

BAB I**PENDAHULUAN****1.1 Latar Belakang Masalah**

Berdasarkan Badan Pusat Statistik (2022), barang galian adalah unsur kimia, mineral, dan segala macam batuan yang merupakan endapan alam (tidak termasuk logam, batubara, minyak dan gas bumi, dan bahan radioaktif). Bahan galian biasanya digunakan sebagai bahan baku atau bahan penolong dalam bidang industri maupun konstruksi. Salah satu jenis bahan galian adalah pasir kuarsa atau yang dapat disebut sebagai pasir silika. Silika merupakan salah satu sumber daya alam yang melimpah di Indonesia. Menurut data ESDM, Indonesia memiliki potensi pasir silika sebesar 17 miliar ton yang tersebar hampir di seluruh wilayah Indonesia (Fatmawati *et al.*, 2020). Berdasarkan data yang diperoleh dari BPS, volume (m^3) produksi pasir silika yang dihasilkan pada tahun 2015 sampai 2020 mencapai $9.154.216 \text{ m}^3$ (Badan Pusat Statistik, 2022).

Menurut Dinas ESDM Jatim (2009), salah satu potensi bahan mineral disektor pertambangan wilayah Provinsi Jawa Timur adalah pasir silika, dimana salah satu lokasi penemuannya adalah di Lamongan (Munasir *et al.*, 2012). Berdasarkan Sistem Informasi Industri Lamongan (SIILA) (2022), persentase industri penambangan pasir di Lamongan mencapai 0,16% dimana terdapat 28 perusahaan yang bergerak di bidang tersebut. Pada tahun 2020, sektor pertambangan dan penggalian Kabupaten Lamongan memberikan nilai tambah sekitar 1,37% (BPS Kabupaten Lamongan, 2022). Dalam pembuatan produk farmasi, bahan baku yang digunakan 90% masih berasal dari produk impor. Ketergantungan yang tinggi terhadap bahan baku impor menyebabkan harga obat menjadi mahal (Hidranto, 2020). Kabupaten Lamongan dapat menjadi potensi penambangan dan pemurnian silika dilihat dari lokasinya sebagai sumber daya pasir silika dan cukup banyaknya perusahaan yang bergerak di bidang penambangan pasir sehingga dapat mengurangi penggunaan bahan baku impor dan menjadi nilai tambah bagi Kabupaten Lamongan maupun Indonesia.

Pasir silika memiliki peranan yang penting dalam bidang industri, baik sebagai bahan baku utama maupun sebagai bahan baku penolong. Manfaat silika sebagai bahan baku utama adalah pemakaiannya dalam industri semen, kaca, botol, kosmetik, elektronik, keramik, karet, dan serat optik (Panias *et al.*, 2001; Sumarno *et al.*, 2015). Dalam industri farmasi, silika gel dapat digunakan sebagai adsorben pada *Solid Phase Extraction* (SPE)

maupun dalam sediaan farmasi lainnya, serta sebagai fase diam pada kromatografi. Silika dalam bentuk koloidal dapat digunakan sebagai agen *anticaking*, penstabil emulsi, glidan, agen pensuspensi, penghancur tablet, penstabil termal, dan agen peningkat viskositas (Rowe *et al.*, 2009).

Silika alam mengandung pengotor yang ikut terbawa selama proses pengendapan (Munasir *et al.*, 2012). Silika alam sulit didapatkan sebagai unsur yang memiliki kemurnian tinggi karena afinitas yang tinggi terhadap oksida dan atom lain. Ikatan antara oksigen dengan silikon bersifat kovalen dan ionik, sehingga membentuk ikatan yang kuat (Sumarno *et al.*, 2015). Silika memiliki komponen pengotor yang tidak diinginkan, terutama dalam bentuk logam, yaitu besi dalam bentuk trivalen. Logam besi berada dalam jumlah besar dan memberikan efek yang merugikan (Boussaa *et al.*, 2017). Berdasarkan spesifikasi yang beredar di pasaran, silika dengan kualitas tinggi mengandung besi dalam jumlah yang sangat kecil, yaitu $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 15$ ppm. Dalam penggunaannya sebagai adsorben pada SPE, ion logam yang ada di permukaan silika dapat membentuk tempat penyerapan nonspesifik dengan aktivitas tinggi. Terbentuknya tempat penyerapan tersebut dapat mempengaruhi terlarutnya silika ketika bersentuhan dengan pelarut (Telepchak *et al.*, 2004; Vatalis *et al.*, 2015). Analit tertentu dapat membentuk kelat dengan ion logam pada permukaan silika sehingga akan mempengaruhi bentuk puncak dan menghasilkan *peak tailing* pada kromatogram (Jandera, 2019). Kerugian lain dari adanya besi dalam silika adalah merusak transparansi kaca, mengganggu transmisi dalam serat optik, serta mempengaruhi produksi silikon murni (Boussaa *et al.*, 2017). Oleh karena itu, untuk mendapatkan silika dengan kualitas tinggi perlu dilakukan pemurnian terhadap silika alam.

Pemurnian silika dapat dilakukan dengan beberapa cara, yaitu secara kimia melalui proses *leaching* asam yang menggunakan asam organik (asam oksalat, sitrat, asetat dan glukonat) dan asam anorganik (sulfat, hidroklorik, fosfat, nitrat, asam perklorat); secara fisika melalui *mechanical scrubbing* atau *magnetic separation*; dan secara biologi dengan bantuan mikroorganisme (Boussaa *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2021; Sumarno *et al.*, 2015). Teknik pemurnian secara fisika umumnya kurang efektif untuk proses pemurnian dibandingkan dengan teknik kimia yang bertujuan untuk melarutkan senyawa-senyawa logam yang terikat pada silika. Sementara itu, Teknik biologi membutuhkan waktu yang lama. Berdasarkan beberapa hasil penelitian, pemurnian secara kimia memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan dengan fisika dan biologi (Boussaa *et al.*, 2017; Suratman dan Handayani, 2014).

Leaching adalah metode ekstraksi padat-cair dimana proses pemisahan pengotor logam menggunakan reagen yang berperan sebagai pelarut untuk melarutkan logam. Reagen yang umum digunakan adalah asam kuat seperti asam sulfat (H_2SO_4), asam nitrat (HNO_3), dan asam klorida (HCl) (Yuliusman *et al.*, 2018). Boussaa *et al* (2017) melakukan penelitian untuk menghilangkan besi dalam pasir silika yang berasal dari Algeria menggunakan metode *leaching* asam. Penelitian dilakukan dengan membandingkan hasil pemurnian menggunakan empat jenis asam yang berbeda, yaitu asam sulfat (H_2SO_4), asam fosfat (H_3PO_4), asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$), dan asam nitrat (HNO_3). Selain menggunakan asam yang berbeda, penelitian tersebut juga menggunakan beberapa durasi *leaching*, yakni 30, 60, 90, 120, dan 150 menit. Berdasarkan hasil penelitian, H_2SO_4 merupakan asam yang dapat menghilangkan kadar Fe paling besar, yaitu mencapai 97,9% setelah proses *leaching* selama 2 jam (Boussaa *et al.*, 2017). Penelitian lainnya dilakukan oleh Suratman dan Handayani (2014) yang memurnikan pasir silika dari Sambiroto, Jawa Tengah. *Leaching* asam dilakukan menggunakan HCl dan H_2SO_4 dengan dua konsentrasi yang berbeda, yaitu 2 M dan 4 M untuk masing-masing asam. Uji dilakukan selama 4 jam. Berdasarkan hasil yang diperoleh, HCl dan H_2SO_4 4 M memberikan hasil yang lebih baik daripada HCl dan H_2SO_4 2 M. Bila dibandingkan hasil penghilangan Fe_2O_3 antara HCl 4 M dan H_2SO_4 4 M, data menunjukkan bahwa H_2SO_4 4 M memberikan hasil yang lebih baik, dimana konsentrasi Fe_2O_3 yang terkandung dalam silika adalah 0,0543 %. Sedangkan, untuk penggunaan HCl 4 M memberikan hasil 0,0960 % (Suratman and Handayani, 2014). Sulistiyono *et al* (2021) melakukan penelitian penghilangan besi menggunakan metode *leaching* asam untuk meningkatkan kualitas silika yang berasal dari Sukabumi, Indonesia. Pada penelitian ini, *leaching* asam dilakukan dengan konsentrasi H_2SO_4 yang berbeda-beda. Berdasarkan hasil yang diperoleh, peningkatan konsentrasi H_2SO_4 dari 4 N ke 6 N dan 8 N menyebabkan penurunan kadar SiO_2 pada silika. Sementara itu, peningkatan konsentrasi H_2SO_4 dari 8 N ke 10 N memberikan penurunan kadar Fe_2O_3 dan peningkatan kadar SiO_2 yang paling signifikan (Sulistiyono *et al.*, 2021). Pada penelitian-penelitian di atas, diketahui bahwa H_2SO_4 merupakan asam kuat yang lebih baik digunakan sebagai reagen dalam pemurnian dibandingkan dengan asam kuat yang lain. Persentase kadar Fe_2O_3 yang hilang pada penggunaan H_2SO_4 10 N dan waktu *leaching* 5 jam adalah 85,34% dengan hasil kadar Fe_2O_3 pada kondisi pemurnian tersebut adalah 940 ppm. Kadar tersebut masih cukup tinggi dibandingkan dengan kadar yang terdapat dalam spesifikasi pada silika dengan kualitas tinggi. Pada penelitian ini konsentrasi ditingkatkan hingga 14 N dan waktu *leaching* ditingkatkan hingga 7 jam untuk melihat apakah peningkatan tersebut masih

dapat menurunkan kadar Fe_2O_3 pada silika. Penggunaan konsentrasi dibatasi hingga 14 N karena semakin pekat H_2SO_4 yang digunakan memiliki potensi untuk menurunkan kadar SiO_2 pada silika.

Penetapan kadar besi dapat dilakukan dengan beberapa cara, yaitu Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), spektrofotometri UV-Vis, titrimetri, *Inductively Couple Plasma* (ICP)-OES, maupun *Inductively Couple Plasma* (ICP)-MS. Penggunaan spektrofotometri UV-Vis pada penetapan kadar Fe_2O_3 tidak dapat dilakukan secara langsung, namun perlu direaksikan dahulu untuk membentuk senyawa kompleks yang stabil dan menghasilkan warna merah-jingga. Pereaksi yang biasanya digunakan adalah fenantrolin (Lexia dan Ngibad, 2021). Instrumen ICP-OES dan ICP-MS adalah metode yang efektif, namun belum banyak industri yang memiliki instrumen tersebut. Selain itu, ICP-OES dan ICP-MS memiliki cara pemeliharaan yang lebih sulit, serta membutuhkan personel yang ahli dalam pengoperasian alat (Helaluddin *et al.*, 2016; Ravipati *et al.*, 2021). Metode titrimetri yang biasanya digunakan adalah permanganometri dan serimetri, dimana keduanya termasuk dalam titrasi redoks (Putra dan Sugiarso, 2016). Titrasi dapat digunakan pada senyawa-senyawa pereduksi dan pengoksidasi (Yusuf, 2019). Penggunaan metode titrimetri pada penetapan kadar dapat menghasilkan kadar yang lebih besar karena memiliki limit deteksi yang lebih besar (Zhou *et al.*, 2020). Selain itu, bahan yang digunakan dalam titrasi serimetri tergolong mahal (Putra and Sugiarso, 2016). Metode penentuan kadar Fe_2O_3 pada pasir kuarsa tercantum dalam Standar Nasional Indonesia (SNI) 13-6668-2001 “Penentuan Kadar SiO_2 Total, Al_2O_3 , Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , dan TiO_2 Contoh Pasir Kuarsa”. Pada metode standar tersebut, penentuan kadar dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Spektrofotometri Serapan Atom adalah teknik mengukur secara kuantitatif jumlah unsur kimia yang ada dalam sampel dengan mengukur radiasi yang diserap oleh unsur yang diinginkan (Farrukh, 2012). Metode ini cocok untuk mengukur unsur-unsur logam dalam jumlah yang kecil (*trace* dan *ultratrace*) karena kepekaannya yang tinggi (Gandjar dan Rohman, 2015). Pengukuran serapan atom didasarkan pada jumlah cahaya yang terserap pada panjang gelombang resonansi saat cahaya melewati awan atom. Dengan mengukur jumlah cahaya yang diserap, dapat ditetapkan jumlah analit yang ada secara kuantitatif (Beaty dan Kerber, 1993). Sumber cahaya eksternal, seperti *Hollow cathode lamp* (HCL) digunakan untuk memancarkan garis spektral yang sesuai dengan energi yang dibutuhkan untuk memperoleh transisi elektronik dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi (Lewen, 2011). Pada penggunaan metode standar perlu dilakukan verifikasi metode untuk memenuhi

spesifikasi kinerja metode pengujian. Verifikasi metode meliputi linearitas, akurasi, presisi, LOD, dan LOQ (FDA, 2020).

Dalam penelitian ini akan dilakukan pemurnian silika alam yang berasal dari Desa Sukobendu, Kecamatan Mantup, Kabupaten Lamongan, Jawa Timur. Pemurnian dilakukan dengan metode *leaching* asam menggunakan H_2SO_4 dengan 3 konsentrasi yang berbeda, yaitu 10 N, 12 N, dan 14 N. Waktu *leaching* asam juga menggunakan 3 waktu berbeda, yaitu 3 jam, 5 jam, dan 7 jam. Penentuan kadar Fe_2O_3 dilakukan pada silika sebelum dan sesudah dimurnikan.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa kadar Fe_2O_3 yang terkandung dalam silika setelah proses *leaching* menggunakan H_2SO_4 10 N, 12 N, dan 14 N; serta waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam?
2. Apakah terdapat perbedaan kadar Fe_2O_3 pada silika sebelum dan sesudah dimurnikan dengan metode *leaching* menggunakan H_2SO_4 10 N, 12 N, dan 14 N; serta waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam?
3. Apakah peningkatan konsentrasi H_2SO_4 10 N, 12 N, dan 14 N; serta waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam akan semakin menurunkan kadar Fe_2O_3 pada silika?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui kadar Fe_2O_3 yang terkandung dalam silika setelah proses *leaching* menggunakan H_2SO_4 10 N, 12 N, dan 14 N; serta waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam.
2. Mengetahui perbedaan kadar Fe_2O_3 pada silika sebelum dan sesudah dimurnikan dengan metode *leaching* menggunakan H_2SO_4 10 N, 12 N, dan 14 N; serta waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam.
3. Mengetahui hubungan peningkatan konsentrasi H_2SO_4 10 N, 12 N, dan 14 N; serta waktu *leaching* 3 jam, 5 jam, dan 7 jam terhadap kadar Fe_2O_3 pada silika.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu referensi dalam menghilangkan logam besi pada silika menggunakan metode *leaching* asam dengan H_2SO_4 .

2. Penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan kualitas silika sebagai salah satu sumber daya alam (SDA) yang melimpah di Indonesia.