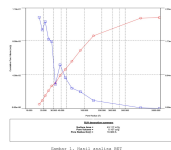


(12) PATEN INDONESIA	(11) IDS00002241	(13) B
(19) DIREKTORAT JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL	(45) 28 Mar 2019	

(51) Klasifikasi IPC : C01B 33/037, C01B 33/152, C01B 33/154, C01B 33/155, C01B 33/187	(71) Nama dan Alamat yang Mengajukan Permohonan Paten : UNIVERSITAS DIPONEGORO, Jl. Prof. Soedarto, SH Tembalang, ID
(21) No. Permohonan Paten : SID201804130	(72) Nama Inventor : Ari Purnomo, ID Adelia Dian Oktaviani, ID Febio Dalanta, ID Silviana, ID
(22) Tanggal Penerimaan : 04 Jun 2018	(74) Nama dan Alamat Konsultan Paten : - - -
(30) Data Prioritas : (31) Nomor (32) Tanggal (33) Negara	Pemeriksa Paten : Ir. Susilo Wardoyo
(43) Tanggal Pengumuman : 28 Sep 2018	Jumlah Klaim : 1
(56) Dokumen Pemandang : -	

(54) Judul Invensi : PEMBUATAN ASAM SILIKAT SEBAGAI BAHAN UTAMA PELAPIS SUPERHIDROFOBİK DENGAN PROSES PELINDIAN MENGGUNAKAN ASAM KLORIDA
(57) Abstrak :

Permasalahan kerak silika pada pembangkit listrik tenaga panas bumi di Dieng dapat mengganggu sistem perpipaan pada pabrik tersebut. Hal ini berakibat pada penurunan efisiensi panas bumi hingga 70 % hingga menyebabkan penurunan kapasitas listrik yang dihasilkan. Akumulasi limbah dalam bentuk lumpur mencapai 10 ton / hari dimana 10 % berupa silika padat. Untuk memanfaatkan silika tersebut menjadi berbagai produk bernilai, maka silika tersebut harus memiliki kandungan silika yang tinggi dengan sedikit pengotor. Invensi ini berhubungan dengan kondisi optimum dalam pemurnian silika terutama dalam penghilangan unsur besi (Fe) melalui proses pelindian menggunakan asam klorida dengan konsentrasi 5,5 M dan suhu operasi 70°C menghasilkan kandungan silika 96,26 % dan besi (Fe) 0,488 %. Melalui proses pemurnian yang praktis dan sederhana dengan satu tahap proses mampu menghasilkan asam silikat sebagai produk antara. Asam Silikat tersebut baik digunakan untuk pelapis superhidrofobik dalam meningkatkan daya tahan berbagai material maupun kemampuan pembersihan mandiri terhadap penempelan kotoran pada permukaan material. Hal ini dikarenakan silika geotermal hasil pelindian memiliki luas permukaan 43,117 m²/g, volume pori 0,107 cc/g, jarak antar pori 16,960A dan struktur yang *amorf*.



Deskripsi

**PEMBUATAN ASAM SILIKAT SEBAGAI BAHAN UTAMA PELAPIS
SUPERHIDROFOBİK DENGAN PROSES PELINDIAN MENGGUNAKAN ASAM
KLORIDA**

5

Bidang Teknik Invensi

Invensi ini berkaitan dengan optimasi konsentrasi dan suhu pada proses pelindian asam terhadap kerak silika dari limbah padatan Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi di Dieng Kabupaten Wonosobo. Silika dari limbah padatan tersebut belum mencapai kadar yang diinginkan untuk dibuat menjadi asam silikat sebagai bahan utama pelapisan superhidrofobik. Sehingga dilakukan proses pelindian dengan asam klorida untuk mendapatkan kadar silika (SiO_2) yang lebih dari 95%. Optimasi digunakan untuk menemukan kondisi proses yang efisien dalam pemurnian kerak silika.

Latar Belakang Invensi

Di berbagai pembangkit listrik geotermal (panas bumi), silika hadir sebagai kerak silika dari peralatan perpipaan (Guerra, 2012). Kerak silika pada pipa produksi berakibat pada penyumbatan pipa sehingga mengurangi luas area dari pipa yang digunakan. Hal ini menyebabkan penurunan efisiensi energi panas bumi sebesar 70 % dan berakibat pada penurunan kapasitas listrik yang dihasilkan. Akumulasi limbah dalam bentuk lumpur mencapai 10 ton / hari, yang menghasilkan sekitar 10% skala silika padat limbah (Silviana et al., 2017).

Untuk memanfaatkan silika ini, invensi sebelumnya menggunakan proses pembakaran (US Patent no 8135308). Penelitian tersebut menghasilkan silika dengan kemurniaan sebesar 90% melalui proses pelindian asam tunggal dengan

pengotor oksida besi (Fe_2O_3) sebesar 1,51%. Namun, penggunaan proses pembakaran pada suhu tinggi memerlukan energi yang besar. Selain itu, keberadaan oksida besi dengan kadar sebesar ini dalam senyawa silika dapat merusak transmisi serat optik, transparansi gelas, perubahan warna keramik, dan depresi titik leleh bahan tahan api (Chammas et al., 2001). Jadi, penting untuk mengurangi senyawa oksida besi di bawah 0.5% untuk mencapai silika kaca optik (Odeh et al., 2013).

10 Penghilangan oksida besi dalam senyawa pasir silika juga dilakukan dengan pelindian asam (Khalifa et al., 2012), *Shaft rotated chamber* (US Patent US20050139148A1), dan *flux moving step* menggunakan CaO (Japan Patent JP2003012317A. Tetapi berbagai metode tersebut membutuhkan rangkaian peralatan yang kompleks dan sulit diaplikasikan dalam skala industri. Penelitian lain oleh (Khalifa et al., 2012) mampu mengurangi konsentrasi zat besi dari awal 300 ppm menjadi 153 ppm dengan pelindian asam menggunakan campuran asam klorida dan asam nitrat. Sementara, 15 penelitian penghilangan oksida besi juga dilakukan oleh Du (2011) menggunakan asam oksalat ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) sebagai asam, dibantu oleh proses ultrasonifikasi diperoleh penurunan oksida besi sebesar 16.3%. Namun, penelitian ini memerlukan dua tahapan proses pelindian yang tidak 20 efisien.

Oleh karena itu, untuk mencapai kadar silika mencapai lebih dari 95% dengan kandungan besi oksida maksimal sebesar 0,5%, serta proses yang efisien maka invensi ini difokuskan pada proses pemurnian silika geothermal dengan metode pemurnian pelindian asam satu tahap menggunakan asam klorida (HCl). Variasi konsentrasi asam klorida dan suhu operasi menjadi tinjauan optimasi sehingga diperoleh kondisi optimum dalam menghasilkan silika dengan kadar 30

lebih dari 95%, yang akan dimanfaatkan untuk membuat Asam Silikat sebagai bahan pelapis superhidrofobik pada berbagai material.

5 Ringkasan Invensi

Invensi berkaitan dengan proses pelindian asam untuk menurunkan kadar Fe_2O_3 sehingga dapat meningkatkan kandungan silika dalam limbah geotermal PT. Geo Dipa Energi. Dengan didapatkannya kandungan silika yang tinggi
 10 yaitu 96,26 % dan kandungan Fe hanya 0,488 % maka hal ini baik digunakan sebagai pelapis superhidrofobik dengan sifat pembersihan mandiri.

Tahapan dalam mendapatkan silika dengan kemurnian yang tinggi adalah sebagai berikut:

- 15 a. mengeringkan 100 gram silika geotermal dengan oven pada suhu konstan 105 °C selama 1 jam.
- b. mengecilkan ukuran silika dengan *High Energy Milling* (HEM) hingga ukuran 45 mikrometer.
- c. Melakukan pengayakan untuk mendapatkan ukuran
 20 silika yang seragam pada 45 mikrometer.
- d. Menimbang sebanyak 50 gram silika dengan ukuran 45 mikrometer.
- e. mencampurkan silika dan HCl dengan konsentrasi 5,5 Molar sebanyak 150 mL pada suhu 70°C selama
 25 3 jam dengan pengadukan konstan.
- f. mendinginkan campuran pada poin e selama 24 jam pada suhu ruang.
- g. memisahkan cairan dan endapan menggunakan pompa vakum sampai cukup kering.
- 30 h. mencuci endapan pada poin g dengan aquadest sampai didapatkan pH= 7 (netral).
- i. menyaring kembali hingga didapatkan endapan silika dengan pH=7.

j. mengeringkan hasil endapan poin i dengan menggunakan oven pada suhu 105°C sampai kadar air sama dengan nol.

5 Uraian Singkat Gambar

Gambar 1 menunjukkan interpretasi data *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) untuk mengetahui ukuran pori dan luas permukaan dari silika.

10 Gambar 2 menunjukkan hasil pengukuran menggunakan *X-ray fluorescence* (XRF) untuk mengetahui komposisi mineral-mineral dalam silika.

Gambar 3 menunjukkan hasil pengukuran *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas silika geotermal.

15

Uraian Lengkap Invensi

Invensi yang diusulkan adalah pembuatan Asam Silikat sebagai bahan utama pelapis superhidrofobik dengan proses pelindian menggunakan asam klorida. Asam Silikat tersebut
 20 harus memiliki kandungan silika yang tinggi dan kandungan pengotor (impuritas) yang rendah terutama kandungan besi (Fe). Asam Silikat digunakan sebagai bahan utama dalam pelapisan permukaan material seperti besi, bambu ataupun kaca sehingga dapat meminimalkan kontak dengan air serta
 25 mampu membuat material tersebut tetap dalam keadaan bersih. Hal ini akan meningkatkan daya tahan baik secara fisik maupun kimia pada material tersebut. Variasi Hcl dan Suhu yang digunakan dalam menghasilkan kemurniaan silika yang tinggi dengan proses yang sederhana sesuai dengan
 30 tabel sebagai berikut :

Konsentrai HCl	Suhu
1 - 6 Molar	40 - 100 °C

Silika yang digunakan dalam invensi ini bersumber dari limbah padatan geotermal Dieng. Limbah berupa lumpur dari geotermal Dieng dihasilkan sebanyak 10 ton/hari selama proses pemanfaatan energi panas geothermal menjadi listrik. Dari limbah lumpur tersebut sepuluh persennya adalah limbah padat. Limbah padatan geotermal memiliki kandungan silika oksida (SiO_2) yang cukup tinggi yaitu mencapai 88,45%. Tahapan atau proses pelindian silika geotermal PT Geo Dipa Energi yaitu sebagai berikut:

10 Preparasi limbah kerak silika mengacu pada penelitian Silviana dkk. (2017) dengan beberapa modifikasi. Sebanyak 200 gram limbah kerak silika tersebut dikeringkan pada suhu 110 °C selama 24 jam untuk menghilangkan air yang terjebak didalam silika kemudian dihaluskan menggunakan
15 *high energy milling* (HEM) sampai berukuran 200 mesh (45 mikron).

Pemurnian kerak silika berdasarkan penelitian Yogantari dan Sulistyani (2016) dengan beberapa modifikasi. Untuk menghilangkan kotoran non-organik,
20 sampel akan direndam ke dalam 200 ml larutan HCl dengan berbagai konsentrasi mulai dari 1 - 6 M (analisis pro konsentrasi MERCK 37% v / v) dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu dengan variasi 40 sampai 100 °C selama 4 jam dengan pengadukan konstan menggunakan hot stirrer
25 dilengkapi dengan pendingin leibig. Kemudian didiamkan selama 24 jam. Setelah itu, silika dicuci dengan aquadest sampai pH 7. Silika kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman 42 dan dikeringkan pada suhu 110 °C dengan oven selama 3 jam.

30 Silika yang dihasilkan kemudian dianalisa dengan menggunakan menggunakan X-ray fluorescence (XRF) untuk mengetahui komposisi mineral dalam silika, Brunauer-Emmett-Teller (BET) untuk mengetahui ukuran pori dari

silika serta X-ray diffraction (XRD) untuk mengetahui kristalinitas silika geotermal tersebut dengan berbagai variasi konsentrasi silika dan suhu. Setelah itu dilakukan pengolahan data dan penentuan kondisi optimum menggunakan metode grafis.

Kondisi optimum yang didapatkan yaitu dengan menggunakan HCl 5,5 M dan suhu 70 °C menghasilkan silika dengan kemurnian 96,26 % dan kandungan besi (Fe) sebesar 0,488 % dengan data berbentuk kuadrat. luas permukaan 43,117 m²/g, volume pori 0,107 cc/g, dan jarak antar pori 16,960 amstrong. Hal ini sejalan dengan analisa XRD yang menyatakan silika goetermal memiliki struktur yang amorf dengan luas permukaan yang besar.

15

20

25

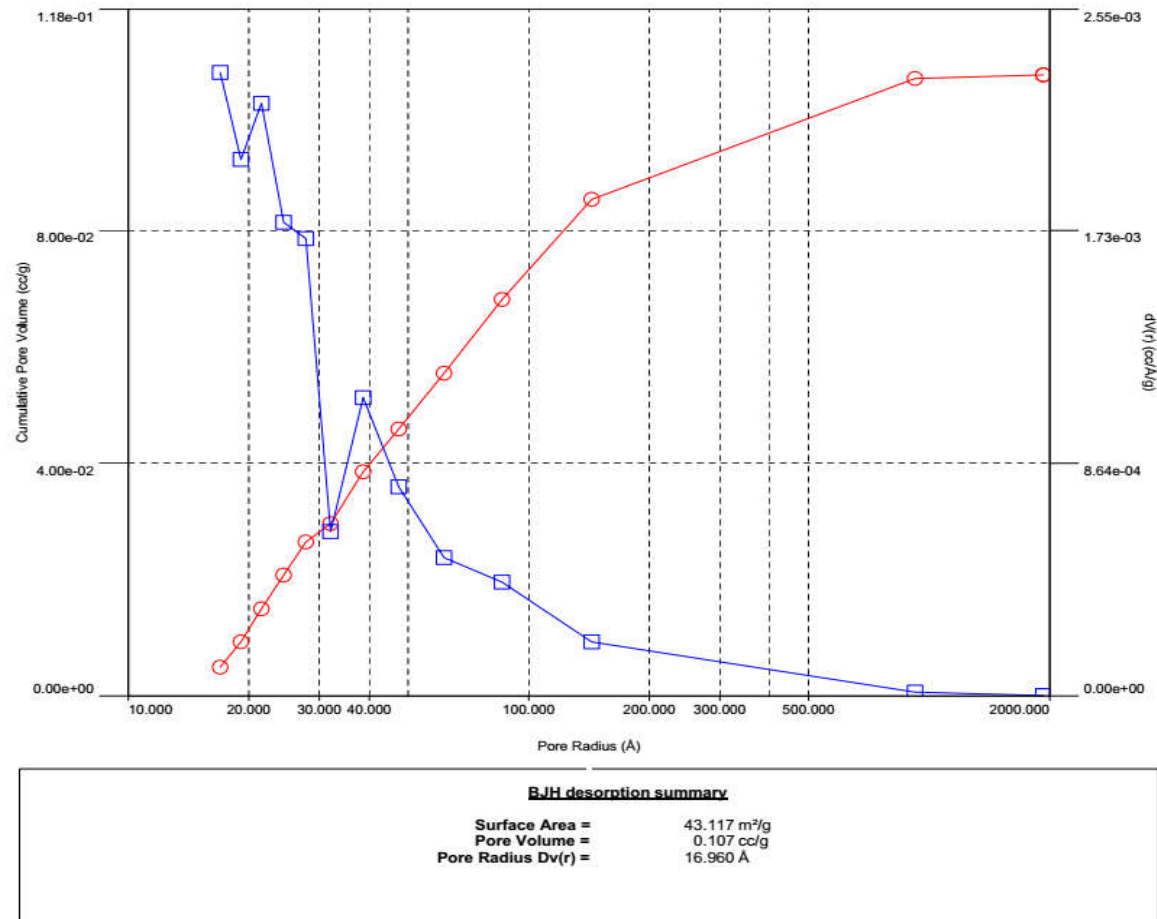
30

Klaim

1. Pembuatan asam silikat sebagai bahan utama pelapis superhidrofobik dengan proses pelindian menggunakan asam klorida pada kondisi optimum HCl 5,5 M dan suhu 70°C menghasilkan silika dengan kemurnian 96,26 % dan kandungan besi (Fe) sebesar 0,488 %. Dengan tahapan sebagai berikut:
 - a. mengeringkan 100 gram silika geotermal dengan oven pada suhu konstan 105 °C selama 1 jam;
 - 10 b. mengecilkan ukuran silika dengan *High Energy Milling* (HEM) hingga ukuran 45 mikrometer;
 - c. melakukan pengayakan untuk mendapatkan ukuran silika yang seragam pada 45 mikrometer;
 - d. menimbang sebanyak 50 gram silika dengan ukuran 45 mikrometer;
 - 15 e. mencampurkan silika dan HCl dengan konsentrasi 5,5 Molar sebanyak 150 mL pada suhu 70°C selama 3 jam dengan pengadukan konstan;
 - f. mendinginkan campuran pada poin e selama 24 jam pada suhu ruang;
 - 20 g. memisahkan cairan dan endapan menggunakan pompa vakum sampai cukup kering;
 - h. mencuci endapan pada poin g dengan aquadest sampai didapatkan pH= 7 (netral);
 - 25 i. menyaring kembali hingga didapatkan endapan silika dengan pH=7;
 - j. mengeringkan hasil endapan poin i dengan menggunakan oven pada suhu 105°C sampai kadar air sama dengan nol.

Abstrak**PEMBUATAN ASAM SILIKAT SEBAGAI BAHAN UTAMA PELAPIS
SUPERHIDROFOBİK DENGAN PROSES PELINDIAN MENGGUNAKAN ASAM
5 KLORIDA**

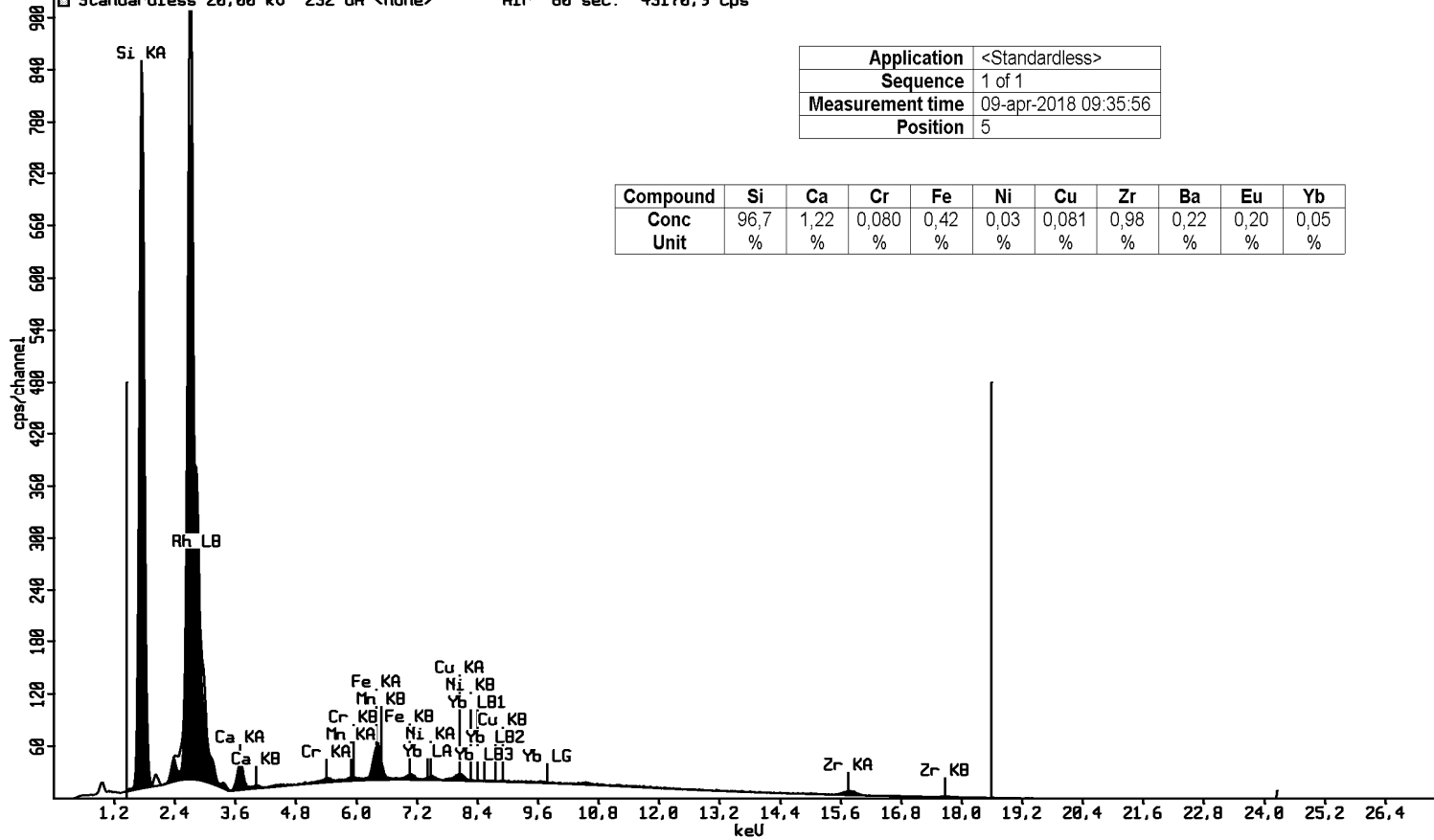
Permasalahan kerak silika pada pembangkit listrik tenaga panas bumi di Dieng dapat mengganggu sistem permipaan pada pabrik tersebut. Hal ini berakibat pada
10 penurunan efisiensi panas bumi hingga 70 % hingga menyebabkan penurunan kapasistas listrik yang dihasilkan. Akumulasi limbah dalam bentuk lumpur mencapai 10 ton / hari dimana 10 % berupa silika padat. Untuk memanfaatkan silika tersebut menjadi berbagai produk bernilai, maka
15 silika tersebut harus memiliki kandungan silika yang tinggi dengan sedikit pengotor. Invensi ini berhubungan dengan kondisi optimum dalam pemurniaan silika terutama dalam penghilangan unsur besi (Fe) melalui proses pelindian menggunakan asam klorida dengan konsentrasi 5,5
20 M dan suhu operasi 70°C menghasilkan kandungan silika 96,26 % dan besi (Fe) 0,488 %. Melalui proses pemurniaan yang praktis dan sederhana dengan satu tahap proses mampu menghasilkan asam silikat sebagai produk antara. Asam Silikat tersebut baik digunakan untuk pelapis
25 superhidrofobik dalam meningkatkan daya tahan berbagai material maupun kemampuan pembersihan mandiri terhadap penempelan kotoran pada permukaan material. Hal ini dikarenakan silika geotermal hasil pelindian memiliki luas permukaan 43,117 m²/g, volume pori 0,107 cc/g, jarak antar
30 pori 16,960Å dan struktur yang *amorf*.



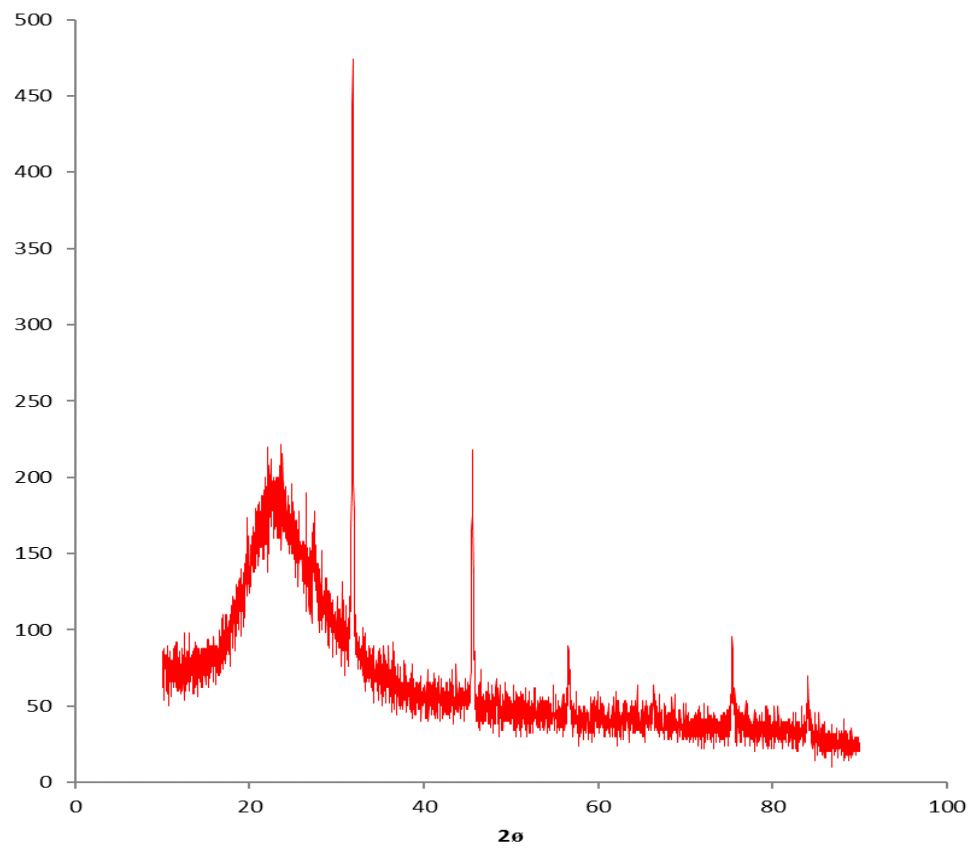
Gambar 1.

09-apr-2018 09:23:23 E 276 (S-05 Precipitated silica run 6)
□ Standardless 20,00 kU 232 uA <none> Air 60 sec. 43170,9 cps

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	09-apr-2018 09:35:56
Position	5



Gambar 2.



Gambar 3.