

PENGUNAAN AQUA REGIA DAN HCl SEBAGAI LARUTAN PELINDIAN PADA PROSES PEMURNIAN SILIKON TINGKAT METALURGI DENGAN VARIASI pH

Muhammad Yunan Hasbi^{1*}, Sigit Dwi Yudanto², Indah Nurhayati Ciptasari³, Septian Adi Chandra⁵, Efendi⁶, Bintang Adjiantoro⁷

^{*1234567}Peneliti Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI

Gedung 470 Kawasan Puspiptek Tangerang Selatan, Banten, 15314

*E-Mail: muhyunan.hasbi@gmail.com

ABSTRAK

Efisiensi dalam proses pemurnian silikon tingkat metalurgi (MG-Si) menggunakan larutan asam HNO_3+3HCl (aqua regia) dan HCl telah dilakukan dalam penelitian ini. Proses pemurnian menggunakan mekanisme pelindian dengan variasi pH = 1, pH = 2 dan pH = 3 dengan durasi pelindian 9 jam dan suhu 80 °C untuk masing-masing sampel. Dimana setiap sampel dilakukan pembilasan dengan aquades setiap 3 jam selama proses pelindian. Target pelindian yaitu untuk mengurangi unsur pengotor utama berupa Fe, Al dan Ti. Selanjutnya sampel hasil proses pelindian dikarakterisasi menggunakan *Inductively Coupled Plasma* (ICP) untuk mengetahui komposisi sampel hasil pelindian. Dari data yang dihasilkan oleh ICP kemudian dihitung efisiensi ekstraksi dan keefektifan larutan. Nilai optimum untuk efisiensi ekstraksi yaitu dengan larutan aqua regia pada pH = 3 sebesar 99,99889 % untuk unsur Ti. Kemudian nilai optimum untuk keefektifan larutan yaitu pada larutan HCl dengan pH = 1 sebesar 99,91897 %. Dengan kata lain, kedua larutan baik HCl dan aqua regia lebih efektif untuk mereduksi pengotor berupa unsur Ti, kemudian unsur Al dan terakhir unsur Fe. Sedangkan keefektifan larutan antara larutan HCl dibandingkan dengan larutan aqua regia tidak memiliki perbedaan yang signifikan.

Kata kunci : pelindian, HCl, aqua regia, pH, silikon tingkat metalurgi, keefektifan larutan, efisiensi ekstraksi

ABSTRACT

Efficiency in refining process of Metallurgy Grade Silicon (MG-Si) using HNO_3+3HCl (aqua regia) and HCl have been investigated. The purification process was using a leaching mechanism with various pH = 1, pH = 2 and pH = 3 followed by heating at 100 °C for 9 hours and subsequently each sample was rinsed by distilled water every 3 hours. The target was to reduce main impurities such as Fe, Al and Ti. Samples of leaching process have been confirmed by Induction Coupled Plasma (ICP) to determine the composition and then analyzed by extraction efficiency and effectiveness of the solution calculated. The optimum value for the extraction efficiency is by aqua regia at pH = 3 is 99,99889% for Ti. Then the optimum value of the effectiveness of solution is HCl at pH = 1 is 99,91897%. In the other words, both of HCl and aqua regia are more effective for reduce Ti, followed by Al and Fe. While the effectiveness of the solution between HCl and aqua regia does not have significant difference.

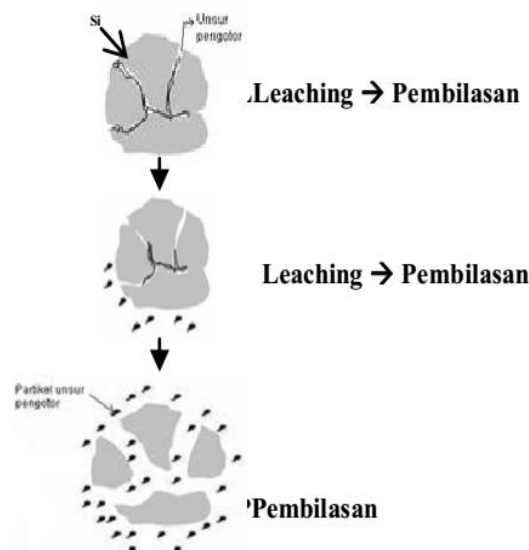
Keywords : leaching, HCl, aqua regia, pH, Metallurgy Grade Silicon, effectiveness of solution, extraction efficiency

PENDAHULUAN

Berbagai metode pemurnian *metallurgy grade silicon* (MG-Si) telah banyak berkembang dengan kelebihan dan kekurangannya dalam menghasilkan *Solar Grade Silicon* (SoG-Si). Beberapa metode pemurnian silikon seperti proses Siemen (Yu et al., 2011; Zhang, Wang, Ma, Xie, & Hu, 2013), fluidized bed reactor (Zhang et al., 2013) dan proses dekomposisi (Yu et al., 2011) merupakan proses dengan biaya yang sangat tinggi. Alternatif proses pemurnian lain dengan tingkat kesulitan yang relatif rendah serta biaya yang murah dapat diatasi dengan metode pelindian (Zhang et al., 2013). Proses pelindian MG-Si menggunakan asam termasuk dalam kategori pemurnian secara hidrometalurgi. Berbagai jenis larutan asam telah digunakan dalam pelindian MG-Si seperti aqua regia, asam hidrofliorik, asam hidroklorik, dan lain-lain (Norman et al., 1985; Zhang et al., 2013). Beberapa penelitian menyatakan bahwa efektifitas proses pelindian selain dipengaruhi oleh jenis larutan, juga dipengaruhi oleh ukuran partikel. Dalam penelitian tersebut dikatakan bahwa ukuran ideal partikel MG-Si yang akan dilakukan pelindian adalah 20 – 150 μm . (Dietl, 1983; Ma, Zhang, Wang, & Li, 2009; Sun et al., 2013; Zhang et al., 2013). Berdasarkan hasil

karakterisasi awal menggunakan XRF, MG-Si memiliki kandungan pengotor utama berupa Fe, Al dan Ti. Setiap unsur pengotor memiliki pengaruh yaitu menurunkan performa dengan membentuk intersisi pada batas butir Si (Coletti, 2011). Selain itu, unsur pengotor juga menyebabkan penurunan umur pakai, mengganggu proses regenerasi elektrik sehingga mendegradasi kemampuan elektrik material itu sendiri. (Coletti, 2011; Yu et al., 2011). Menurut peneliti lain (Hofstetter, Lelièvre, del Cañizo, & Luque, 2009), terdapat batas yang diijinkan untuk pengotor terkandung dalam sel surya silikon. Batas ini kemudian dijadikan sebagai acuan dalam mengendalikan pengotor pada setiap proses pemurnian.

Mekanisme pemurnian yang terjadi pada proses pelindian terjadi pada batas butir Si tempat dimana pengotor bertindak sebagai intersisi. Oleh karena hal tersebut, sangat penting dalam memperhitungkan ukuran butir material MG-Si yang akan dilindi. Semakin kecil ukuran butir MG-Si, maka semakin mudah larutan pelindian dalam melarutkan pengotor. Untuk lebih jelasnya, tahapan proses pelindian dapat dilihat pada gambar 1. (Adjiantoro & Mabruri, 2012)



Gambar 1. Mekanisme proses pelindian

Dalam penelitian ini akan dibahas mengenai pengaruh larutan pelindian HCl dan aqua regia terhadap kemurnian MG-Si dengan menggunakan variasi pH melalui pendekatan perhitungan keefektifan larutan dan efisiensi ekstraksi.

PROSEDUR PERCOBAAN

Preparasi Sampel

Persiapan bahan baku dilakukan dengan menghancurkan bongkahan MG-Si (gambar 2)

menggunakan *jaw crusher* dan dilanjutkan dengan *disc mill*. Target ukuran sampel yang akan dilakukan pelindian yaitu 325# atau setara dengan 44 μm . Selanjutnya yaitu dilakukan pemisahan sampel menggunakan *magnetic separator* baik dengan metode basah maupun metode kering. Konsentrat dari proses *magnetic separating* kemudian disisihkan untuk dipersiapkan proses selanjutnya.



Gambar 2. Sampel MG-Si

Proses Pelindian

Larutan pelindian yang digunakan yaitu HCl dan aqua regia dengan variasi pH masing-masing 1-3. Suhu pelindian yang digunakan yaitu 80°C dengan durasi pelindian 9 jam. Sampel hasil pelindian kemudian dicuci menggunakan aquades setiap 3 jam proses pelindian. Sehingga selama 9 jam proses pelindian, terdapat tiga kali pembilasan. Selanjutnya masing-masing sampel yang telah dilakukan pembilasan, disaring kemudian dikeringkan.

Karakterisasi

Sampel yang sudah dikeringkan kemudian dipersiapkan untuk dilakukan analisis komposisi kimia menggunakan *Induced Coupled Plasma (ICP)*. Analisis menggunakan ICP ini akan menghasilkan jumlah unsur pengotor yang terkandung dalam sampel hasil pelindian dalam satuan *part per*

million (ppm). Sebelum dilakukan analisis menggunakan ICP, diperlukan adanya larutan standar unsur pengotor yang akan diamati yaitu Fe, Al dan Ti. Larutan standar tersebut berfungsi sebagai *database* dalam mengkonfirmasi ada tidaknya unsur pengotor didalam larutan yang dianalisis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Komposisi awal sampel MG-Si sebelum dilakukan pelindian dapat dilihat pada tabel 1. Pengotor dengan jumlah terbanyak yaitu unsur Fe diikuti unsur Al dan Ti. Setelah dilakukan proses pelindian dan kemudian dikarakterisasi menggunakan ICP, terdapat penurunan jumlah pengotor baik unsur Fe, Al dan Ti dengan tingkat penurunan yang bervariasi. Komposisi kimia MG-Si paska dilakukan proses pelindian dengan menggunakan HCl dan aqua regia pada berbagai pH dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 1. Komposisi kimia bahan baku MG-Si (ppm)

Al	Fe	Ti	Si
300	320	285	Balance

Tabel 2. Komposisi kimia MG-Si hasil proses pelindian (ppm)

Larutan Pelindian	Variasi pH	Al	Fe	Ti	Σ
HCl	pH-1	0,341303	0,385447	0,006581	0,733331
	pH-2	0,330028	0,42237	0,005298	0,757696
	pH-3	0,393513	0,443573	0,004417	0,841503
Aqua regia	pH-1	0,358027	0,422936	0,00399	0,784953
	pH-2	0,361793	0,395557	0,003627	0,760977
	pH-3	0,386192	0,427116	0,003162	0,81647

Dari Tabel 1 dan Tabel 2 dapat dilihat terdapat penurunan signifikan antara sampel MG-Si sebelum dan sesudah dilakukan proses pelindian sehingga terbukti bahwa mekanisme pelindian yang dilakukan berhasil melarutkan sebagian besar pengotor baik Fe, Al dan Ti. Disisi lain, dengan adanya variasi pH untuk masing-masing larutan pelindian juga diperoleh efisiensi ekstraksi dan keefektifan larutan yang berbeda-beda. Untuk mengetahui efisiensi ekstraksi maka digunakan persamaan 1. (Tavengwa, Cukrowska, & Chimuka, 2015)

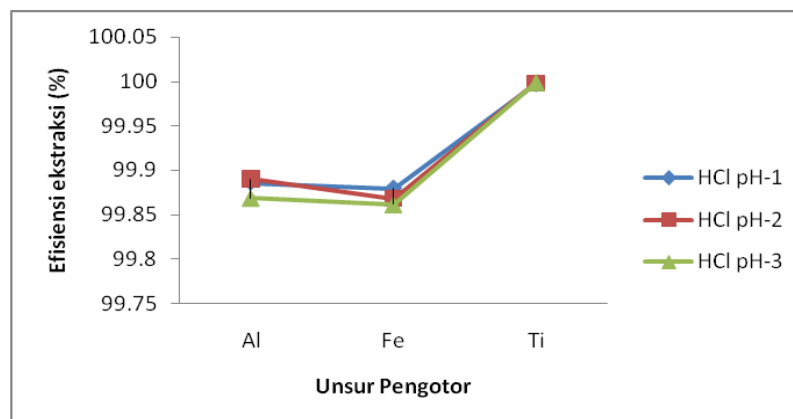
$$\text{Efisiensi ekstraksi} = \left\{ \left(\frac{E_p - E_q}{E_p} \right) \times 100\% \right\} \dots\dots 1)$$

dimana:

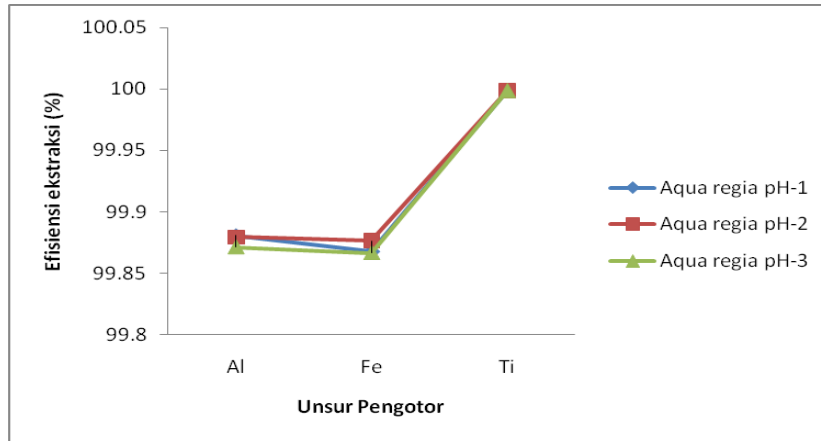
E_p = konsentrasi tiap unsur pengotor sebelum pelindian (dalam ppm)

E_q = konsentrasi tiap unsur pengotor setelah pelindian (dalam ppm)

Dengan persamaan 1 maka diperoleh nilai efisiensi ekstraksi dari masing-masing larutan pelindian pada tiap unsur pengotor dan tiap kondisi pH. Untuk larutan pelindian HCl, nilai efisiensi ekstraksi optimum terjadi pada kondisi pH = 3 untuk unsur Ti, kemudian diikuti unsur Al pada pH = 2 dan terakhir unsur Fe pada pH = 1. Hal serupa juga terjadi pada larutan aqua regia dimana efisiensi ekstraksi optimum diperoleh oleh unsur Ti dengan kondisi pH = 3. Agar mempermudah dalam mengetahui fluktuasi efisiensi ekstraksi yang diperoleh, maka penyajian data ditampilkan dalam bentuk grafik pada gambar 3 dan gambar 4.



Gambar 3. Nilai efisiensi ekstraksi unsur pengotor dengan larutan HCl dan variasi pH



Gambar 4. Nilai efisiensi ekstraksi unsur pengotor dengan larutan aqua regia dan variasi pH

Dari gambar 3 dan 4 menunjukkan bahwa dari masing-masing larutan pelindian, nilai efisiensi ekstraksi paling tinggi terjadi pada unsur pengotor Ti dengan nilai sebesar 99,9988% menggunakan larutan pelindian aqua regia pada pH = 3. Begitu juga yang terjadi pada larutan pelindian HCl, nilai efisiensi ekstraksi terbesar terjadi pada unsur pengotor Ti dengan nilai sebesar 99,9984% pada pH = 3. Hal tersebut menunjukkan bahwa baik dari larutan HCl dan larutan aqua regia sangat efektif dalam mengurangi unsur pengotor Ti karena memiliki nilai efisiensi ekstraksi yang tidak jauh berbeda. Selanjutnya, untuk mengetahui keefektifan larutan terhadap keseluruhan pengotor yang terkandung dalam sampel MG-Si maka digunakanlah persamaan 2 berikut.

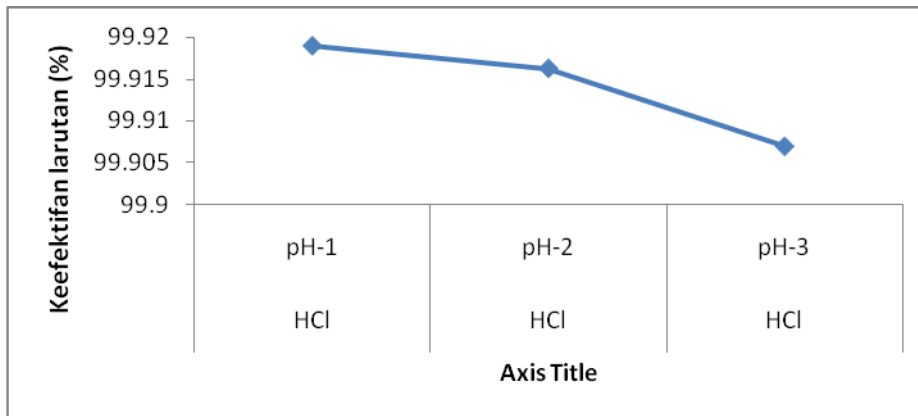
$$\text{Keefektifan larutan} = \left\{ \left(\frac{\sum n - \sum p}{\sum n} \right) \times 100\% \right\} \dots\dots\dots(2)$$

dimana:

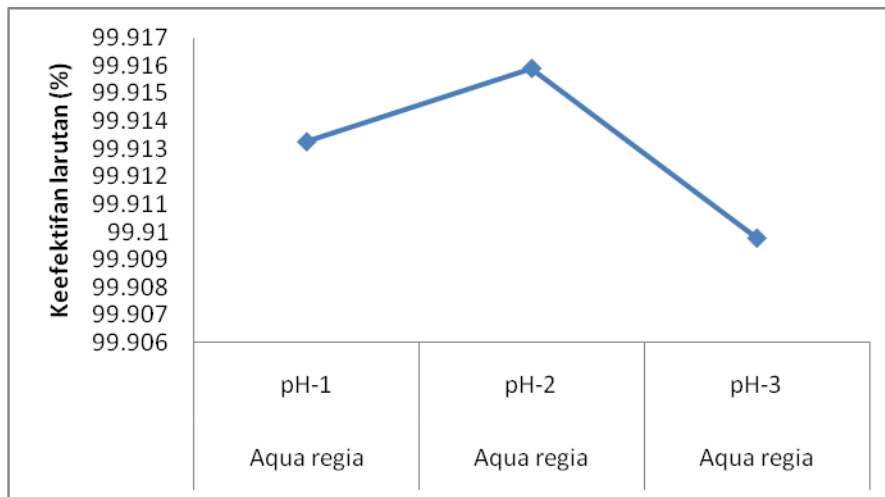
$\sum n$ = jumlah total konsentrasi unsur pengotor sebelum pelindian (dalam ppm)

$\sum p$ = jumlah total konsentrasi unsur pengotor setelah pelindian (dalam ppm)

Dari persamaan 2 dapat diketahui efektif tidaknya suatu larutan pelindian dalam mereduksi jumlah pengotor. Dalam hal ini pengotor yang akan dikurangi adalah unsur Fe, Al dan Ti. Nilai keefektifan larutan dari masing-masing larutan pelindian dapat dilihat pada gambar 5 dan gambar 6.



Gambar 5. Nilai keefektifan larutan HCl pada variasi pH



Gambar 6. Nilai keefektifan larutan aqua regia pada variasi pH

Nilai keefektifan larutan antara HCl dan aqua regia menunjukkan kecenderungan yang berbeda. Pada larutan HCl, nilai keefektifan larutan optimal terjadi pada kondisi pH = 1 dengan nilai mencapai 99,918% dan berangsur menurun ketika tingkat keasaman dikurangi. Namun tidak demikian yang terjadi pada larutan aqua regia, nilai keefektifan larutan mengalami fluktuasi dimana terjadi peningkatan pada kondisi pH = 2 kemudian menurun tajam pada pH = 3. Hal tersebut dimungkinkan pada aqua regia hanya efektif untuk salah satu unsur pengotor saja (unsur Ti) pada kondisi pH tertentu. Sedangkan HCl lebih universal dalam mengurangi unsur pengotor baik Fe, Al dan Ti.

SIMPULAN DAN SARAN

Penelitian mengenai pengaruh larutan pelindian pada variasi pH yang telah dilakukan menghasilkan kesimpulan bahwa larutan HCl dan aqua regia terbukti mampu mengurangi jumlah pengotor yang terdapat pada sampel MG-Si melalui metode pelindian. Pengaruh besar pH pada masing-masing larutan memiliki nilai optimum yang berbeda-beda dalam mengurangi kadar unsur pengotor berupa Al, Fe dan Ti. Kemudian dari perhitungan nilai efisiensi ekstraksi diperoleh bahwa nilai optimum untuk efisiensi ekstraksi yaitu dengan larutan aqua regia pada pH = 3 sebesar 99,99889 % untuk unsur Ti. Kemudian

nilai optimum untuk keefektifan larutan yaitu pada larutan HCl dengan pH = 1 sebesar 99,91897 %. Dengan kata lain, kedua larutan baik HCl dan aqua regia lebih efektif untuk mereduksi pengotor berupa unsur Ti, kemudian unsur Al dan terakhir unsur Fe. Sedangkan keefektifan larutan antara larutan HCl dibandingkan dengan larutan aqua regia tidak memiliki perbedaan yang signifikan.

Penelitian selanjutnya diharapkan dapat dilakukan dengan lebih memperhatikan pengaruh variasi ukuran butir MG-Si terhadap proses pelindian. Kemudian juga dapat meningkatkan analisis secara kualitatif menggunakan bantuan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui apakah unsur pengotor yang terdapat pada batas butir MG-Si benar-benar larut setelah dilakukan proses pelindian.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih penulis ucapkan atas pembiayaan yang telah diberikan oleh Pusat Penelitian Metalurgi dan Material – LIPI TA 2015 serta kontribusi tim penelitian dalam pelaksanaan kegiatan penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

Adjiantoro, B., & Mabruhi, E. (2012). Pengaruh Waktu Pelindian Pada Proses Pemurnian Silikon Tingkat Metalurgi Menggunakan Larutan HCl. *MAJALAH*

ILMU DAN TEKNOLOGI.

- Coletti, G. (2011). Impurities In Silicon And Their Impact on Solar Cell Performance, 114. <http://doi.org/978-9086-720-514>
- Dietl, J. (1983). Hydrometallurgical Purification of Metallurgical-Grade Silicon. *Solar Cells*, 10(2), 145–154. [http://doi.org/10.1016/0379-6787\(83\)90015-7](http://doi.org/10.1016/0379-6787(83)90015-7)
- Hofstetter, J., Lelièvre, J. F., del Cañizo, C., & Luque, A. (2009). Acceptable Contamination Levels in Solar Grade Silicon: From feedstock to solar cell. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*, 159–160(C), 299–304. <http://doi.org/10.1016/j.mseb.2008.05.021>
- Ma, X., Zhang, J., Wang, T., & Li, T. (2009). Hydrometallurgical Purification of Metallurgical Grade Silicon. *Rare Metals*, 28(3), 221–225. <http://doi.org/10.1007/s12598-009-0043-1>
- Norman, E., Absi, E. M., Raye, A. N. D., Thomas, E., Norman, C. E., Absi, E. M., & Thomas, R. E. (1985). Solar-Grade Silicon Substrates by a Powder-To-Ribbon Process. *Canadian Journal of Physics*, 63(6), 859–862.
- Sun, Y. H., Ye, Q. H., Guo, C. J., Chen, H. Y., Lang, X., David, F., ... Yang, C. M. (2013). Purification of Metallurgical-Grade Silicon Via Acid Leaching, Calcination And Quenching Before Boron Complexation. *Hydrometallurgy*, 139, 64–72. <http://doi.org/10.1016/j.hydromet.2013.07.002>
- Tavengwa, N. T., Cukrowska, E., & Chimuka, L. (2015). Selective Adsorption of Uranium (VI) on NaHCO₃ Leached Composite γ -Methacryloxypropyltrimethoxysilane Coated Magnetic Ion-imprinted Polymers Prepared by Precipitation Polymerization, 61–68.
- Yu, Z., Xie, K., Ma, W., Zhou, Y., Xie, G., & Dai, Y. (2011). Kinetics of Iron Removal From Metallurgical Grade Silicon With Pressure Leaching. *Rare Metals*, 30(6), 688–694. <http://doi.org/10.1007/s12598-011-0450-y>
- Zhang, H., Wang, Z., Ma, W., Xie, K., & Hu, L. (2013). Chemical Cracking Effect of Aqua Regia on the Purification of Metallurgical-Grade Silicon. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, (52), 7289–7269.