut.

Perhitungan dalam analisis gravimetri adalah sebagai berikut :

$$\%A = \frac{\text{berat}A}{\text{beratsampel}} * 100\%$$

$$\text{Faktor Gravimetri} = \frac{\text{berat}A * \text{Ar atau Mr yang dicari}}{\text{Mr endapan yang ditimbang}}$$

$$\text{Berat A} = \text{berat P} \times \text{faktor gravimetri}$$

$$\text{Maka : \%A} = \frac{\text{berat}P * \text{faktor gravimetri}}{\text{beratsampel}} \times 100\%$$

Dimana :

A : analit

P : endapan



Keuntungan dari metode gravimetri [21]:

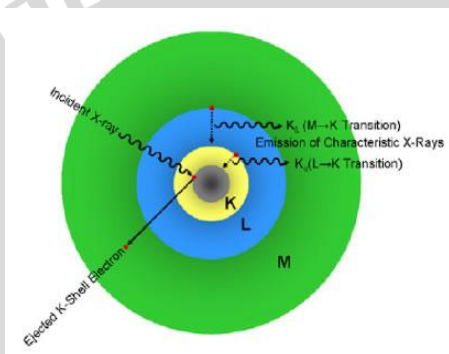
1. Waktu yang diperlukan untuk analisa gravimetri menguntungkan karena tidak memerlukan kalibrasi atau standarisasi. Waktu yang diperlukan dibedakan menjadi 2 macam yaitu waktu total dan waktu kerja.
2. Kepekaan analisa gravimetri, lebih ditentukan oleh kesulitan untuk memisahkan endapan yang hanya sedikit dari larutan yang cukup besar volumenya.
3. Ketepatan analisa gravimetri, untuk bahan tunggal dengan kadar lebih dari 100% jarang dapat ditandingi perolehannya.
4. Kekhususan cara gravimetri, pereaksi gravimetri yang khas (spesifik) bahkan hampir semua selektif dalam arti mengendapkan sekelompok ion A.

## **2.5. Spektrofotometri X-Ray Fluoresensi (XRF)**

Spektroskopi XRF merupakan alat yang digunakan di berbagai masalah analisis non-destruktif untuk identifikasi serta penentuan konsentrasi elemen yang ada pada padatan, bubuk ataupun sample cair. XRF mampu mengukur elemen dari berilium (Be) hingga Uranium pada level *trace elemen*, bahkan dibawah level ppm. Secara umum, spektrometer XRF mengukur panjang gelombang komponen material secara individu dari emisi flourosensi yang dihasilkan sampel saat diradiasi dengan sinar-X [22]. Unsur – unsur mayor, minor, dan *trace* dapat ditentukan secara kualitatif dan kuantitatif dalam berbagai macam sampel seperti logam, campuran, gelas, semen, mineral batuan, bijih, polimer seperti material lingkungan maupun biologi. XRF dapat menganalisis sampel tanpa perlakuan, akan tetapi untuk mendapatkan hasil yang lebih baik maka sampel dilakukan persiapan terlebih dahulu. Perlakuan ini meliputi membersihkan dan mensterilkan sample seperti logam maupun suatu campuran, menghaluskan dan proses pembuatan pellet dengan ataupun tanpa bahan pengikat [23].

Apabila terjadi eksitasi sinar-X primer yang berasal dari tabung sinar X atau sumber radioaktif mengenai sampel, sinar-X dapat diabsorpsi atau dihamburkan oleh material. Proses dimana sinar-X diabsorpsi oleh atom dengan mentransfer energinya pada elektron yang terdapat pada kulit yang lebih dalam disebut efek fotolistrik. Selama proses ini, bila sinar-X primer memiliki cukup energi, elektron pindah dari kulit yang di dalam menimbulkan kekosongan. Kekosongan ini menghasilkan keadaan atom yang tidak

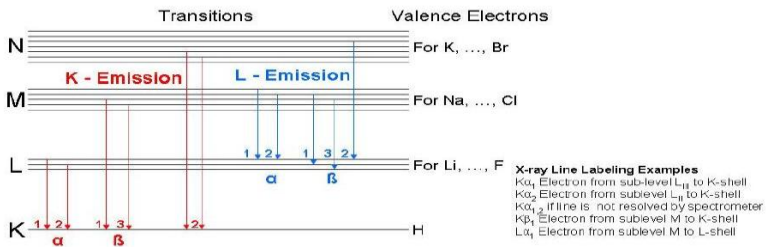
stabil. Apabila atom kembali pada keadaan stabil, elektron dari kulit luar pindah ke kulit yang lebih dalam dan proses ini menghasilkan energi sinar-X yang tertentu dan berbeda antara dua energi ikatan pada kulit tersebut. Emisi sinar-X dihasilkan dari proses yang disebut X Ray Fluorescence (XRF). Proses deteksi dan analisa emisi sinar-X disebut analisa XRF. Pada umumnya kulit K dan L terlibat pada deteksi XRF. Sehingga sering terdapat istilah  $K_{\alpha}$  dan  $K_{\beta}$  serta  $L_{\alpha}$  dan  $L_{\beta}$  pada XRF. Jenis spektrum X ray dari sampel yang diradiasi akan menggambarkan puncak-puncak pada intensitas yang berbeda [24].



**Gambar 2.7** Prinsip spektroskopi fluoresensi sinar-X [24].

Pada prinsipnya spektroskopi XRF dijelaskan pada gambar diatas dimana inti pada kulit elektron dieksitasi oleh sinar foton didalam wilayah sinar-X. Selama proses eksitasi berlangsung, elektron berpindah dari energi yang lebih tinggi untuk memenuhi ruang kosong saat diinjeksikan. Perbedaan energi diantara dua inti sel muncul sebagai sinar-X yang diemisikan oleh atom. Spektrum sinar-X dapat ditampakkan pada puncak karakterisasi. Energi pada puncak digunakan untuk identifikasi suatu unsur yang terdapat pada sampel [25]. Apabila elektron dari suatu kulit atom bagian dalam dilepaskan, maka elektron pada bagian kulit luar akan berpindah pada kulit yang ditinggalkan tadi menghasilkan sinar-X dengan panjang gelombang yang karakteristik bagi unsur tersebut [26].



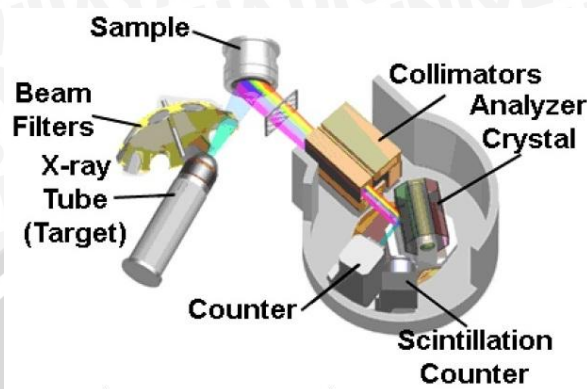


**Gambar 2.8** Transisi floouressensi sinar X [25]

Pada teknik XRF, kita menggunakan sinar-X dari tabung pembangkit sinar-X untuk mengeluarkan elektron dari kulit bagian dalam untuk menghasilkan sinar-X baru dari sampel yang dianalisis. Intensitas dari sinar-X karakteristik dengan unsur yang dianalisis, sebanding dengan jumlah konsentrasi atom di dalam sampel sehingga dapat dibandingkan intensitasnya dengan suatu standart yang diketahui konsentrasinya sehingga konsentrasi unsur dalam sampel bisa ditentukan [26].

Keuntungan analisis menggunakan spektrofotometri X-Ray Floouressensi antara lain [23] :

1. Keakuratan analisis lebih kompetitif dibandingkan spektrofotometri serapan atom, ICPS dan NAA.
2. Tidak merusak susunan elemen yang dianalisis
3. Dapat digunakan menganalisa beberapa element dalam satu sample seperti elemen mayor (Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, dan P) maupun trace elemen (>1 ppm; Ba, Ce, Co, Ga, La, Nb, Ni, Rb, Sc, Sr, Rh, U, V, Y, Zr, dan Zn)
4. Proses analisis sangat cepat
5. Membutuhkan sedikit sample
6. Tanpa memerlukan adanya standart



**Gambar 2.9** Susunan Spektrofotometri X-Ray Fluoresensi [25]

Spektrofotometer XRF terdiri dari tabung pembangkit sinar-X yang mampu mengeluarkan elektron dari semua jenis unsur yang sedang diteliti. Sinar-X ini yang dihasilkan harus memiliki energi yang sangat tinggi, sehingga anoda target dalam tabung pembangkit harus berupa unsur Cr, Mo, W, atau Au. Sinar-X yang dihasilkan ini, kemudian dilewatkan melalui suatu kolimator untuk menghasilkan berkas sinar yang koheren. Berkas sinar ini kemudian didifraksikan oleh kisi-kisi kristal yang diketahui nilai  $d$ -nya. Dengan menggunakan persamaan Bragg ( $n\lambda = 2d\sin\theta$ ), sudut  $\theta$  dapat ditentukan dari sinar-X yang telah diketahui panjang gelombangnya. Kemudian kristal dan detektor diatur untuk mendifraksi hanya panjang gelombang tertentu. Intensitas sinar-X karakteristik untuk setiap unsur yang sedang diselidiki ditentukan dengan cara merotasikan kristal dan detektor pada sudut  $\theta$  yang dibutuhkan untuk mendifraksi panjang gelombang karakteristik tersebut. Intensitas sinar-X kemudian diukur untuk setiap unsur dan setiap unsur pada standart yang telah diketahui konsentrasinya [26].

## 2.6 Hipotesis

Hipotesis dari penelitian ini yaitu silika dapat di ekstraksi dari lumpur Sidoarjo dengan sistem laju alir (kontinyu) menggunakan pelarut KOH.

Hasil ekstraksi silika dipengaruhi oleh konsentrasi KOH dan laju alir ekstraksi.

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

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

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Brawijaya dari bulan Oktober 2012 sampai Januari 2013.

#### **3.2. Bahan Penelitian**

Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah lumpur Sidoarjo yang diperoleh dari daerah Siring, Sidoarjo. Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini antara lain KOH teknis, HCl (37 %,  $\rho = 1,19 \text{ g/mL}$ ), dan akuades.

#### **3.3. Alat Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain tabung suntik, selang infus, cawan stainless, oven Fischer Scientific 655 F, neraca Mettler AE 50, pH meter (InoLab), corong pisah, mortar, desikator, botol semprot, bola hisap, kertas saring, ayakan berukuran 150 mesh, spatula, stirrer, motor *rotary*, botol sampel dan spektrofotometer XRF (X-Ray Fluoresensi).

#### **3.4. Tahapan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu:

1. Preparasi sampel lumpur Sidoarjo
2. Penentuan kadar silika awal dalam lumpur Sidoarjo
3. Preparasi larutan
4. Penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak menggunakan metode kopresipitasi secara kontinu
5. Penentuan pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstrak menggunakan metode kopresipitasi secara kontinu
6. Pemurnian silika dari kalium klorida
7. Karakterisasi silika menggunakan gravimetri dan XRF
8. Analisa data

### **3.5. Prosedur Penelitian**

#### **3.5.1. Preparasi sampel lumpur Sidoarjo**

Lumpur Sidoarjo direndam pada larutan HCl 2 M selama 12 jam kemudian dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan pada suhu 100-110 °C sampai kering. Lumpur kering dihaluskan menggunakan mortar lalu diayak menggunakan ayakan 150 mesh. Sampel kering tersebut digunakan sebagai sampel proses ekstraksi lebih lanjut.

#### **3.5.2. Penentuan komponen awal di dalam sampel lumpur Sidoarjo**

Penentuan kadar silika yang terkandung dalam sampel lumpur Sidoarjo diuji menggunakan spektrofotometri XRF (X-Ray Fluoresesensi).

#### **3.5.3. Preparasi larutan**

Larutan yang disiapkan dalam penelitian ini adalah larutan KOH 1, 3, 5, 7 dan 10 M. Selain itu disiapkan larutan asam klorida 2 M dengan cara diambil larutan HCl 37% sebanyak 41,40 mL dan diencerkan sampai 1 L menggunakan akuades.

#### **3.5.4. Penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak**

Massa sampel lumpur Sidoarjo yang dimasukkan ke dalam reaktor adalah 5 g. Sebanyak 50 mL larutan KOH dengan konsentrasi 1 M dimasukkan dalam tabung pelarut dan dialirkan ke dalam reaktor ekstraksi dengan laju alir 2 mL/menit dimana reaktor ekstraksi dipanaskan dalam temperatur 90 °C. Ekstraktan yang diperoleh berupa filtrat (larutan) yang kemudian direaksikan dengan asam klorida 2 M sampai pH 4. Endapan dan filtratnya yang dihasilkan kemudian dipisahkan dengan penyaringan menggunakan kertas saring. Endapan yang diperoleh dikeringkan dengan temperatur 90 °C sampai kering dan dianalisa kadarnya menggunakan metode gravimetri. Perlakuan ini dilakukan dengan percobaan yang sama untuk konsentrasi 3, 5, 7, dan 10 M. Dari hasil perlakuan di atas maka akan diperoleh konsentrasi KOH yang dapat mengekstraksi silika paling banyak, kemudian konsentrasi KOH tersebut digunakan untuk menentukan laju alir optimum KOH.



### **3.5.5. Penentuan pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstrak**

Massa sampel lumpur Sidoarjo yang dimasukkan ke dalam reaktor adalah 5 g. Sebanyak 50 mL larutan KOH dengan konsentrasi terbaik yang didapatkan pada perlakuan sebelumnya dimasukkan dalam tabung pelarut dan dialirkan ke dalam reaktor ekstraksi dengan laju alir 4 mL/menit dan 6 mL/menit dimana reaktor ekstraksi dipanaskan dalam temperatur 90 °C. Ekstraktan yang diperoleh berupa filtrat (larutan) dan direaksikan dengan asam klorida 2 M sampai pH 4. Endapan dan filtratnya dipisahkan dengan penyaringan menggunakan kertas saring kemudian endapan yang diperoleh dikeringkan dengan temperatur 90 °C sampai kering dan dianalisa kadarnya menggunakan metode gravimetri.

### **3.5.6. Pemurnian silika**

Massa hasil ekstrak sebanyak 0.500 g dimasukkan kedalam beaker glass yang berisi akuades 50 mL dan diaduk menggunakan stirrer selama 20 menit. Kemudian endapan dipisahkan dari filtratnya menggunakan kertas saring dan dikeringkan. Endapan yang diperoleh ditimbang menggunakan metode gravimetri.

### **3.5.7. Karakterisasi silika yang di peroleh**

Silika yang diperoleh dari ekstraksi menggunakan metode kopresipitasi secara kontinyu dianalisa kadarnya menggunakan metode gravimetri dan XRF.

### **3.5.8. Analisis data**

#### **3.5.8.1. Penentuan jumlah silika terekstraksi**

Jumlah silika terekstraksi dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ Silika} = \frac{\text{massa akhir}}{\text{massa sample awal}} \times 100\% \quad (3.1)$$

#### **3.5.8.2. Uji statistik**

Data yang diperoleh dianalisis menggunakan uji ANOVA untuk mengetahui pengaruh setiap perlakuan dengan uji F pada tingkat kepercayaan 1%. Jika ada perbedaan, maka dilanjutkan dengan uji Beda Nyata Terkecil (BNT).

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Logam silikon dalam tidak terdapat dalam bentuk murninya namun dapat ditemukan dalam bentuk oksidanya membentuk silika. Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi silika menggunakan sampel lumpur Sidoarjo dengan kalium hidroksida (KOH) sebagai pelarutnya. Penelitian ini menggunakan alat berbahan dasar plastik yang terdiri dari tabung suntik sebagai tabung pelarut KOH yang dihubungkan dengan selang infus sebagai tempat mengalirnya pelarut KOH dan cawan stainless sebagai reaktor berisi fasa padat lumpur Sidoarjo yang akan dilakukan proses ekstraksi. Proses ekstraksi dilakukan secara berkelanjutan dimana larutan KOH dialirkan dengan laju alir tertentu ke dalam fasa padat lumpur Sidoarjo. KOH akan mengekstrak silika menghasilkan larutan kalium silikat. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Suka [27], Untuk mendapatkan endapan silika, hasil ekstraksi yang didapatkan dikondisikan pada pH 4 dan dilakukan pemurnian.

#### **4.1. Penentuan Konsentrasi Awal Silika pada Lumpur Sidoarjo Menggunakan Spektrofotometri X-Ray Fluoresensi**

Sebelum dilakukan pengujian XRF, sampel lumpur Sidoarjo perlu direndam dalam HCl 2 M selama 12 jam agar impuritas-impuritas selain silika tereduksi sehingga didapatkan silika dengan kemurnian tinggi sebelum dilanjutkan dalam proses ekstraksi. Dalam hal ini silika tidak akan larut dalam larutan HCl (asam) karena silika lebih larut dalam kondisi basa.

Berdasarkan Tabel 4.1, senyawa silika merupakan mayor elemen dengan konsentrasi senyawa silika pada sampel lumpur Sidoarjo sebesar 46,7%. Hasil ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Aristianto [4] di Balai Besar Keramik Perindustrian Bandung yang menyebutkan bahwa, kandungan terbesar di dalam lumpur Sidoarjo adalah logam silikon dalam bentuk oksidanya. Dari tabel 4.1 juga terlihat kandungan besi dan aluminium yang cukup besar di dalam lumpur Sidoarjo yaitu masing-masing sebesar 24,5% dan 13%, jika dibandingkan dengan data dari penelitian yang dilakukan oleh Hanafi dan Hardjito [28,29], sampel ini memiliki komposisi yang berbeda. Hal ini dikarenakan belum adanya pelarut berbeda yang digunakan dalam menganalisa komposisi dari lumpur



Sidoarjo tersebut. Akan tetapi secara umum terbukti bahwa lumpur Sidoarjo merupakan mineral yang kaya akan feldspar yaitu ditandai dengan adanya kandungan Fe dan Al yang tinggi. Sedangkan kandungan K, Ca, P, V, Cu, Cr<sub>2</sub>, Mn, Zn, dan Ni merupakan *trace* elemen di dalam lumpur Sidoarjo yang mudah larut dalam air, maka dengan dilakukannya proses pencucian menggunakan akuades garam-garam tersebut dapat larut.

**Tabel 4.1** Kandungan komponen pada sampel lumpur Sidoarjo menggunakan spektroskopi X-Ray Fluoresensi

Nama elemen	Kadar (%)
Si	46,7
Fe	24,5
Al	13
K	5,57
Ca	4,18
P	1,8
V	0,17
Cu	0,17
Cr	0,13
Mn	0,1
Zn	0,06
Ni	0,08

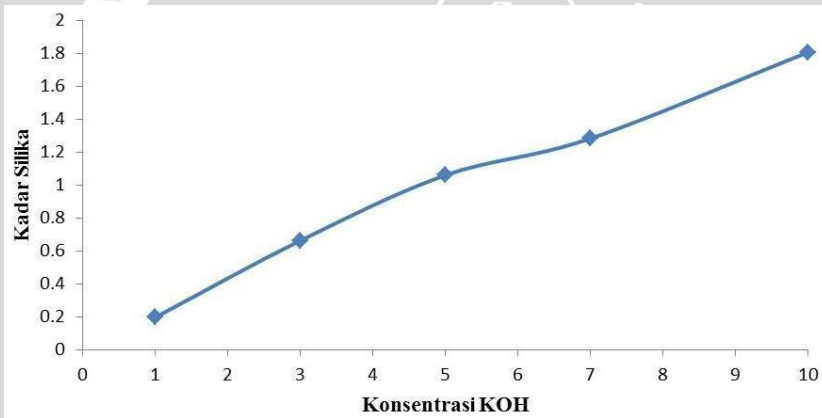
#### 4.2. Pengaruh Konsentrasi KOH terhadap Silika yang Terekstrak

Untuk penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika hasil ekstraksi, larutan KOH dialirkan dengan laju alir 2 mL/menit kedalam reaktor berisi fasa padat sampel lumpur Sidoarjo. Larutan KOH akan mengekstrak silika membentuk larutan kalium silikat. Untuk memperoleh endapan silikanya, maka larutan hasil ekstraksi yang didapatkan ditambahkan larutan HCl berlebih hingga pH 4 agar larutan kalium silikat yang kondisinya sangat basa sampai pH 14 menjadi kondisi asam karena silika mengendap pada kondisi asam. Besarnya konsentrasi KOH yang digunakan dalam penelitian ini berpengaruh terhadap hasil ekstraksi silika yang didapatkan. Silika dalam kondisi basa KOH akan terlarut menjadi ion silika kemudian membentuk ikatan ionik dengan ion kalium membentuk kalium silikat. Semakin banyak jumlah ion K<sup>+</sup> yang terdapat pada pelarut

yang digunakan, maka akan semakin besar ion silika yang berikatan membentuk kalium silikat berwarna kuning. Dari penelitian diperoleh hasil seperti Tabel 4.2

**Tabel 4.2** Silika yang terekstrak dengan berbagai konsentrasi KOH

NO.	Konsentrasi KOH (M)	Kadar Silika (g)			Rendemen (%)
		I	II	Rata-rata	
1	1	0,1956	0,1945	0,19505	3,901
2	3	0,6582	0,6631	0,66115	13,223
3	5	1,0589	1,0580	1,05845	21,169
4	7	1,2809	1,2824	1,28165	25,633
5	10	1,7970	1,8134	1,8052	36,104



**Gambar 4.1** Silika yang terekstrak pada berbagai konsentrasi KOH

Gambar 4.1 merupakan kurva hubungan antara konsentrasi KOH terhadap kadar silika yang diperoleh. Kadar silika ini diperoleh dari massa endapan kering hasil ekstraksi. Dari data pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa kadar silika yang diperoleh terjadi peningkatan seiring dengan bertambahnya konsentrasi KOH yang digunakan. Kadar silika terbesar pada penelitian ini didapatkan pada konsentrasi KOH 10 M sebesar 36,104% dengan rata-rata massa silika 1,8052 g. Rendemen silika yang diperoleh dari massa sampel 5 g. Berdasarkan uji F yang dilakukan diketahui bahwa setiap variasi konsentrasi KOH tidak berbeda nyata yang ditunjukkan dengan  $F_{hitung} = - 6228,3 < F_{tabel}(1\%) = 5,99$  maka, untuk

mendapatkan silika yang optimal digunakan KOH dengan konsentrasi 10 M (Tabel L – 3. 1.2). Pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi KOH yang digunakan, maka jumlah silika yang terekstrak semakin besar. Bertambahnya konsentrasi KOH, maka silika yang terikat dengan ion K<sup>+</sup> semakin besar karena ion K<sup>+</sup> dalam larutan KOH semakin banyak. Selain dari pengaruh konsentrasi pelarut yang digunakan, hasil silika yang terekstrak juga dipengaruhi oleh temperatur, saat ekstraksi tanpa perlakuan temperatur diperoleh endapan yang lebih sedikit dibandingkan dengan perlakuan temperatur, dimana ketika dilakukan ekstraksi menggunakan pelarut KOH 5 M tanpa perlakuan temperatur hanya diperoleh endapan sebanyak 0,11 g sedangkan ketika melibatkan perlakuan temperatur diperoleh endapan sebanyak 1,0584 g. Mekanisme reaksi pembentukan kalium silikat tersaji pada persamaan 4.1 :



Pengkondisian asam hingga pH 4 pada filtrat hasil ekstraksi untuk pembentukan endapan silika dengan penambahan HCl 2 M sedikit demi sedikit mengakibatkan terjadinya perubahan warna larutan menjadi putih keruh. Perubahan warna ini disebabkan terbentuknya endapan-endapan Si(OH)<sub>4</sub> dan KCl yang berukuran sangat kecil didalam larutan. Pemilihan nilai pH ini berdasarkan pada sifat silika yang tidak larut dalam media asam sehingga diharapkan pada suasana ini pengendapan silika berlangsung optimal. Mekanisme reaksi dalam proses pembentukan endapan tersaji pada persamaan 4.2 dan 4.3 :



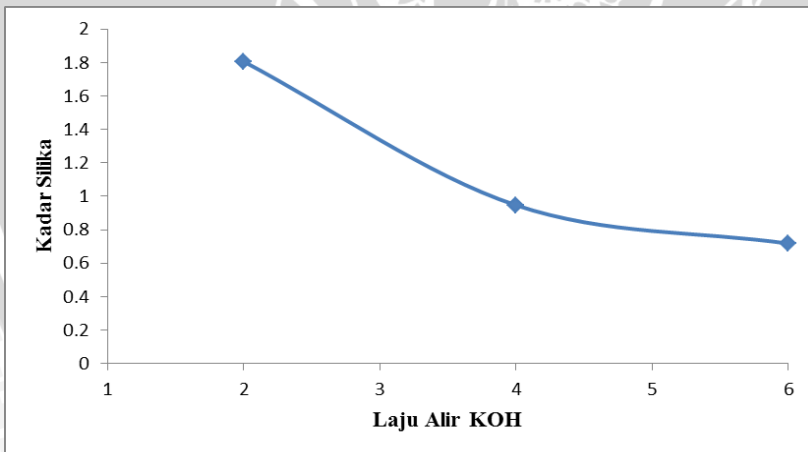
### **4.3. Pengaruh Laju Alir ekstraksi terhadap Silika yang terekstrak**

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh laju alir ekstraksi terhadap kadar silika yang diperoleh pada variasi laju alir 2, 4, dan 6 mL/menit menggunakan pelarut KOH dengan konsentrasi yang dapat mengekstrak silika paling banyak. Perlakuan untuk menentukan pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang diperoleh sama dengan perlakuan pada penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak. Hasil penelitian disajikan pada Table 4.3 dan Gambar 4.2.

Berdasarkan Tabel 4.3 dan Gambar 4.2 diketahui bahwa laju alir KOH berpengaruh pada hasil silika yang diperoleh. Pada penentuan laju alir digunakan konsentrasi KOH 10 M. Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin kecil laju alir, silika yang diperoleh semakin meningkat karena semakin kecil laju alir maka semakin lama waktu kontak antara pelarut KOH dengan fasa padat sampel lumpur Sidoarjo dan semakin besar luas permukaan sampel yang dapat dijangkau sehingga semakin besar kesempatan ion  $K^+$  untuk mengikat jumlah  $SiO_2$  yang lebih banyak. Pada penelitian ini diperoleh laju alir terbaik untuk mendapatkan silika paling banyak sebesar 2 mL/menit dengan rendemen silika terekstrak sebesar 36,10% dan rata-rata massa silika yang diperoleh sebesar 1,8052 g.

**Tabel 4.3** Silika yang terekstrak dengan berbagai laju alir KOH

NO.	Laju Alir KOH (mL/min)	Kadar Silika (g)			Rendemen (%)
		I	II	Rata-Rata	
1	2	1,7970	1,8052	1,8052	36,10
2	4	0,9212	0,9715	0,94635	18,93
3	6	0,7029	0,7318	0,71735	14,35



**Gambar 4.2** Silika yang terekstrak dengan berbagai laju alir KOH

Berdasarkan uji F yang dilakukan diketahui bahwa  $F_{hitung} = 768,551 < F_{tabel}(1\%) = 10,92$  diketahui bahwa laju alir KOH berpengaruh pada jumlah silika yang terekstraksi. Selanjutnya

dilakukan uji BNT pada taraf 1% diketahui bahwasetiap variasi laju alir KOH tidak berbeda nyata dan didapatkan laju alir terbaik untuk mendapatkan silika paling banyak adalah 2 mL/menit (Tabel L – 3. 1.2).

#### 4.4. Karakterisasi Kemurnian Silika Hasil Ekstraksi Menggunakan Spektrofotometri XRF

Sebelum dilakukan proses pemurnian, endapan silika yang diperoleh masih mengandung garam KCl yang cukup besar, namun garam ini dapat dihilangkan dengan pencucian menggunakan akuades sehingga garam KCl akan larut membentuk ion  $K^+$  dan  $Cl^-$  didalam air sedangkan silika tidak larut karena sulit untuk memecah ikatan kovalen yang besar antara silikon dan oksigen pada senyawa silika, sehingga tidak larut dalam larutan netral. Adanya endapan KCl ini disebabkan oleh penggunaan larutan HCl yang berlebih. Hal ini dapat dijelaskan dengan mekanisme pada persamaan 4.3 dan 4.4:



Setelah proses pemurnian, kemudian dilakukan analisa menggunakan spektrofotometer XRF, maka didapatkan hasil yang tersaji pada Tabel 4.4

**Tabel 4.4** Tingkat Kemurnian Silika Yang Terekstrak

Nama elemen	Kadar (% berat)
Si	98,9
P	0,14
V	0,03
Mn	0,067
Fe	0,512
Cu	0,17
Ba	0,06

Berdasarkan Tabel 4.4 menunjukkan bahwa kemurnian silika yang diperoleh sangat tinggi yaitu sebesar 98,9% walaupun masih terdapat kandungan Fe, P, V, Mn, Cu, dan Ba. Hal ini dikarenakan unsur-unsur tersebut masih terjebak di dalam permukaan silika. Ini sesuai dengan pernyataan Iler [30] bahwa ion *trace element* akan diserap kedalam permukaan silika dan terjebak didalamnya selama proses pembentukan larutan silikat.



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1. Kesimpulan**

Berdasarkan hasil dan pembahasan yang telah disampaikan dapat disimpulkan bahwa :

1. Konsentrasi KOH berpengaruh terhadap silika yang terekstrak dari lumpur Sidoarjo menggunakan sistem kontinyu. Semakin besar konsentrasi KOH, maka jumlah silika yang terekstrak semakin besar. Konsentrasi terbaik untuk mendapatkan silika optimal pada penelitian ini sebesar 10 M dengan kadar silika yang diperoleh sebesar 36,10% dan kemurnian silika terekstrak sebesar 98,81%
2. Laju alir KOH berpengaruh terhadap silika yang terekstrak dari lumpur Sidoarjo menggunakan sistem kontinyu. Semakin kecil laju alir, maka jumlah silika yang diperoleh semakin besar karena adanya lama kontak yang cukup bagi ion  $K^+$  untuk mengikat  $SiO_2$  dalam jumlah yang banyak. Laju alir KOH terbaik untuk mendapatkan silika optimal pada penelitian ini sebesar 2 mL/menit dengan kadar silika yang diperoleh sebesar 36,10% dan kemurnian silika terekstrak sebesar 98,81%

#### **5.2. Saran**

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pelarut yang digunakan dalam pembentukan endapan silika yang lebih murni dengan menggunakan asam sulfat agar kalium silikat yang terbentuk tidak bereaksi dengan ion  $Cl^-$  membentuk endapan kalium klorida saat menggunakan asam klorida.

## DAFTAR PUSTAKA

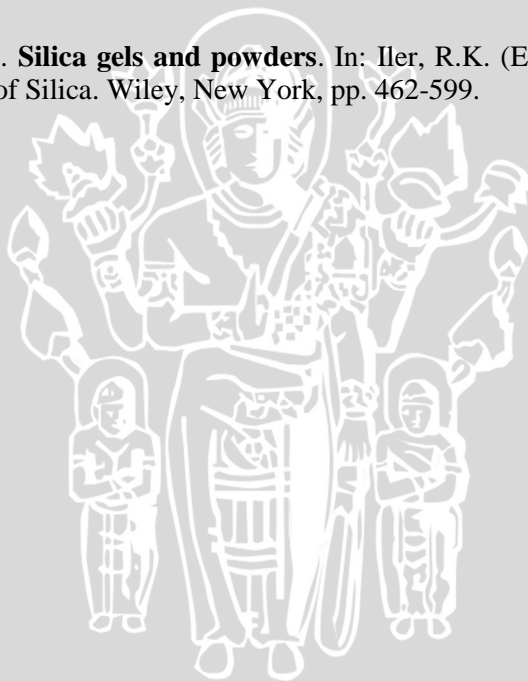
- [1] Anonimous, 2012, **Pemanfaatan Lumpur Lapindo**, <http://www.chemicool.com/lumpurlapindo.>, diakses tanggal 12 september 2012
- [2] Tanty, 2011, **Unsur Kimia IV A Silikon (Si)**, <http://id.shvoong.com/exactsciences/chemistry>, diakses tanggal 12 september 2012
- [3] Timnas PSLs, 2006, **Penanggulangan Semburan Lumpur Sidoarjo**, Media Center Lusi, Edisi VIII, Nopember 2006.
- [4] Aristianto, 2006. **Pemeriksaan Pendahuluan Lumpur Panas Lapindo Sidoarjo**. Tidak diterbitkan, Balai Besar Keramik Departemen Perindustrian, Bandung
- [5] Rudy, Gunradi dan S.S. Joko, 2007, **Penelitian Endapan Lumpur Di Daerah Porong Kabupaten Sidoarjo Provinsi Jawa Timur**, Proceeding Pemaparan Hasil Kegiatan Lapangan Dan Non Lapangan Tahun 2007 Pusat Sumber Daya Geologi, Kabupaten Sidoarjo.
- [6] Nittaya, T. dan Apinon N., 2008, **Preparation of Nano Silica Powder From Rice Husk Ash by Precipitation Method**, Chiang Mai J. Sci., Vol. 35(1), pp. 206-211
- [7] Hadi S., Munasir, dan Triwikantoro, **Sintesis Silika Berbasis Pasir Alam Bancar Menggunakan Metode Kopersipitasi**, Tesis, Institute Teknologi Sepuluh November, Surabaya
- [8] Herawati, 2007, **Analisis Risiko Lingkungan Aliran Air Lumpur Lapindo Ke Badan Air (Studi Kasus Sungai Porong Dan Sungai Aloo - Kabupaten Sidoarjo)**, Tesis, Universitas Diponegoro Semarang

- [9] Gunradi dan Suprpto S. J., 2007, **Penelitian Endapan Lumpur Di Daerah Porong Kabupaten Sidoarjo Provinsi Jawa Timur**, Proceeding Pemaparan Hasil Kegiatan Lapangan Dan Non Lapangan Tahun 2007 Pusat Sumber Daya Geologi
- [10] Aspiyanto dan A. Susilowati, 2005, **Prosiding Seminar Nasional IV : Aplikasi Kimia dalam Pengelolaan Sumber Daya Alam dan Lingkungan**, Lembaga Peneliti Indonesia
- [11] Canham, G.R. and Overton, T., 2002, **Descriptive Inorganic Chemistry**, W. H. Freeman and Company, New York, 302
- [12] Shriver, D. and Atkins, P. W., 1999, **Inorganic Chemistry**, Third edition, W.H. Freeman and Company, New York, 365-366
- [13] Syukri, A.B, 1999, **Kimia Dasar II**, Jakarta, ITB
- [14] Rizain, 2009, **Pelarutan Aluminium Dan Silikon Berbagai Abu Layang Batu Bara Dari Empat PLTU Menggunakan Variasi Konsentrasi NaOH dan Temperatur**, Tesis, ITS
- [15] Novak, J. dan J. Janak, 1975, **Theoretical Aspect of Liquid Chromatography**, Elsevier Scientific Publishing Company, New York.
- [16] Gritter, R.J., James, M.B., and Arthur, E.S., 1985, **Introduction To Chromatography**, Holden-Day, Inc, Oukland.
- [17] Gardea-Torresdey, J.L., G. De la Rosa, dan J.R. Peralta-Videa, 2004, **Use of Phytofiltration Technologies in The Removal of Heavy Metal: A Review**, Chemistry Departement and Environmental Science and Engineering Ph.D. Program, University of Texas at El Paso, El Paso, USA, 76, pp. 801-813.

- [18] Siddique, N A dan Kurny, A S W, 2008, **Kinetics Of Leaching Of Alumina From Discarded High Alumina Refractory Bricks**, International Journal of Engineering & Technology IJET-IJENS, Vol: 10 No: 01
- [19] Christian and Gary D., 1994, **Analytical Chemistry. Fifth Edition**, University of Washington, John Wiley & Sons, USA.
- [20] Widiarto, S., 2009, **Gravimetri**, staff.unila.ac.id/gravimetri, diakses tanggal 12 september 2012
- [21] Vogel, 1990, **Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif**, Edisi ke lima, Diterjemahkan oleh Ir. L. Setiono dan Dr. A. Hadyana Pudjaatmaka, PT. Kalman Media Pustaka, Jakarta.
- [22] PAN alytical B.V., 2009, **X-ray Fluorescence Spectrometry**, <http://www.panalytical.com/x-ray-flourescence-spectrometry>, diakses tanggal 30 September 2009
- [23] Jenkins, and Ron, 1999, **X-Ray Fluorescence Spectrometry**, Second Edition, John Wiley & Sons. Inc
- [24] Gosseau, D., 2009, **Introduction to XRF Spectroscopy**, <http://users.skynet.be/>, diakses tanggal 30 September 2009
- [25] Van Grieken, Rene E, Markowicz, Andrzej A, 2002, **Handbook of X-Ray Spectrometry: Methods and Techniques**, Second Edition, Marcel Dekker, Inc. New York
- [26] Atmoyo, T. B., 2010, **X-ray Fluorescence (XRF) Spectrometry**, [www.scribd.com/analisa-dengan-XRF](http://www.scribd.com/analisa-dengan-XRF) , diakses tanggal 6 januari 2013, yogyakarta
- [27] Suka, I.G, W. Simanjuntak, S. Sembiring, dan E. Trisnawati, 2008, **Karakteristik Silika Sekam Padi Dari Provinsi**

**Lampung Yang Di Peroleh Dengan Metode Ekstraksi**, Jurnal MIPA, No. 1, Hal. 47 – 52, Universitas Lampung, Lampung

- [28] Hanafi, A.S. dan A. Nandang R., 2010, **Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu Terhadap Kekuatan Produk Keramik**, Jurnal Kimia Indonesia, Vol. 5(1), pp. 35-38.
- [29] Hardjito, D., S.E. Wallah dan B.V. Rangan, 2005, **Factors Influencing The Compressive Strength of Fly ash-Based Geopolymer Concrete**, Dimensi Teknik Sipil Universitas Petra Surabaya
- [30] Iler, R.K., 1979. **Silica gels and powders**. In: Iler, R.K. (Ed.), The Chemistry of Silica. Wiley, New York, pp. 462-599.





## LAMPIRAN

### LAMPIRAN 1. Preparasi Larutan

#### 1.1. Pembuatan larutan KOH 10 M

$$\begin{aligned}\text{Mol KOH} &= M \times V \\ &= 10 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} \\ &= 1 \text{ mol} \\ \text{Massa KOH} &= \text{mol} \times M_r \\ &= 1 \text{ mol} \times 56 \text{ g/mol} \\ &= 56 \text{ g}\end{aligned}$$

Sebanyak 560 g padatan KOH dilarutkan dengan sedikit akuades dan dimasukkan dalam labu takar 1 L. Kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

#### 1.2. Pembuatan larutan KOH 7 M

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 10 \text{ M} \times V_1 &= 7 \text{ M} \times 100 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{7 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{10 \text{ M}} \\ V_1 &= 70 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan KOH 7 M 100 mL, maka diambil larutan KOH 10 M sebanyak 70 mL menggunakan pipet volume kedalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan aquades dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dikocok sampai homogen.

#### 1.3. Pembuatan larutan KOH 5 M

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 7 \text{ M} \times V_1 &= 5 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \\ V_1 &= \frac{5 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{7 \text{ M}} \\ V_1 &= 71,4 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan KOH 5 M 100 mL, maka diambil larutan KOH 7 M sebanyak 71,4 mL kedalam *beaker glass*,

kemudian ditambahkan aquades dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dikocok sampai homogen.

#### 1.4. Pembuatan larutan KOH 3 M

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\5 \text{ M} \times V_1 &= 3 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{3\text{M} \times 100\text{mL}}{5\text{M}} \\V_1 &= 60 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan KOH 3 M 100 mL, maka diambil larutan KOH 5 M sebanyak 60 mL menggunakan pipet volume kedalam *beaker glass*, kemudian ditambahkan aquades dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dikocok sampai homogen.

#### 1.5. Pembuatan larutan KOH 1 M

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\3 \text{ M} \times V_1 &= 1 \text{ M} \times 50 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{1\text{M} \times 100\text{mL}}{3\text{M}} \\V_1 &= 33,3 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan KOH 1 M 100 mL, maka diambil larutan KOH 3 M sebanyak 33,3 mL kedalam beaker glass, kemudian ditambahkan aquades dan dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dikocok sampai homogen.

#### 1.6. Pembuatan larutan Asam Klorida 2 M

Untuk membuat larutan HCl 2 M sebanyak 250 mL dari larutan HCl 37% ;  $d = 1,19$  ;  $M_r = 36,46 \text{ g/mol}$

$$M \text{ HCl} = \frac{0,37 \times 1,19 \text{ g/mL} \times 1000 \text{ mL}}{36,46 \text{ g/mol}} = 12,076 \text{ M}$$

maka volume larutan HCl 37% yang harus diambil adalah sebanyak 41,40 mL.

$$V = \frac{250 \text{ mL} \times 2 \text{ M}}{12,076 \text{ M}} = 41,40 \text{ mL}$$

Kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen.

### 1.7. Perhitungan kadar silika

$$\text{massa Si} = \frac{\text{Ar Si}}{\text{MrSiO}_2} \times \text{massa yang dihasilkan}$$

$$\% \text{ Si} = \frac{\text{massa Akhir}}{\text{massa sampel awal}} \times 100\%$$

#### 1.7.1. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 1 M

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{0,19505 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 3,901 \text{ g} \end{aligned}$$

#### 1.7.2. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 3 M

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{0,66115 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 13,223\% \end{aligned}$$

#### 1.7.3. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 5M

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{1,05845 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 21,169\% \end{aligned}$$

#### 1.7.4. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 7 M

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{1,28165 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 25,633 \text{ g} \end{aligned}$$

**1.7.5. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan KOH 10 M**

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{1,8052 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 36,104\% \end{aligned}$$

**1.7.6. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan laju alir ekstraksi 2 mL/menit**

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{1,8052 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 36,104\% \end{aligned}$$

**1.7.7. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan laju alir ekstraksi 4 mL/menit**

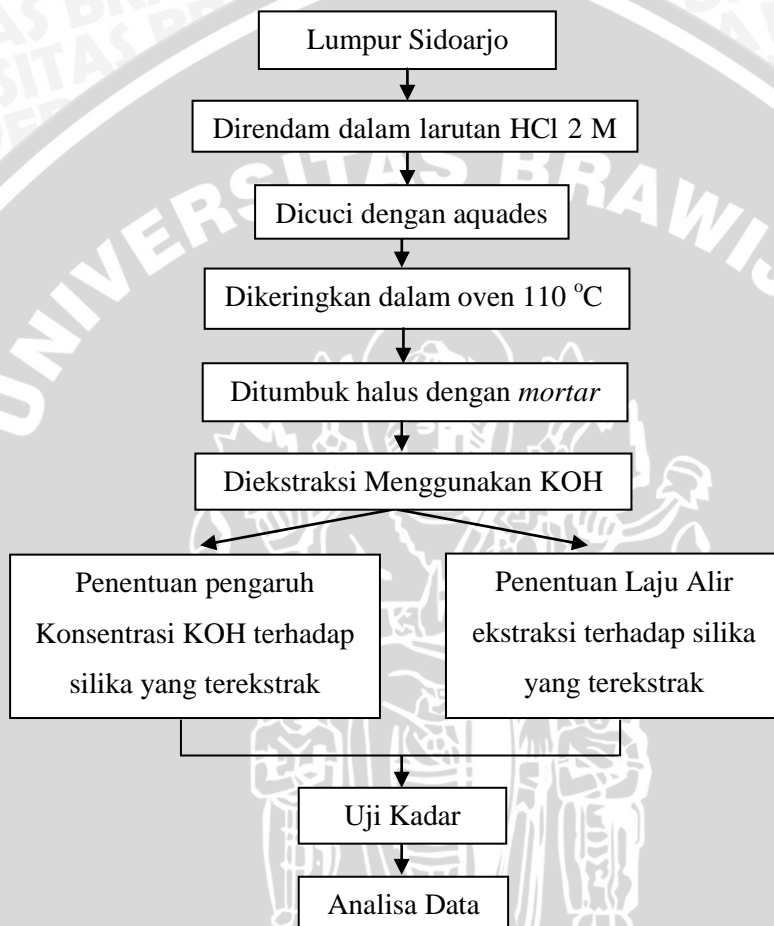
$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{0,94635 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 18,927\% \end{aligned}$$

**1.7.8. Kadar silika dengan ekstraksi menggunakan laju alir ekstraksi 6 mL/menit**

$$\begin{aligned} \% \text{ Si} &= \frac{0,71735 \text{ g}}{5 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 14,347\% \end{aligned}$$

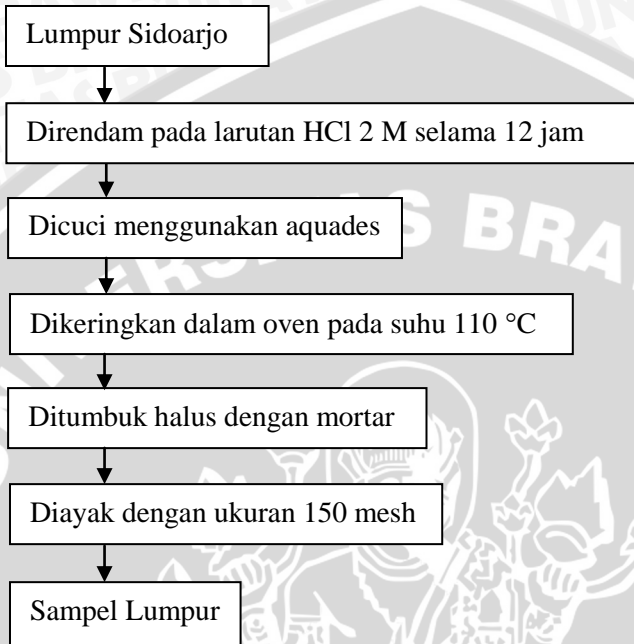
## LAMPIRAN 2. Diagram Alir Penelitian

### 2.1. Diagram alir tahapan penelitian

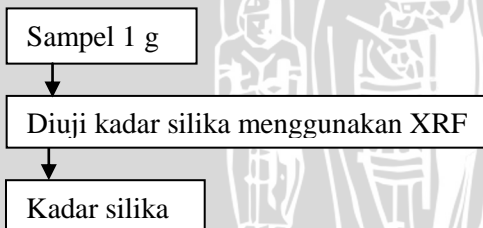




## 2.2. Preparasi sampel

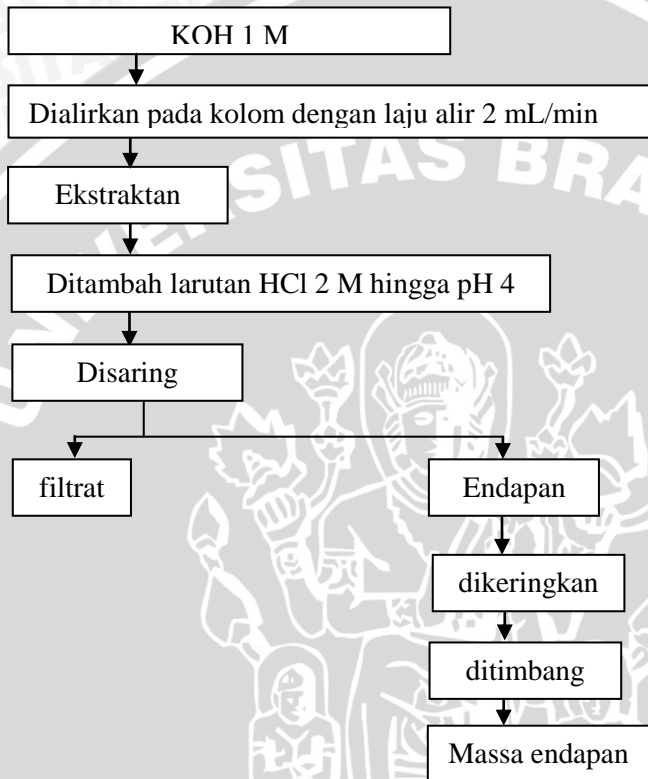


## 2.3. Penentuan kadar silika awal pada lumpur Sidoarjo

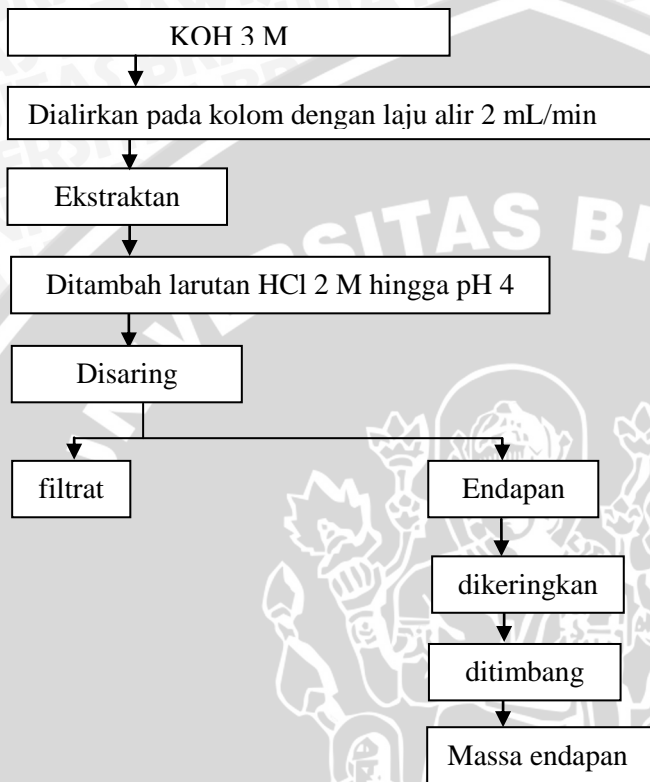


## 2.4. Penentuan pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak

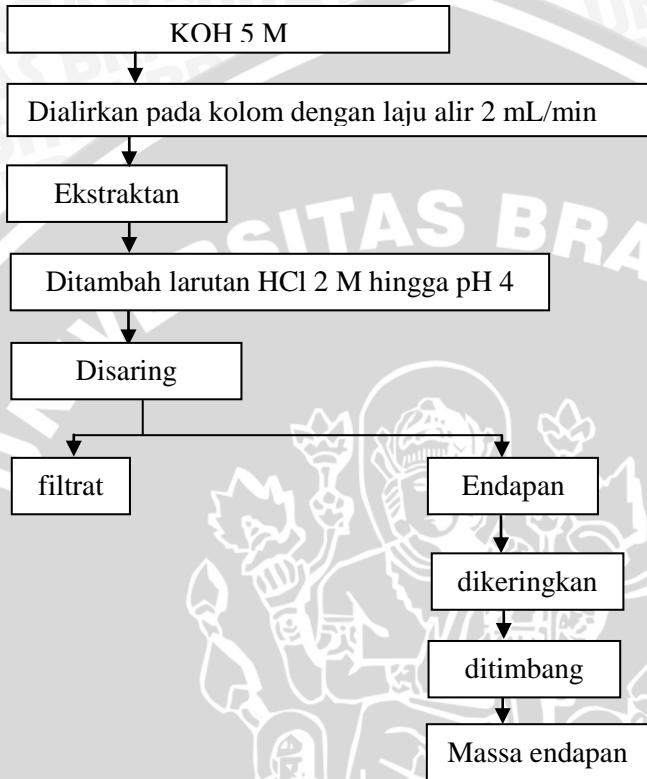
### 2.4.1. Ekstraksi menggunakan KOH 1 M



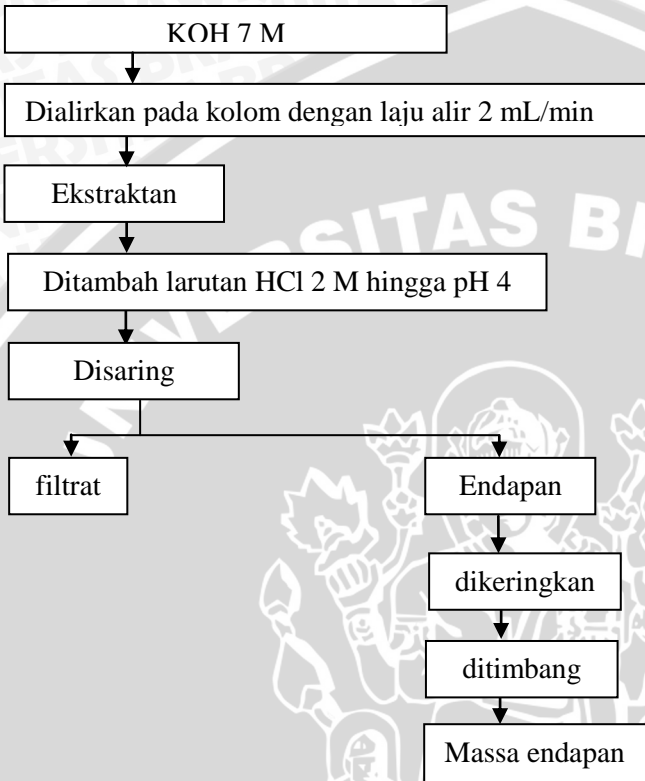
#### 2.4.2. Ekstraksi menggunakan KOH 3 M



### 2.4.3. Ekstraksi menggunakan KOH 5 M

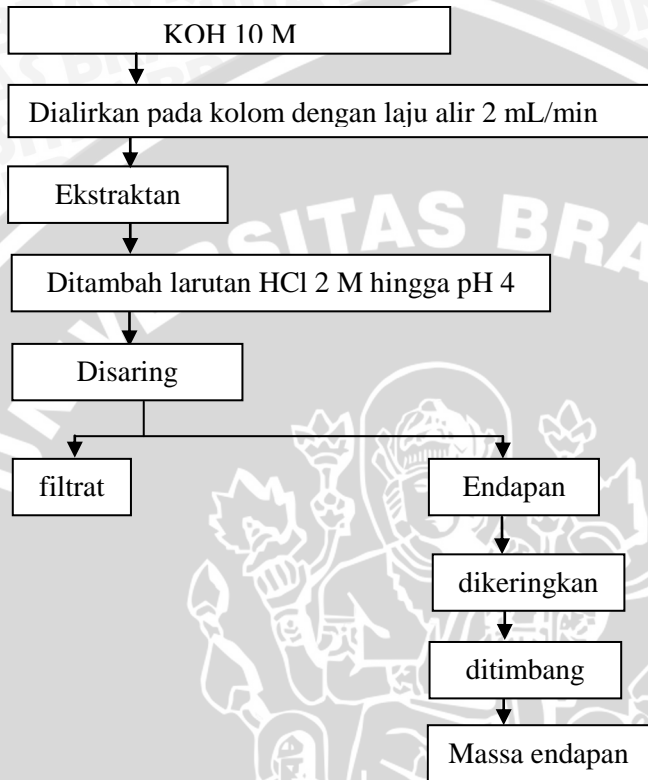


#### 2.4.4. Ekstraksi menggunakan KOH 7 M



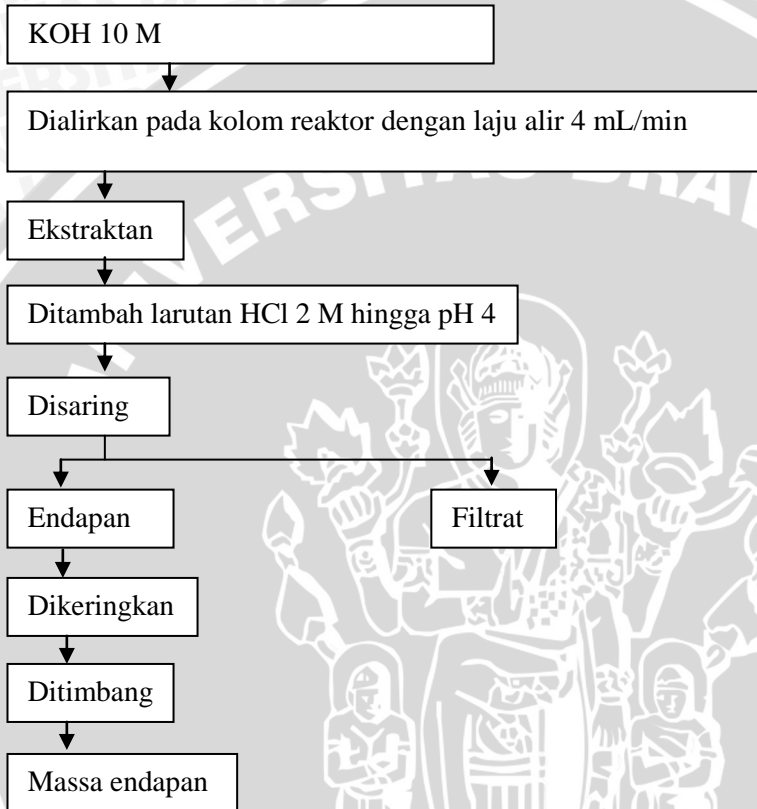


### 2.4.5. Ekstraksi menggunakan KOH 10 M

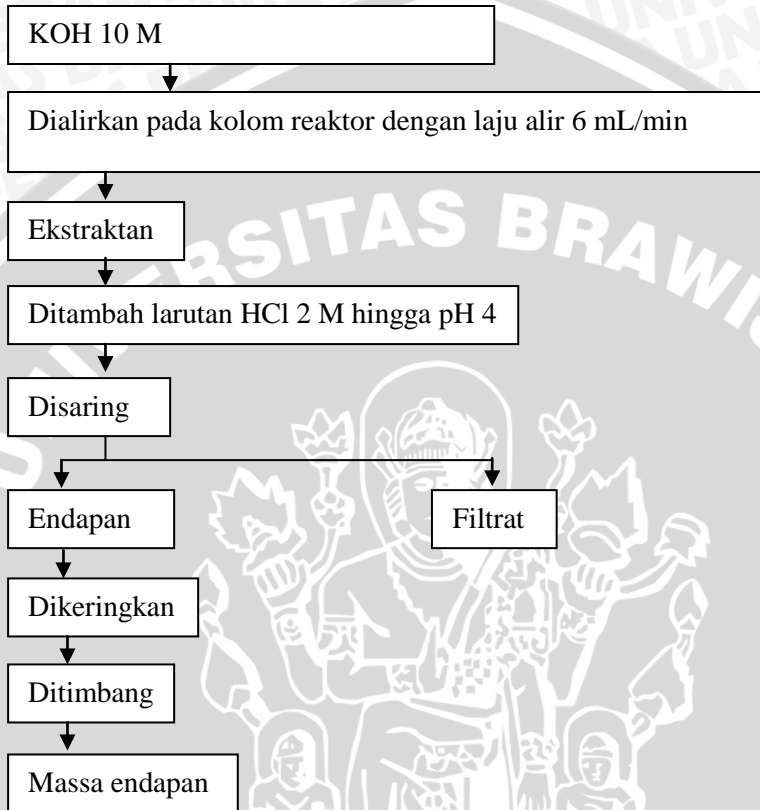


## 2.5. Penentuan pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstrak

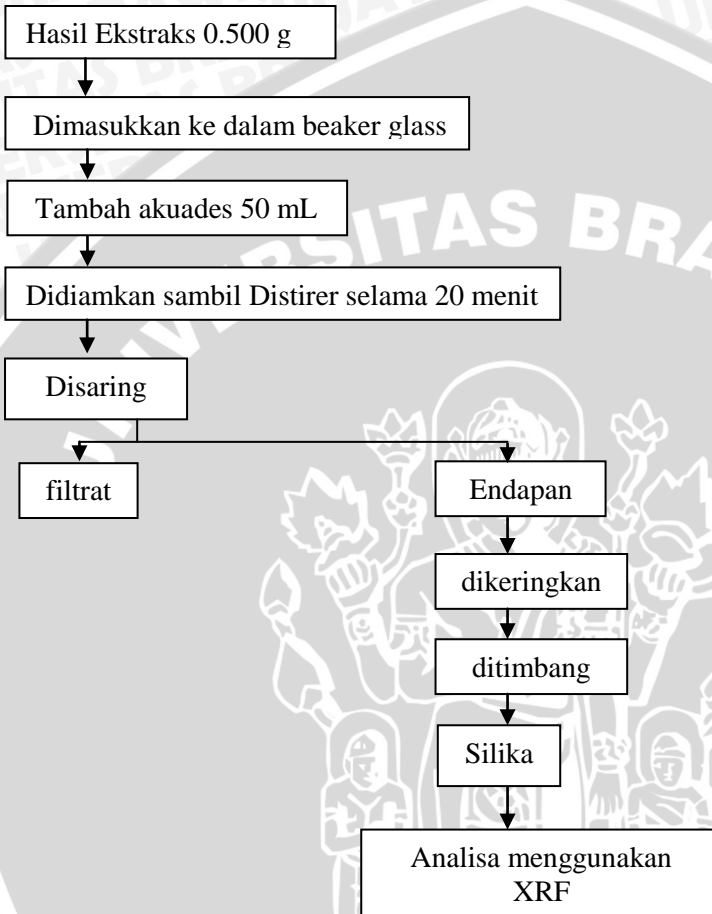
### 2.5.1. Ekstraksi menggunakan laju alir 4 mL/menit



### 2.5.2. Ekstraksi menggunakan laju alir 6 mL/menit



## 2.6. Pemurnian silika dari kalium klorida



### LAMPIRAN 3. Uji Statistik

#### 3.1. Uji statistik pengaruh konsentrasi KOH terhadap silika yang terekstrak

**Tabel L.3.1** Data kadar silika terekstrak terhadap pengaruh konsentrasi KOH

NO.	Konsentrasi KOH (M)	Kadar Silika (g)		Rata-rata	Total
		I	II		
1	1	0,1956	0,1945	0,19505	0,3901
2	3	0,6582	0,6631	0,66115	1,3213
3	5	1,0589	1,0580	1,05845	2,1169
4	7	1,2809	1,2824	1,28165	2,5633
5	10	1,7970	1,8134	1,8052	3,6104
					10,002

$$\text{Faktor koreksi (FK)} = \frac{(\text{TotalUlangan})^2}{\text{jumlah } h \text{ seluruh } h \text{ observasi}}$$

$$= \frac{(10,002)^2}{10} = 10,004$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Total (JKT)} &= (0,1956)^2 + (0,1945)^2 + (0,6582)^2 \\ &+ \dots + (1,8134)^2 - 10,004 \\ &= 12,9925 - 10,004 \\ &= 2,9885 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Perlakuan} &= \frac{\sum(\text{jumlah } h \text{ hasil perlakuan})^2}{n} - \text{FK} \\ &= \frac{(0,3901)^2 + (1,3223)^2 + \dots + (3,6104)^2}{2} - 10,004 \\ &= 12,9937 - 10,004 = 2,9897 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jumlah Kuadrat Galat (JKG)} &= \text{JK Total} - \text{JK Perlakuan} \\ &= 2,9885 - 2,9897 \\ &= -0,0012 \end{aligned}$$

$$\text{Kuadrat Total Perlakuan (KTP)} = \frac{\text{JK Perlakuan}}{\text{DB Perlakuan}}$$



$$= \frac{2,9897}{4} = 0,7474$$

$$\text{Kuadrat Total Galat (KTG)} = \frac{JK_{Galat}}{DB_{Galat}} = \frac{-0,0012}{10} = -0,00012$$

$$F \text{ Hitung} = \frac{KT_{Perlakuan}}{KT_{Galat}} = \frac{0,7474}{-0,00012} = -6228,3$$

F Tabel ( $f_1, f_2$ ) = (5,12) padataraf nyata 1 % = 5,99

**Tabel L.3.2** Analisa sidik ragam satu arah penentuan Laju Alir Sampel

Sumber keragaman	db	JK	KT	F	F
				Hitung	Tabel
Perlakuan	4	2,9897	0,7474	-6228,3	5,99
Galat	10	-0,0012	-0,00012		
Total	17	2.98958			

$$H_0 = P1 = P2 = P3 = P4 = P5 = P6$$

$$H_1 = P1 \neq P2 \neq P3 \neq P4 \neq P5 \neq P6$$

F hitung < F tabel maka tolak  $H_1$ , berarti tidak ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan konsentrasi KOH

### 3.2. Uji statistik pengaruh laju alir ekstraksi terhadap silika yang terekstrak

**Tabel L.3.3** Data kadar silika terekstrak terhadap pengaruh laju alir KOH

NO.	Laju Alir KOH (mL/min)	Kadar Silika (g)			Total
		I	II	Rata-Rata	
1	2	1,7970	1,8052	1,8052	3,6022
2	4	0,9212	0,9715	0,94635	1,8927
3	6	0,7029	0,7318	0,71735	1,4347
					6,9296

$$\text{Faktor koreksi (FK)} = \frac{(\text{TotalUlangan})^2}{\text{jumlah } h \text{ seluru } h \text{ observasi}}$$

$$= \frac{(6,9296)^2}{6} = 8,0032$$

$$\text{Jumlah Kuadrat Total (JKT)} = (1.7970)^2 + (1.8052)^2 + (0.9212)^2 + \dots + (0.7318)^2 - 8,0032$$

$$= 9,3099 - 8,0032$$

$$= 1,3067$$

$$\text{Jumlah Kuadrat Perlakuan} = \frac{\sum(\text{jumlah } h \text{ hasilperlakuan})^2}{n} - \text{FK}$$

$$= \frac{(3,6022)^2 + (1,8927)^2 + (1,4347)^2}{2} - 8,0032$$

$$= 9,3082 - 8,0032 = 1,3050$$

$$\text{Jumlah Kuadrat Galat (JKG)} = \text{JK Total} - \text{JK Perlakuan}$$

$$= 1,3067 - 1,3050$$

$$= 0,0017$$

$$\text{Kuadrat Total Perlakuan(KTP)} = \frac{\text{JK Perlakuan}}{\text{DB Perlakuan}}$$

$$= \frac{1,3050}{6}$$

$$= 0,2175$$

$$\text{Kuadrat Total Galat (KTG)} = \frac{JK_{Galat}}{DBG_{Galat}} = \frac{0,0017}{6} = 0,000283$$

$$F_{\text{Hitung}} = \frac{KT_{Perlakuan}}{KT_{Galat}} = \frac{0,2175}{0,000283} = 768,551$$

**F Tabel** ( $f_1, f_2$ ) = (2,6) pada taraf nyata 1 % = 10,92

**Tabel L.3.4** Analisa sidik ragam satu arah penentuan laju alir KOH

Sumber keragaman	db	JK	KT	F	F
				Hitung	Tabel
Perlakuan	2	1,3050	0,2175	768,551	10,92
Galat	6	0,0017	0,000283		
Total	8	1,3067			

$$H_0 = P_1 = P_2 = P_3 = P_4 = P_5 = P_6$$

$$H_1 = P_1 \neq P_2 \neq P_3 \neq P_4 \neq P_5 \neq P_6$$

F hitung > F tabel maka terima  $H_1$ , berarti ada perbedaan yang nyata dalam perlakuan laju alir KOH sehingga perlu dilakukan pengujian lebih lanjut dengan uji BNT.

$$BNT_{(0,01)} = t_{(0,01/2, dbG)} \sqrt{\frac{2KTG}{n}} = 3,707 \times \sqrt{\frac{2 \times 0,000283}{2}} = 0,0623$$

**Tabel L – 3.3.3** Selisih rerata antar perlakuan laju alir sampel

Laju Alir (mL/menit)	Rerata silika terekstraksi	Laju Alir (mL/menit)		
		2	4	6
		Rerata silika terekstraksi		
		1,8052	0,94635	0,71735
2	1,8052			
4	0,94635	-0,85885*		
6	0,71735	1,08785*	- 0,229*	

(\*) = berbeda nyata pada taraf 1%



## LAMPIRAN 4. Gambar Hasil Penelitian

### L – 4.1 Gambar rangkaian alat



Gambar L – 4.1 Gambar rangkaian alat ekstraksi



**L – 4.2 Gambar sampel lumpur Sidoarjo**



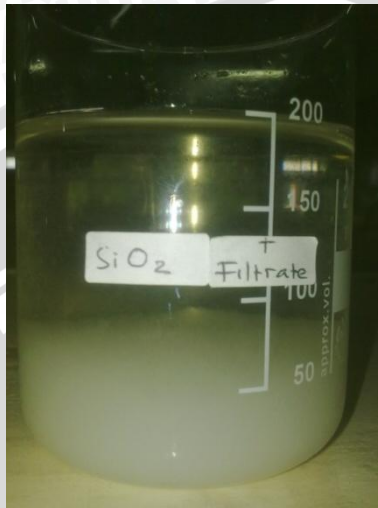
**Gambar L – 4.2 Gambar lumpur Sidoarjo**

**L – 4.3 Gambar larutan kalium silikat**



**Gambar L – 4.3 larutan kalium silikat**

**L – 4.4 Gambar proses pengendapan silika menggunakan HCl**



**Gambar L – 4.4 Proses pengendapan silika menggunakan HCl**

**L – 4.5 Gambar silika kering hasil ekstraksi**



**Gambar L – 4.5 Gambar silika kering hasil ekstraksi**