Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

PEROLEHAN KEMBALI SENYAWA SILIKA DARI LIMBAH PADAT GEOTERMAL MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL

Joko Suryadi¹⁾

¹Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Jl. Gegerkalong Hilir, Ds. Ciwaruga, Bandung, Kode Pos 40012
E-mail: joko.suryadi@polban.ac.id

Abstract

The research has been investigated on the influence of stirring time on the sol-gel method on the characteristics of silica compounds obtained from geothermal solid waste of geothermal power plants. The purpose of this study is to recover silica compounds processed from geothermal solid waste samples. The methods used in this study cover three stages. The first stage is the homogenization of solid waste sample size in the size range of 0.200 to 0.354 mm. The second step is leaching using 25% sulfuric acid until the sample is dried. The third stage is the formation of silica compounds using the sol-gel method. The variation applied to this study was the stirring time with the sol-gel method for 20, 25, 30 minutes. The results obtained from the study were the yield of products with stirring variations at 25, 25, and 30 minutes in a row was 79.92; 47,07; and 47.08% of the sample after the leaching process. Characterization with FTIR indicates that the resulting product has a characteristic bond as Si-O-Si on all results with a variation in stirring time.

Keywords: geothermal waste, silica, sol-gel, FTIR

Abstrak

Telah dilakukan penelitian mengenai pengaruh waktu pengadukan pada Metode sol-gel terhadap karakteristik senyawa silika yang diperoleh dari limbah padat geothermal pembangkit listrik tenaga panas bumi. Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh kembali senyawa silika yang diolah dari sampel limbah padat geothermal. Metode yang digunakan dalam penelitian ini meliputi tiga tahapan. Tahap pertama adalah homogenisasi ukuran sampel limbah padat pada rentang ukuran 0,200 hingga 0,354 mm. Tahap kedua adalah leaching menggunakan asam sulfat 25% hingga didapatkan sampel kering. Tahap ketiga adalah pembentukan senyawa silika menggunakan metode sol-gel. Variasi yang diterapkan pada penelitian ini adalah waktu pengadukan dengan Metode sol selama 20, 25, 30 menit. Hasil yang didapatkan dari penelitian ini adalah serbuk putih dengan yield terhadap sampel dari tahap kedua berturut-turut adalah 79,92; 47,07; dan 47,08%. Karakterisasi hasil akhir dari produk dengan FTIR menunjukkan bahwa terdapat ikatan krakteristik berupa Si-O-Si pada semua hasil variasi waktu pengadukan.

Kata Kunci: limbah geotermal, silika, sol-gel, FTIR

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki potensi dalam bidang energi terbarukan dalam bentuk panas bumi yang cukup besar. Potensi panas bumi di

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

Indonesia mencapai 30 hingga 40 persen dari potensi energi panas bumi seluruh dunia dengan nilainya sebesar 29.543 Megawatt (Setyawan, 2019). Dalam pengolahannya, sumber panas bumi melibatkan adanya penggalian sumur geothermal hingga kedalaman 2000 meter dimana melewati aliran lava pada daerah gunung berapi. Hal tersebut meyebabkan adanya aliran fluida geothermal yang banyak mengandung unsur silicon. Silikon tersebut berwujud sebagai asam silikat dalam fluida geothermal yang bersuhu tinggi. Setelah mendingin asam silikat tersebut akan mengendap pada dinding-dinding pipa sumur geothermal sebagai SiO₂ padat (Svavarsson et al., 2014). Oleh karena itu asam silika yang terdapat dalam fluida geothermal merupakan kategori limbah karena keberadaannya yang tidak diperlukan dan mengganggu dalam proses pengolahan energi panas bumi.

Padatan silika yang merupakan limbah tersebut secara potensial dapat dimanfaatkan kembali sehingga memiliki nilai utilitas yang lebih baik seperti adsorben (Svavarsson et al., 2014), dalam bidang material untuk bangunan (Gupta, 2019), industri bahan sintetis (Syabani et al., 2020) ataupun diproses lebih lanjut menjadi bahan berbasis nanomaterial (Asadi & Norouzbeigi, 2018). Untuk dapat memanfaatkan silika (SiO₂) maka perlu adanya suatu proses recovery atau mendapatkan kembali silica murni dari limbah geothermal yang telah memadat. Silica murni tersebut akan dapat dimanfaatkan lebih lanjut dalam berbagai bidang seperti yang telah disebutkan. Metode untuk pemurnian silika sendiri pada umumnya adalah menggunakan Metode sol-gel karena kemampuannya diaplikasikan secara luas pada pengolahan material anorganik dalam temperature yang rendah (Sakka, 2013).

Penelitian sebelumnya yang menggunakan Metode sol-gel untuk memperoleh silica dari bahan alam antara lain adalah nanosilika dari bahan jerami padi (Wibowo et al., 2006), nanosilika dari limbah geothermal dengan variasi konsentrasi surfaktan (Rakhmasari et al., 2019) dan material xerogels dari limbah geothermal (Silviana et al., 2020).

Salah satu situs pengolahan energi panas bumi terletak di Kawasan dataran tinggi Dieng yang dikelola oleh PT. Geo Dipa Energi (Persero). Situs tersebut mempunyai potensi panas bumi sebesar 60 MW (Setyawan, 2019) dan memiliki kandungan silika yang besar yaitu kurang lebih 1100 - 1400 mg/L (Takahashi et al., 1988). Limbah geothermal silika padat pada situs ini belum dimanfaatkan secara optimal. Oleh karena

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

hal tersebut, salah satu pemanfaatan yang dapat dilakukan dari limbah silika geothermal padat tersebut adalah dengan cara memperoleh kembali silika murni (*recovery*) sehingga menjadi langkah awal untuk memanfaatkan silika murni tersebut menjadi material yang lebih bermanfaat.

Penelitian ini akan memfokuskan mengenai efektivitas perolehan kembali silika (SiO₂) dari limbah padat geothermal dengan Metode sol-gel dilihat dari yield SiO₂ yang dihasilkan terhadap sampel silika yang telah melalui proses leaching. Selain itu karakterisasi dilakukan bertujuan untuk mengkonfirmasi secara awal melalui ikatan kimia bahwa hasil yang diperoleh merupakan SiO₂.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan nilai yield silica dari limbah padat geothermal dan mengkarakterisasi produk yang diperoleh secara kualitatif melalui karakter ikatan kimianya. Penelitian ini memiliki manfaat sebagai langkah awal dalam menentukan metode pemrosesan yang tepat dalam mengekstraksi kembali silika dari limbah geothermal secara efisien berdasarkan karakteristik secara kualitatif yang telah didapatkan.

METODE PENELITIAN

Metode dalam penelitian dijabarkan melalui alat dan bahan, prosedur kerja dan karakterisasi hasil yang didapatkan.

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah grinder dan set *sieve shaker* beserta ayakan untuk proses preparasi limbah geothermal menjadi ukuran yang seragam, Peralatan gelas yang terdiri atas gelas beker, pipet ukur, set filtrasi yang terdiri atas krus dan erlenmeyer serta pompa vakum dalam metode sol-gel.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel limbah geothermal yang diambil dari PT. Geo Dipa Energi unit Dieng sebagai bahan baku. Asam yang digunakan dalam proses leaching adalah asam sulfat. Basa yang digunakan pada proses perolehan silika metode sol adalah NaOH, asam yang digunakan untuk metode gel adalah HCl. Semua reagen asam dan basa yang digunakan adalah pada tingkat kemurnian *pro analysis*.

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

Prosedur Kerja

Terdapat tiga proses dalam penelitian ini yaitu proses preparasi bahan baku dari limbah geothermal, proses sol-gel, dan karakterisasi silika yang diperoleh.

Preparasi Bahan Baku dari Limbah Geotermal

Limbah geothermal dihaluskan dengan grinder dan diayak pada rentang ukuran 0,200 hingga 0,354 mm. Hasil ayakan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 105 menit. Proses leaching dilakukan dengan menambahkan asam sulfat 25 % ke dalam padatan hasil ayakan dengan perbandingan massa padatan berbanding volume asam sulfat 1:4 massa per volume. Slurry yang terbentuk disaring dengan vacuum filter dan dicuci dengan aqua demineralized. Hasil yang diperoleh dikeringkan pada temperature 105 °C dengan oven hingga mencapai massa konstan (Boussaa et al., 2017) (Silviana et al., 2020) Silika yang diperoleh adalah silika hasil leaching dan selanjutnya ke proses perolehan kembali dengan Metode sol-gel.

Proses Sol-Gel

Silika setelah proses leaching dicampurkan dengan NaOH 2 N dengan perbandingan massa sampel : volume NaOH sebesar 1:25 pada temperature 80 °C. Waktu pengadukan divariasikan pada 20, 25 dan 30 menit. Hasil yang diperoleh ditambahkan HCl 1 N tetes demi tetes hingga terbentuk silika gel koloidal yang kemudian didiamkan selama 18 jam. Proses berikutnya adalah pencucian dengan air demineral dan pengeringan pada temperature 105 °C selama 3 jam. Nilai yield dari produk terhadap silika hasil proses leaching kemudian ditentukan.

Karakterisasi Silika

Karakterisasi dari silika dilakukan terhadap limbah geothermal homogen, silika hasil leaching dan silika hasil akhir setelah kalsinasi dilihat dari gugus ikatan karakteristik penyusun silika antara lain silanol (Si-O), Siloksan (Si-O-Si) dan hidroksil (O-H) dengan menggunakan spektroskopi FTIR.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Bahan Baku dari Limbah Geotermal

Pada tahap preparasi bahan baku ini bertujuan untuk meyeragamkan ukuran dari sampel limbah padat geotermal yang akan diproses dalam metode elanjutnya. Tahap

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

preparasi yang diawali dengan penghalusan menggunakan grinder *ball milling* menyebabkan ukuran sampel dari berbentuk bongkahan dan tidak seragam menjadi lebih kecil dan seragam. Tahap selanjutnya yaitu pengayakan dengan menggunakan *sieve shaker* bertujuan mendapatkan sampel dengan ukuran seragam yang presisi.

Ukuran sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah rentang antara 0,200 hingga 0,355 mm. Untuk mendapatkan rentang tersebut maka diambil dari hasil pengayakan dimana lolos dari ayakan ukuran 0,355 mm dan tertinggal pada ukuran 0,200 mm. Penjelasan dari digunakan ukuran pada rentang tersebut adalah selain mendapatkan hasil sampel yang seragam juga mendapatkan hasil lebih banyak dibandingkan dengan ukuran yang lebih kecil dari 0,200 mm pada waktu pengayakan yang sama.

Hasil pengayakan pada waktu 5 menit dengan ukuran ayakan yang bervariasi dinyatakan dalam Tabel 1.

Tabel 1 Hasil pengayakan limbah geotermal dengan *sieve shaker* pada berbagai ukuran

No.	Ukuran ayakan (mm)	Distribusi massa tidak lolos ayakan (%)
1	2	37,28
2	1,4	8,61
3	1	7,97
4	0,630	8,68
5	0,335	9,56
6	0,200	36,34

Selain hasil distribusi massa yang tidak lolos saringan pada tabel 4.1, terdapat pula limbah geotermal paling halus yang lolos dari ukuran ayakan 0,200 mm sebesar 1,56 % dari massa limbah umpan awal.

Dari Tabel 1 didapatkan bahwa kuantitas massa terbesar yang didapatkan terhadap ukuran ayakan pada ukuran kecil selama 5 menit ditunjukkan pada massa yang tertinggal (tidak lolos ayakan) dalam ayakan ukuran 0,200 mm. Hal inilah yang mendasari ukuran sampel yang digunakan dalam proses selanjutnya yaitu leaching dengan asam sulfat.

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

Tahap leaching dengan asam sulfat bertujuan untuk melarutkan logam-logam oksida pengotor dan pengotor organik dalam sampel serta menghasilkan silika dengan kemurnian yang tinggi. Ion H⁺ dari asam akan berikatan dengan oksigen dari oksida logam yang sebelumnya telah diputuskan (Silviana et al., 2020). Mekanisme reaksi yang terjadi dalam tahap leaching terhadap senyawa oksida ditunjukkan pada reaksi (1) dan (2). Huruf X dalam persamaan reaksi menunjukkan unsur logam yang ada di dalam limbah padat, contohnya adalah logam besi.

$$3H_2SO_{4(aq)} \rightarrow 6H^+ + 3SO_4^{2-}$$
 (1)

$$6H^{+} + 3SO_{4}^{2-} + X_{2}O_{3} \rightarrow X_{2}(SO_{4})_{3} + H_{2}O$$
 (2)

Hasil kenampakan fisik yang didapatkan dari leaching menggunakan asam adalah serbuk sampel yang berwarna lebih terang dibandingkan dengan sampel awal. Hal ini dapat disebabkan pengotor berupa oksida logam telah terlepas dari sampel setelah proses leaching.

Perolehan Kembali Silika dengan Metode Sol-Gel

Pada tahap perolehan kembali silika digunakan dua tahap yaitu pembentukan sol natrium silikat dengan menggunakan NaOH pada tahap pertama dan proses gelasi menggunakan HCl. Pada tahap pertama digunakan NaOH bertujuan untuk melarutkan senyawa silika dengan pengadukan menjadi senyawa sodium silikat yang ditunjukkan pada reaksi (3). Dalam penelitian ini dilakukan variasi waktu pengadukan dimana bertujuan untuk mengetahui efek yang ditimbulkan terhadap karakteristik hasil yang didapatkan melalui tahap karakterisasi ikatan kimia yang terjadi.

$$SiO_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2SiO_3 + H_2O$$
 (3)

Prekursor natrium silikat yang terbentuk kemudian digunakan dalam tahap kedua yaitu proses gelasi untuk membentuk senyawa SiO₂ kembali. Tahapan dalam proses ini adalah kondensasi membentuk asam silikat, Si(OH)₄, menjadi oligomer siklik dan akan menngembang pada permukaan sebagai polimer tiga dimensi. Setelah pendiaman selama 18 jam, silika tersebut akan terpresipitasi. Proses presipitasi ini merupakan peristiwa kondensasi dan pembentukan partikel silika gel (Joni et al., 2020). Fenomena yang dapat teramati adalah setelah proses aging koloidal yang terbentuk yang semula

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

berada pada permukaan akan turun membentuk endapan. Reaksi yang terjadi dalam proses kedua ditunjukkan dalam reaksi (4) dan (5).

$$Na_2SiO_3 + 2HCl + H_2O \rightarrow Si(OH)_4 + 2NaCl$$
 (4)

$$n[Si(OH)_4 + (OH)_4Si] \rightarrow n[\equiv O - Si - O\equiv] + 2n H_2O$$
 (5)

Yield yang didapatkan dari variasi pengadukan pada tahap pelarutan dengan NaOH dinyatakan dalam Tabel 2. Fenomena fisik yang teramati pada semua variasi waktu ketika proses pengadukan adalah sampel dapat larut sempurna ke dalam larutan NaOH 2 N. Hal ini disebabkan adanya mol berlebih dari basa yang dapat melarutkan keseluruhan sampel silika. Namun dengan semakin lama pengadukan dilakukan, kemungkinan untuk ion silikat yang terbentuk akan terurai kembali dapat terjadi karena adanya kontak dengan air pada larutan NaOH. Oleh karena itu waktu pengadukan yang paling singkat dalam penelitian ini dapat menghasilkan yield paling besar.

$$SiO_3^{2-} + H_2O \implies H_2SiO_3 + OH^- (Vogel, 1979)$$
 (6)
Tabel 2

Yield silika terhadap waktu pengadukan pada tahap metode sol

No.	Waktu pengadukan (menit)	Yield (%)
1	20	79,92
2	25	47,07
3	30	47,58

Karakterisasi Silika

Karakterisasi silika yang diperoleh dari metode sol-gel merupakan karakterisasi awal secara kualitatif yang dilakukan dengan melihat ikatan karakteristik dari senyawa silika dengan menggunakan metode FTIR. Hasil yang didapatkan dari karakterisasi menggunakan FTIR adalah adanya serapan-serapan karakteristik yang menunjukkan bahwa produk yang didapatkan adalah sebagai silika oksida pada semua variasi waktu pengadukan. Serapan pada bilangan gelombang sekitar 1050, 800, dan 450 cm⁻¹ menunjukkan adanya karakteristik ikatan siloksan, Si-O-Si (Li et al., 2014) (Silviana et al., 2020). Serapan juga ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 950 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya vibrasi ikatan Si-OH (Li et al., 2014).

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

Serapan lemah pada daerah bilangan gelombang 1650 cm⁻¹ dan serapan lebar namun juga lemah pada daerah bilangan gelombang 3200 – 3450 cm⁻¹ berturut turut menunjukkan adanya vibrasi dari gugus OH yang disebabkan oleh molekul air. Serapan lemah pada bilangan gelombang tersebut secara kuallitatif menunjukkan kandungan molekul air yang rendah pada produk. Secara umum, spektrum FTIR dari produk silika yang dihasilkan ditampilkan pada Gambar 1.

25 menit 25 menit 20 menit 20 menit Ethiograp peluahang (cm *)

Grafik Spektra FTIR Produk Silika

Gambar 1. Spektrum FTIR produk silika pada berbagai variasi waktu pengadukan

Secara umum, pada berbagai variasi waktu pengadukan tidak terlalu menunjukkan perbedaan yang signifikan mengenai produk yang didapatkan jika dilihat dari hasil intepretasi kualitatif spektra FTIR yang diperoleh. Pada penelitian lebih lanjut diharapkan dapat dilakukan kajian analisis lebih mendalam mengenai karakteristik produk silika yang dihasilkan dilihat dari ukuran partikel maupun karakteristik kristalinitasnya.

SIMPULAN

Pada penelitian ini diperoleh kesimpulan antara lain nilai yield silica yang didapatkan dari *recovery* limbah padat geothermal setelah proses leaching menunjukkan nilai terbesar pada waktu pengadukan selama 20 menit sebesar 79,92 %. Karakteristik

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

silika yang diperoleh dari produk silika yang didapatkan melalui intepretasi spektra FTIR menunjukkan adanya ikatan karakteristik yang menunjukkan sebagai senyawa silika.

Saran yang dapat digenerasi dari penelitian ini adalah perlu dilakukan pengkajian lebih lanjut mengenai asal sumber bahan limbah geothermal padat secara spesifik sebagai bahan baku untuk dilakukan recovery silika. Selain itu juga perlu dilakukan penelitian dan karakterisasi yang lebih lanjut dalam rangka untuk mencapai ukuran partikel silika dalam skala nano dari bahan baku limbah padat geothermal.

DAFTAR PUSTAKA

- Asadi, Z., & Norouzbeigi, R. (2018). Synthesis of colloidal nanosilica from waste glass powder as a low cost precursor. *Ceramics International*, 44(18), 22692–22697. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.09.050
- Boussaa, S. A., Kheloufi, A., Boutarek Zaourar, N., & Bouachma, S. (2017). Iron and aluminium removal from Algerian silica sand by acid leaching. *Acta Physica Polonica A*, 132(3), 1082–1086. https://doi.org/10.12693/APhysPolA.132.1082
- Gupta, S. (2019). Application of nano-silica in cement mortar and concrete. In *Smart Nanoconcretes and Cement-Based Materials: Properties, Modelling and Applications*. Elsevier Inc. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817854-6.00027-1
- Joni, I. M., Rukiah, & Panatarani, C. (2020). Synthesis of silica particles by precipitation method of sodium silicate: Effect of temperature, pH and mixing technique. *AIP Conference Proceedings*, 2219(May). https://doi.org/10.1063/5.0003074
- Li, K. M., Jiang, J. G., Tian, S. C., Chen, X. J., & Yan, F. (2014). Influence of silica types on synthesis and performance of amine-silica hybrid materials used for CO2 capture. *Journal of Physical Chemistry C*, 118(5), 2454–2462. https://doi.org/10.1021/jp408354r
- Rakhmasari, K. D., Perdana, I., Prasetya, A., & Pidhatika, B. (2019). Nanosilika dari Prekursor Silika Geotermal: Pengaruh Konsentrasi Surfaktan dan Dekomposisi Termal Pasca Sintesis. April, 1–7.
- Sakka, S. (2013). Sol-Gel Process and Applications. *Handbook of Advanced Ceramics: Materials, Applications, Processing, and Properties: Second Edition*, 883–910. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385469-8.00048-4
- Setyawan, A. Geothermal Energy: A Present From The Heart of The Earth [PDF document]. Retrieved from http://iesr.or.id/wp-content/uploads/2019/10/Dosen-

Vol. 7 No. 1 (2021)

E-ISSN: 2621-9794, P-ISSN: 2477-2097

- Undip Diskusi-pojok-energi-Geothermal-Aset.pdf
- Silviana, S., Sanyoto, G. J., Darmawan, A., & Sutanto, H. (2020). Geothermal silica waste as sustainable amorphous silica source for the synthesis of silica xerogels. *Rasayan Journal of Chemistry*, *13*(3), 1692–1700. https://doi.org/10.31788/RJC.2020.1335701
- Svavarsson, H. G., Einarsson, S., & Brynjolfsdottir, A. (2014). Adsorption applications of unmodified geothermal silica. *Geothermics*, *50*, 30–34. https://doi.org/10.1016/j.geothermics.2013.08.001
- Syabani, M. W., Ina, A., Indri, H., & Yayat, I. S. (2020). Silica from geothermal waste as reinforcing filler in artificial leather. *Key Engineering Materials*, *849 KEM*, 78–83. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.849.78
- Takahashi, Y., Yokoyama, T., & Tarutani, T. (1988). Effect of the Concentration of Sodium Chloride on the Polymerization of Silicic Acid. *Journal of the Geothermal Research Society of Japan*, 10(3), 225–235. https://doi.org/10.11367/grsj1979.10.225
- Vogel, A. I. (1979). Vogel's Textbook Of Macro And SemiMicro Qualitative Inorganic Analysis (G. Svehla (ed.); 5th ed.). Longman Inc.
- Wibowo, E. A. P., Arzanto, A. W., Maulana, K. D., & Rizkita, A. D. (2006). Preparasi dan karakterisasi nanosilika dari jerami padi. *Jurnal Ilmiah Sains Vol. 18 No. 1, April 2018*, *18*(1), 35–40.