

## ANALISIS HASIL DESORPSI ION $\text{SiF}_6^{2-}$ DARI LIMBAH GEL FASILITAS PEMURNIAN ZIRKONIUM SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM

### ANALYSIS OF RESULTS OF WASTE DESORPTION ION $\text{SiF}_6^{2-}$ ZIRCONIUM GEL PURIFICATION FACILITY IN ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY

Hasna Irfantiningtyas Sari, Muzakky, dan I Made Sukarna

Jurusan Pendidikan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta

e-mail: [muzakky36@gmail.com](mailto:muzakky36@gmail.com)

#### Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui hasil desorpsi ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel berdasarkan kadar terendah yang dihasilkan. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode pelindian asam. Metode pelindian yang dilakukan adalah melewati pelarut asam pada sampel silika. Pelarut asam yang digunakan adalah campuran asam HF dan  $\text{HNO}_3$ . Variasi konsentrasi HF yang diberikan adalah 5, 1, dan 0,5 %, sedangkan konsentrasi  $\text{HNO}_3$  adalah 1%. Silika dimasukkan pada sebuah teflon kemudian diberikan campuran HF dan  $\text{HNO}_3$  sesuai variasi yang ditentukan. Setelah itu, dimasukkan ke dalam alat *teflon bomb digaster* dengan diatur waktu dan suhu pemanasan. Setelah itu, sampel dikeluarkan dan dilakukan pencucian menggunakan akuadest. Kemudian sampel disaring menggunakan kertas saring. Selanjutnya, residu endapan dikeringkan menggunakan oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$ . Setelah itu, endapan diberi perlakuan dengan air raja. Kemudian, dimasukkan ke dalam alat *teflon bomb digaster* selama 4 jam. Setelah itu, dilakukan penyaringan. Filtrat dari hasil penyaringan dianalisis menggunakan alat spektrofotometer serapan atom. Berdasarkan hasil analisis menggunakan secara spektroskopi serapan atom, bahwa hasil desorpsi terbaik untuk ion ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel sebesar  $0 \mu\text{g/g}$

**Kata kunci :** desorpsi, silika, pelindian

### Abstract

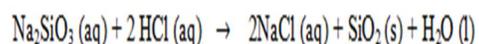
This research aims to determine the result desorption waste  $\text{SiF}_6^{2-}$  gel ions generated by the lowest levels. The method used in this research is the acid leaching method. Leaching method does is skip acid solvent on a sample of silica. Acid solvent used is a mixture of HF and  $\text{HNO}_3$  acid. HF concentration variation given are 5, 1, and 0,5%, whereas the concentration of  $\text{HNO}_3$  is 1%. Silica is inserted in a teflon then given a mixture of HF and  $\text{HNO}_3$  corresponding variation determined. After that, put in a Teflon bomb digaster tool to set the time and temperature of heating. After that, the samples are removed and do washing using akuadest. Then the samples were filtered using a filter paper. Subsequently, the residue sludge is dried using an oven at a temperature of  $60\text{ }^\circ\text{C}$ . After that, the precipitate is treated with aqua regia. Then, put in a Teflon bomb digaster tool for 4 hours. After that, do the filtering. The filtrate from the screening results were analyzed using atomic absorption spectrophotometer. According to analysis by atomic absorption spectroscopy using, that the best desorption results for waste  $\text{SiF}_6^{2-}$  gel ions at  $0\text{ }\mu\text{g/g}$ .

**Keywords:** desorption, silica, leaching

### PENDAHULUAN

Berdasarkan analisis bahan baku pasir zirkon menggunakan XRF hasil proses pemisahan menggunakan meja goyang yang dilakukan oleh Sajima dkk pada tahun 2012, didapat bahwa kandungan dari pasir zirkon antara lain:  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SnO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CuO}$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{NbO}_2$ . Kadar dari masing-masing penyusun pasir zirkon berbeda-beda di setiap tempat karena dipengaruhi oleh proses kejadian awalnya [1]. Limbah yang terbentuk dari hasil proses pemurnian zirkonium berbasis mineral zirkon adalah gel. Selama ini gel selalu di limbahkan dan dibuang,

padahal gel yang terbentuk dari proses pemurnian zirkonium berbasis mineral zirkon masih mempunyai nilai ekonomis tinggi. Salah satu pemanfaatan gel adalah dengan mengambil silikon ( $\text{SiO}_2$ ) yang bernilai ekonomis tinggi. Silika diperoleh dari gel natrium silikat dengan cara menambahkan HCl dan terjadi reaksi di bawah ini [2].



Silika merupakan non logam oksida bebas yang paling banyak ditemukan di alam, tetapi keberadaan silika di alam tidak dalam kondisi bebas, melainkan terikat dengan senyawa lain baik secara fisik

maupun kimia. Silika memiliki sifat hidrofilik atau hidrofobik sesuai dengan struktur dan morfologinya. Silika memiliki konfigurasi stabil dalam bentuk tetrahedron. Silika diambil dari nama latin *silex* yang berarti batu api.  $\text{SiO}_2$  merupakan bentuk paling stabil dan ditemukan dalam berbagai variasi kristal. Bentuk kristal murni dari silika adalah quartz. Silika merupakan kristal semi-logam atau metalloid. Silika memiliki nomor atom 14 dengan konfigurasi elektron  $[\text{Ne}] 3s^2 3p^2$ . Silika mempunyai massa molar sebesar 28,0855 gram. Silika merupakan golongan karbon tetapi memiliki perilaku yang berbeda dari unsur lain dalam satu golongan karbon. Silika mempunyai empat elektron valensi. Silika memiliki sifat yang cenderung inert, tetapi dalam kondisi tertentu silika dapat menjadi reaktif. Silika memiliki titik beku sebesar  $1414\text{ }^\circ\text{C}$  dan titik didih sebesar  $3265\text{ }^\circ\text{C}$ . Di dalam industri, silika digunakan untuk membuat gelas, chips komputer, dan barang elektronik [3].

Di dalam industri nuklir, Si dimanfaatkan sebagai PAR (*Passive Autocatalytic Recombiners*) yaitu

perangkat keselamatan untuk menurunkan resiko ledakan yang terkait dengan pembebasan hidrogen [4].

Di alam, silika sulit didapatkan sebagai unsur dengan kemurnian tinggi, karena memiliki afinitas tinggi terhadap oksida dan atom lain dengan elektronegativitas tinggi. Secara kimia, ikatan antara oksigen dengan silikon bersifat 50% kovalen dan 50% ionik sehingga membentuk ikatan yang kuat [5].

Penelitian ini dilakukan dengan proses desorpsi menggunakan metode pelindian asam dengan jenis *Stationary Solid Bed* dimana pelindian dilaksanakan dengan padatan diletakkan dengan posisi tidak bergerak, hanya pelarutnya saja yang mengalir melalui *solid bed*, sementara komponen yang mudah larut akan terlarut oleh *solvent* [6].

Kontrol kualitas hasil pemurnian  $\text{SiO}_2$  dilakukan melalui proses desorpsi menggunakan campuran pelarut asam pada variasi suhu, waktu kontak, dan konsentrasi asam. Sedangkan untuk menentukan kadar ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel yang terdesorpsi dilakukan dengan metode

SSA karena memiliki kelebihan yaitu sensitifitas tinggi dan sampel yang dibutuhkan sedikit [7].

#### **METODE PENELITIAN**

Metode penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini adalah metode pelindian asam. Silika yang digunakan dalam penelitian ini adalah silika yang diambil dari gel limbah fasilitas pemurnian zirkonium. Langkah pertama dalam penelitian ini adalah gel dipisahkan dari air menggunakan kertas saring. Hasil yang didapatkan berupa residu gel yang berwarna kuning dengan filtrat berupa air yang berwarna kuning. Residu gel yang didapat masuk ke tahapan berikutnya sedangkan filtrat yang dihasilkan dibuang. Residu gel yang dihasilkan tersebut kemudian dilindi dengan menggunakan air panas. Pelindian ini dilakukan dengan posisi gel dalam keadaan tidak bergerak, hanya pelarut saja yang mengalir. Hal tersebut dilakukan berulang kali hingga ion  $\text{Cl}^-$  yang terkandung dalam gel tersebut hilang. Ion  $\text{Cl}^-$  dinyatakan sudah hilang apabila tidak terjadi endapan putih

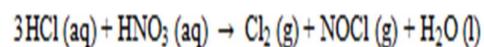
ketika residu ditetesi larutan  $\text{AgNO}_3$ . Persamaan reaksi yang terjadi adalah,

$$\text{Ag}^+(\text{aq}) + \text{Cl}^-(\text{aq}) \rightleftharpoons \text{AgCl}(\text{s})$$

. Setelah pencucian selesai dan dipastikan ion  $\text{Cl}^-$  sudah hilang maka dilakukan pengeringan. Setelah sampel kering maka dilakukan penggerusan sampel menjadi bubuk putih. Setelah itu, dilakukan preparasi untuk uji kadar silika menggunakan SSA. Pelarut asam yang digunakan adalah HF dan  $\text{HNO}_3$  berdasarkan pendapat dari Sun Y.C, dkk (2001) yang menyatakan bahwa asam nitrat mempunyai kemampuan yang tinggi untuk melarutkan senyawa organik tetapi kurang baik untuk melarutkan senyawa anorganik (silika), sedangkan HF merupakan pelarut yang dapat melarutkan senyawa-senyawa silika [8].

Variasi yang dipakai dalam penelitian ini adalah variasi konsentrasi HF, waktu pemanasan, dan suhu pemanasan. Variasi konsentrasi HF yang digunakan adalah 5%, 1%, dan 0,5 %. Variasi waktu yang digunakan adalah 1 jam, 2,5 jam, 5 jam, dan 10 jam. Variasi suhu yang digunakan adalah  $60^\circ\text{C}$ ,  $80^\circ\text{C}$ , dan  $100^\circ\text{C}$ .

Mula-mula sampel silika ditimbang sebanyak 2 gram. Kemudian ditambahkan campuran asam HNO<sub>3</sub> dan HF dengan variasi konsentrasi yang telah ditentukan. Kemudian dimasukkan ke dalam *teflon bomb digester* dan diatur suhu serta waktu pemanasan sesuai dengan variasi yang sudah ditentukan. Setelah dikeluarkan dari alat *teflon bomb digester*, larutan sampel dituang pada beaker plastik kemudian dipanaskan menggunakan penangas pasir. Hal ini bertujuan untuk mengurangi keasaman di dalam larutan. Setelah dipanaskan, maka sampel disaring menggunakan kertas saring. Setelah itu, residu endapannya dicuci. Kemudian, endapan dikeringkan dengan oven pada suhu 60 °C. Setelah kering, endapan ditimbang. Langkah selanjutnya, endapan tersebut diberi perlakuan dengan ditambahkan air raja. Air raja adalah campuran asam klorida dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3 : 1. Reaksi yang terjadi jika 3 volum HCl pekat dicampur dengan 1 volum HNO<sub>3</sub> pekat adalah [9]:

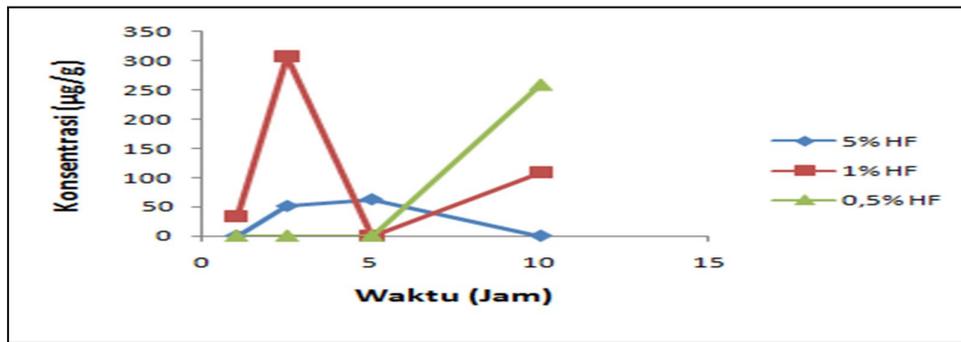


Setelah itu, dimasukkan ke dalam alat *teflon bomb digester* dengan waktu pemanasan selama 4 jam. Setelah dikeluarkan dari alat *teflon bomb digester*, larutan dipanaskan menggunakan penangas pasir. Setelah itu, dilakukan penyaringan. Langkah selanjutnya, filtrat berupa larutan dianalisis secara spektroskopi serapan atom.

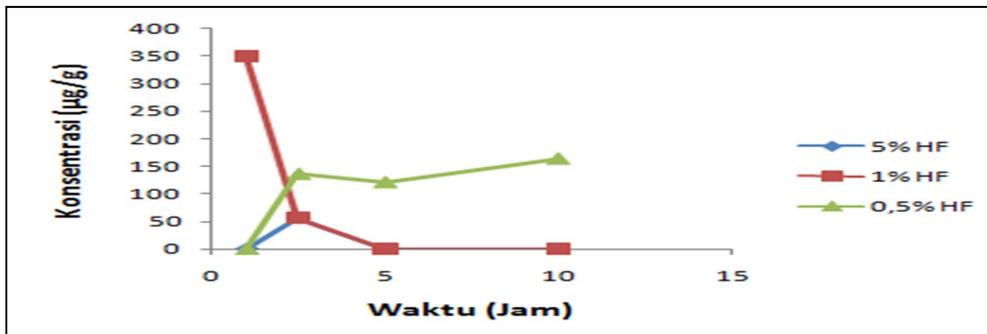
## HASIL DAN DISKUSI

### Analisis Hasil Desorpsi Ion SiF<sub>6</sub><sup>2-</sup> Dari Limbah Gel Secara Spektroskopi Serapan Atom

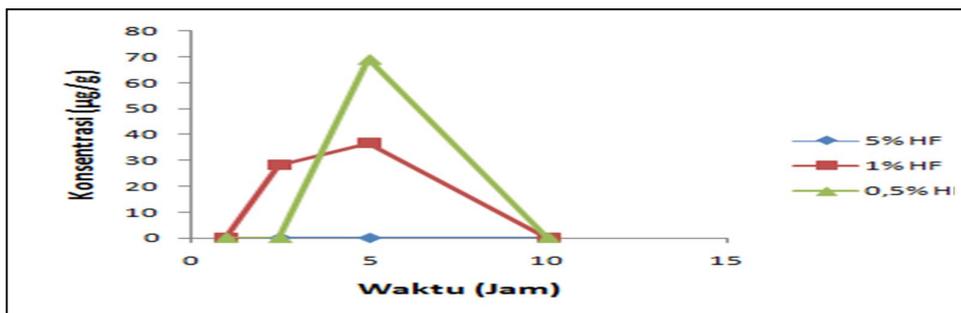
Keberhasilan pada proses desorpsi dipengaruhi oleh beberapa parameter diantaranya konsentrasi asam sebagai pendesorpsi, waktu kontak, dan suhu.



Gambar 1. Pengaruh Waktu Kontak dan Variasi Konsentrasi HF Pada Desorpsi Ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel Setelah Pemberian Air Raja Pada Suhu  $60^\circ\text{C}$



Gambar 2. Pengaruh Waktu Kontak dan Variasi Konsentrasi HF Pada Desorpsi Ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel Setelah Pemberian Air Raja Pada Suhu  $80^\circ\text{C}$



Gambar 3. Pengaruh Waktu Kontak dan Variasi Konsentrasi HF Pada Desorpsi Ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel Setelah Pemberian Air Raja Pada Suhu  $100^\circ\text{C}$

Gambar 1 merupakan hasil desorpsi ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel dari pengaruh komposisi campuran

asam dan waktu kontak pada suhu  $60^\circ\text{C}$ . Berdasarkan Gambar 1 dapat dikatakan bahwa hasil desorpsi ion

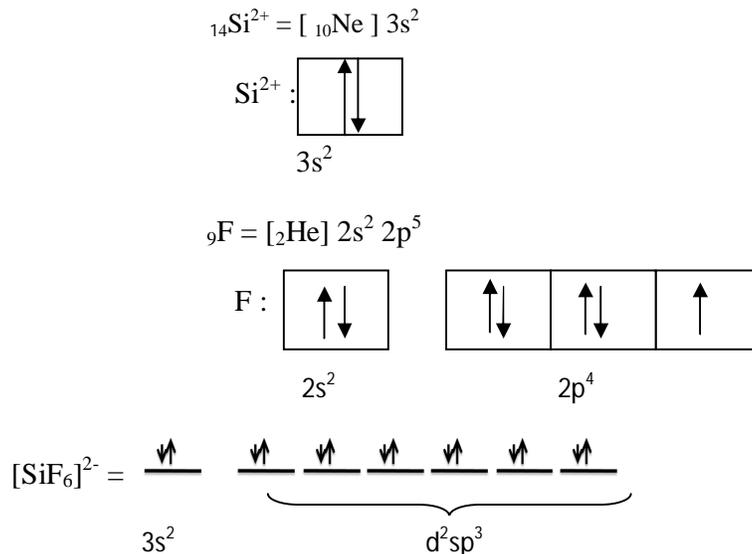
$\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel yang terendah diperoleh pada penggunaan campuran asam HF +  $\text{HNO}_3$  pada perbandingan konsentrasi 1 : 1 dan waktu kontak 5 jam setelah pemberian air raja sebesar 0  $\mu\text{g/g}$ .

Gambar 2 merupakan hasil desorpsi ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel dari pengaruh komposisi campuran asam dan waktu kontak pada suhu 80  $^\circ\text{C}$ . Berdasarkan Gambar 2 dapat dikatakan bahwa hasil desorpsi ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel yang terendah diperoleh pada penggunaan campuran asam HF +  $\text{HNO}_3$  pada perbandingan konsentrasi 1 : 1 dan waktu kontak 5 jam setelah pemberian air raja sebesar 0  $\mu\text{g/g}$ .

Gambar 3 merupakan hasil desorpsi ion ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel dari pengaruh komposisi campuran asam dan waktu kontak pada suhu 100  $^\circ\text{C}$ . Berdasarkan gambar 29 dapat dikatakan bahwa hasil desorpsi ion ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel yang terendah diperoleh pada penggunaan campuran asam HF +  $\text{HNO}_3$  pada perbandingan konsentrasi 5 : 1 dan waktu kontak 5 jam setelah pemberian air raja sebesar 0  $\mu\text{g/g}$ .

Berdasarkan hasil tersebut diketahui bahwa hasil desorpsi terbaik untuk ion  $\text{SiF}_6^{2-}$  dari limbah gel sebesar 0  $\mu\text{g/g}$ .

Hibridisasi dari  $\text{SiF}_6^{2-}$  dapat dijelaskan sebagai berikut:



Pada hibridisasi  $\text{SiF}_6^{2-}$ ,  $\text{Si}^{2+}$  memiliki orbital 3s terisi penuh sehingga membutuhkan konsentrasi HF yang lebih tinggi untuk elektron

dari ligan  $F^-$  berpasangan dengan  $Si^{2+}$ . Hasil desorpsi terbaik untuk ion ion  $SiF_6^{2-}$  dari limbah gel sebesar 28,28947  $\mu g/g$ .

### KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:.

Kondisi yang paling optimum untuk desorpsi ion ion  $SiF_6^{2-}$  dari limbah gel menggunakan alat spektrofotometer serapan atom yaitu perlakuan menggunakan campuran asam  $HF + HNO_3$  pada perbandingan 1 : 1 pada suhu 100  $^{\circ}C$  sebesar 0  $\mu g/g$

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sajima dkk. (2012). Pembuatan Konsentrat Zirkon dari Pasir Zirkon Kalimantan Barat, Prosiding Seminar Penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir, Yogyakarta.
- [2] Indah Raya. (2014). Kimia Anorganik Fisik. *Laporan Hibah Penulisan Buku Ajar Mata kuliah Kimia Anorganik Fisik dan Material*. Sulawesi: FMIPA Universitas Hasanuddin.
- [3] Supriyanto C dan Harry Supriadi. (2015). Pengambilan Unsur Pengotor Dalam Sampel

$SiO_2$  Hasil Proses Pengolahan Limbah ( Gel ) Melalui Proses Desorpsi Asam. Yogyakarta : PSTA-BATAN.

- [4] E Lalik, dkk. (2015). *Hydrogen dan Oksigen Reaction On  $SiO_2$  and  $MoO_3$  supported Pd-Pt catalysts*. Prancis : De Gruyter.
- [5] Sneed, C.M and Brasted, C.R. (1955). *Comprehensive Inorganic Chemistry*. Canada: D. Van Nostrand Company, Ltd.
- [6] Ely Kurniati. (2009). *Ekstraksi Silica White Powder Dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi Dieng*. Surabaya : UPN Press.
- [7] Feri Hermawan. (2011). *Analisis Kadar Mangan, Kobal Dan Seng Dalam  $ZrO_2$  Olahan Pasir Zirkon Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*. Skripsi. Yogyakarta : FMIPA UNY.
- [8] Sun.Y,C.,dkk.(2001). Comparison of different Digestion Methods for Total Decomposition Of Siliceous and Organic Environmetals Sample. *Journal Anlytical Sciences*. (Vol 17.,p. 1395 –1399). Hlm 1396.
- [9] I Made Sukarna. (2004). *Kimia Analitik I*. Yogyakarta: UNY Press.

