

BAB I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Dalam kehidupan sehari-hari kita sering mendengar kata pencemaran. Pencemaran sendiri terdiri dari beberapa macam, antara lain pencemaran tanah, pencemaran air, pencemaran udara, serta pencemaran suara. Pencemaran tersebut memberikan dampak yang sangat berbahaya terhadap kehidupan makhluk hidup¹.

Salah satu pencemaran yang memberikan dampak yang cukup besar adalah pencemaran air. Hal ini dikarenakan air merupakan sumber kehidupan makhluk hidup. Pencemaran air sendiri mengandung pengertian masuk atau dimasukkannya makhluk hidup, zat, atau komponen lain ke dalam air dari kegiatan manusia atau proses alam sehingga menurunkan kualitas air tersebut ke titik tertentu yang menyebabkan air menjadi kurang/tidak berfungsi lagi sesuai dengan peruntukannya.

Sumber pencemar dalam pencemaran air banyak berasal dari berbagai aktivitas manusia diantaranya adalah pembuangan limbah pabrik, limbah rumah tangga, adanya senyawa pestisida dan lain-lain yang mana banyak mengandung zat kimia berbahaya yang tidak baik untuk kesehatan manusia jika dikonsumsi untuk kebutuhan sehari-hari¹.

Hal ini membuat para peneliti banyak melakukan penelitian untuk mengurangi pencemaran air ini diantaranya membuat berbagai jenis adsorben yang dapat diaplikasikan untuk menyerap senyawa kimia berbahaya di dalam air. Salah satu adsorben yang menjadi perhatian peneliti adalah zeolit.

Zeolit merupakan senyawa alumina silikat berpori dengan struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral silika $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan alumina $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang terikat sedemikian rupa melalui atom oksigen. Keberadaan atom aluminium yang bermuatan negatif yang dimanfaatkan sebagai penukar ion sehingga dapat menyerap ion-ion logam berat di dalam air².

Batubara merupakan sumber energi yang penting dan banyak digunakan dengan kontribusi sekitar 23% total energi dunia. Hasil pembakaran pada pembangkit listrik berupa limbah padat yang berbentuk abu terbang (*fly ash*) dan abu dasar (*bottom ash*) serta gas-gas seperti CO_2 , SO_2 , NO_2 , dan H_2O^3 .

Fly ash didefinisikan oleh standar Eropa EN 450-1 sebagai bubuk berbutiran halus, yang terdiri dari partikel bulat kaca yang dihasilkan selama pembakaran batubara. *Fly ash* terdiri antara 60 dan 88% berat residu padat dari pembakaran batubara dan menjadi polutan yang tidak digunakan^[10]. Hasil XRF (*X-ray Fluorescence*) *Fly ash* PLTU Ombilin ini tersusun dari 51,8% silika (SiO_2), 26,9% alumina (Al_2O_3), 0,7% MgO, 2% CaO, dan 5,1% Fe_2O_3^3 .

Jumlah *fly ash* yang dihasilkan sangat besar mencapai 4000 ton/hari. *Fly ash* batubara biasanya ditumpuk begitu saja di area pembangkit listrik atau ditempatkan dilahan kosong. Sehingga pemanfaatan *fly ash* ini menjadi isu yang banyak menjadi perhatian peneliti diseluruh dunia. Besarnya kandungan silikat dan aluminat pada *fly ash* batubara berpotensi sebagai bahan baku dalam pembuatan zeolit. Zeolit dari *fly ash* batubara dapat digunakan sebagai adsorben limbah cair⁴.

Pada penelitian sebelumnya Upita dan Widya (2013) telah berhasil mensintesis zeolit dengan kadar silika rendah seperti NaX dari *fly ash* batubara PLTU Ombilin dengan metoda alkali hidrotermal menggunakan air laut dan air destilasi sebagai pelarut pada suhu 60°C yang diaplikasikan sebagai adsorben gas CO_2 dengan kemampuan penyerapan gas CO_2 sebesar 2,045 mmol CO_2 /gram adsorben. Sedangkan Upita dan Dedi (2016) telah berhasil mensintesis zeolit yang diaplikasikan sebagai adsorben untuk penyerapan amonia pada limbah rumah sakit dengan presentase penurunan limbah amonia berturut-turut sebesar 73,86% dan 81,70%.

Berdasarkan uraian diatas maka peneliti melakukan sintesis material zeolitik dari *fly ash* batubara PLTU Ombilin dengan metode alkali

hidrotermal menggunakan air laut sebagai pelarut pada pH 14 menggunakan *template CTA-Br* dan pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap daya serap zeolit sintesis. Zeolit yang dihasilkan dikarakterisasi dengan FT-IR (*Fourier Transform-Infra Red*), XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*)-EDX (*Energy Dispersive X-Ray*).

1.2 Rumusan Masalah

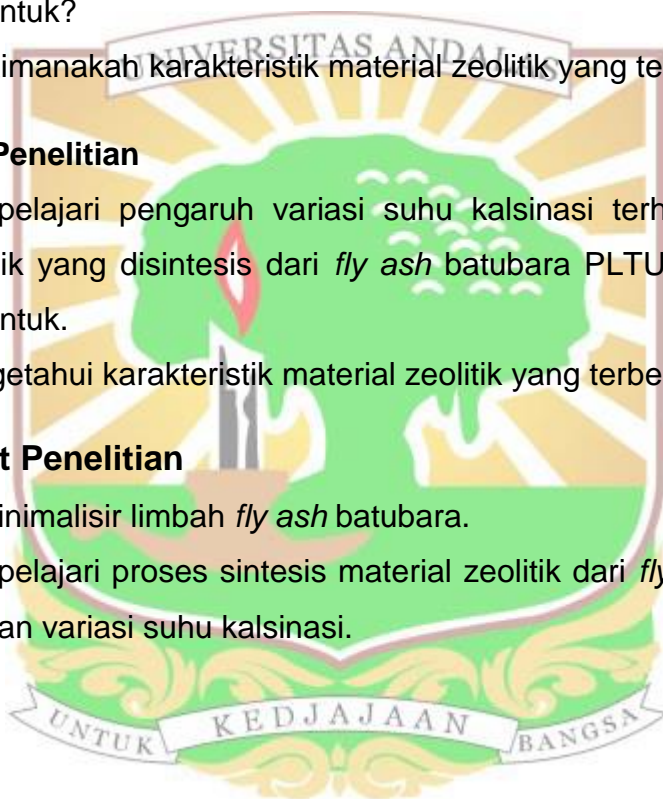
1. Bagaimanakah pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap material zeolitik yang disintesis dari *fly ash* batubara PLTU Ombilin yang terbentuk?
2. Bagaimanakah karakteristik material zeolitik yang terbentuk?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mempelajari pengaruh variasi suhu kalsinasi terhadap material zeolitik yang disintesis dari *fly ash* batubara PLTU Ombilin yang terbentuk.
2. Mengetahui karakteristik material zeolitik yang terbentuk.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Meminimalisir limbah *fly ash* batubara.
2. Mempelajari proses sintesis material zeolitik dari *fly ash* batubara dengan variasi suhu kalsinasi.



BAB II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit

Zeolit merupakan senyawa alumina silikat berpori dengan struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral silika $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan alumina $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang terikat sedemikian rupa melalui atom oksigen. Keberadaan atom aluminium yang bermuatan negatif yang dimanfaatkan sebagai penukar ion sehingga dapat menyerap ion-ion logam berat di dalam air².

Senyawa ini berstruktur tiga dimensi dan mempunyai pori yang dapat diisi oleh molekul air. Rumus empiris zeolit alam adalah : $M_{2/n}\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot x(\text{SiO}_2) \cdot y\text{H}_2\text{O}$; dengan

M : kation alkali atau alkali tanah,

n : valensi kation,

x : suatu harga dari 2 – 10

y : suatu harga dari 2 – 7

Zeolit tidak dapat diidentifikasi hanya berdasarkan analisa komposisi kimianya saja, melainkan harus dianalisa strukturnya⁵. Struktur zeolit kompleks dimana kerangka tetrahedral yang diperluas tak terhingga dari AlO_4 dan SiO_4 dan dihubungkan oleh atom oksigen⁶.

Zeolit pada dasarnya memiliki tiga variasi struktur yang berbeda yaitu:

- Struktur seperti rantai (*chain-like structure*), dengan bentuk kristal acicular dan prismatic, contoh: natrolit.
- Struktur seperti lembaran (*sheet-like structure*), dengan bentuk kristal platy atau tabular biasanya dengan basal cleavage baik, contoh: heulandit.
- Struktur rangka, dimana kristal yang ada memiliki dimensi yang hampir sama, contoh: kabasit⁶.

Zeolit memiliki sifat fisika dan kimia diantaranya adalah bersifat dehidrasi atau dapat melepaskan air tanpa terjadi penyusutan pada kerangka penyusun zeolit, bersifat sebagai katalis dimana gugus aktif

pada zeolit dapat mengikat gugus dari senyawa lain dan mempercepat terjadinya reaksi, bersifat sebagai adsorben dimana muatan negatif yang dimilikinya dapat mengikat atom positif dari senyawa lain sehingga terjadi penyerapan senyawa tersebut, dan bersifat ion exchange dimana logam pada zeolit dapat mudah bertukar dengan atom dari senyawa lain.

Mekanisme interaksi molekuler yang terjadi pada zeolit bisa secara penyerapan fisika (gaya Van der Waals), penyerapan kimia (gaya elektrostatik), ikatan hidrogen dan pembentukan kompleks koordinasi. Kapasitas penyerapan zeolit bergantung pada sifat senyawa yang akan diserap, kemampuan pertukaran ion, keasaman zeolit dan kelembaban system⁷.

Zeolit mempunyai berbagai kegunaan diantaranya adalah dalam bidang pertanian, rumah tangga, industri, pengolahan air dan pengolahan limbah cair. Sedangkan dalam bidang industri zeolit digunakan sebagai adsorben dan *support* katalis dalam pengolahan air dan limbah⁸.

2.1.1 Zeolit Alam

Zeolit alam merupakan hasil proses geotermal yang terjadi akibat adanya beberapa faktor lingkungan seperti tekanan, suhu dan pH pada daerah tertentu yang biasanya terdapat di daerah vulkanik dan perbukitan. Para ahli memperkirakan bahwa zeolit berasal dari letusan gunung berapi yang membeku menjadi batuan vulkanik, batuan metamorfosa dan batuan sedimen yang akan mengalami pelapukan diakibatkan oleh beberapa faktor-faktor lingkungan diantaranya panas, dan dingin, tekanan dan faktor lainnya dan berakhir menjadi zeolit⁹. Biasanya zeolit alam mengandung kation-kation K^+ , Na^+ , Ca^{2+} atau Mg^{2+} .

Zeolit alam merupakan batuan mineral yang banyak terdapat di Indonesia. Penggunaan zeolit sudah sangat luas diantaranya adalah dalam bidang pengolahan air dan limbah cair. Zeolit alam biasanya masih mengandung senyawa lain sehingga luas permukaannya lebih kecil daripada zeolit sintesis.

2.1.2 Zeolit Sintesis

Zeolit sintesis adalah zeolit yang dibuat atau disintesis pada skala labor maupun skala industri dimana mengalami banyak modifikasi seperti ukuran pori, luas permukaan dan tipe zeolit yang tergantung dari prekursor dalam sintesis zeolit. Pada dasarnya material zeolit sintesis memiliki sifat fisik dan kimia yang sama dengan zeolit alam. Akan tetapi zeolit sintesis lebih murni dibandingkan zeolit alam karena zeolit alam masih mengandung senyawa lainnya dan ukuran porinya lebih heterogen sedangkan ukuran pori zeolit sintesis dapat diatur sesuai kebutuhan dan lebih homogen.

Zeolit sintesis adalah material yang memiliki sifat fisik dan kimia yang hampir sama dengan sifat fisik dan kimia zeolit alam. Zeolit memiliki bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga yang saling berhubungan ke segala arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar¹⁰.

Zeolit sintesis dan zeolit alam memiliki beberapa perbedaan yaitu:

- Zeolit sintesis dibuat dari bahan kimia dan bahan-bahan alam dengan berbagai proses dan modifikasi sesuai kebutuhan sedangkan zeolit alam terbentuk dari proses geothermal di alam.
- Zeolit sintesis memiliki perbandingan silika dan alumina yaitu 1:1 dan sedangkan pada zeolit alam mencapai 5:1.
- Zeolit alam tidak larut dalam lingkungan yang asam seperti halnya zeolit sintesis.

Tabel 2.1 Pengelompokan beberapa mineral zeolit¹¹

Zeolit	Rumus kimia
Grup Analsim	
Analsim	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}]6\text{H}_2\text{O}$
Wairakit	$\text{Ca}_8[\text{Al}_{16}\text{Si}_{31}\text{O}_{96}]6\text{H}_2\text{O}$
Grup Natrolit	
Natrolit	$\text{Na}_{16}[\text{Al}_{16}\text{Si}_{24}\text{O}_{80}]6\text{H}_2\text{O}$
Thomsonit	$\text{Na}_{16}\text{Ca}_8[\text{Al}_{20}\text{Si}_{20}\text{O}_{80}]24\text{H}_2\text{O}$
Grup Heulandit	
Heulandit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{28}\text{O}_{72}]24\text{H}_2\text{O}$
Klipnotilolit	$\text{Na}_6[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}]24\text{H}_2\text{O}$
Grup Filipsit	
Filipsit	$\text{K}_2\text{Ca}_{1.5}[\text{Al}_6\text{Si}_{10}\text{O}_{32}]12\text{H}_2\text{O}$

Zeolit Na-P-1	$\text{Na}_8[\text{Al}_{31}\text{SiO}_{16}]16\text{H}_2\text{O}$
Grup Mordenit	
Mordenit	$\text{Na}_8[\text{Al}_8\text{Si}_{40}\text{O}_{96}]24\text{H}_2\text{O}$
Ferrierit	$\text{NaCa}_{0,5}\text{Mg}_2[\text{Al}_6\text{Si}_{30}\text{O}_{72}]24\text{H}_2\text{O}$
Grup Kabazit	
Kabazit	$\text{Ca}_2[\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{24}]13\text{H}_2\text{O}$
Zeolit L	$\text{K}_6\text{Na}_3[\text{Al}_9\text{Si}_{27}\text{O}_{72}]21\text{H}_2\text{O}$
Grup Faujasit	
Faujasit	$\text{Na}_{12}\text{Ca}_{12}\text{Mg}_{11}[\text{Al}_{58}\text{Si}_{134}\text{O}_{384}]235\text{H}_2\text{O}$
Zeolit A	$\text{Na}_{12}[\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}]27\text{H}_2\text{O}$
Grup Laumonit	
Laumonit	$\text{Ca}_4[\text{Al}_8\text{Si}_{16}\text{O}_{46}]16\text{H}_2\text{O}$
Grup Pentasil	
ZSM-5	$\text{Na}_n[\text{Al}_n\text{Si}_{96}\text{O}_{192}]16\text{H}_2\text{O}$
Grup Zeotype	
ALPO4-5	$[\text{Al}_{12}\text{P}_{12}\text{O}_{48}] (\text{C}_3\text{H}_7)_4 \text{NOH } q \text{ H}_2\text{O}$

2.2 Aktivasi Zeolit

Pada zeolit alam, biasanya terdapat pengotor-pengotor seperti adanya molekul air dalam pori dan oksida bebas di permukaan seperti Al_2O_3 , SiO_2 , CaO , MgO , Na_2O , dan K_2O , yang dapat menutupi pori-pori pada zeolit sehingga dapat menurunkan kapasitas adsorpsi dan sifat katalisis dari zeolit sehingga efektivitas penggunaan zeolit sangat rendah. Hal ini menyebabkan zeolit harus diaktivasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Aktivasi zeolit dapat dilakukan secara kimia dan fisika.

Aktivasi adalah proses perlakuan terhadap zeolit yang dilakukan untuk mengurangi pengotor pada zeolit sehingga diperoleh zeolit dengan luas permukaan yang lebih besar dan dapat membuka pori-pori zeolit yang tertutup.

Proses aktivasi zeolit alam dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu secara kimia dan fisika. Aktivasi yang pertama adalah secara kimia yaitu dengan cara pengasaman dan yang kedua secara fisika yaitu dengan cara pemanasan yang bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori zeolit sehingga luas permukaan zeolit lebih besar¹².

Pada percobaan oleh Luqman aktivasi zeolit dilakukan dengan menggunakan metode pengasaman dan kalsinasi. Kalsinasi dilakukan pada suhu 300, 450, 600°C dengan variasi waktu dan ukuran partikel zeolit. Untuk mengetahui daya serap zeolit setelah diaktivasi maka

dilakukan uji penyerapan terhadap KI. Dari hasil penelitian didapatkan penyerapan optimum terjadi pada zeolit aktif pada waktu kalsinasi 4 – 5 jam dengan ukuran 1,14 mesh dan penyerapan paling tinggi terjadi juga pada suhu kalsinasi 600°C⁸.

2.3 Adsorpsi

Sorpsi adalah proses penyerapan ion oleh partikel penyerap (sorban). Proses sorpsi dibedakan menjadi dua yaitu adsorpsi dan absorpsi. Adsorpsi merupakan suatu peristiwa fisik pada permukaan suatu senyawa atau bahan tergantung pada gaya gabung antara adsorben dan zat yang teradsorpsi. Adsorpsi dapat juga diartikan sebagai peristiwa penyerapan pada permukaan suatu adsorben. Zat yang teradsorpsi disebut dengan adsorbat sedangkan zat pengadsorpsi disebut adsorben.

Adsorpsi terjadi pada adsorben yang pada umumnya berupa zat padat. Adsorpsi pada zat padat dibedakan menjadi dua, yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Adsorpsi fisika disebabkan oleh gaya *Van der Waals*. Pada adsorpsi fisik, molekul-molekul teradsorpsi pada permukaan dengan ikatan yang lemah pada temperatur rendah. Sedangkan adsorpsi kimia, molekul-molekul yang teradsorpsi pada permukaan bereaksi secara kimia, sehingga terjadi pemutusan dan pembentukan ikatan¹³.

2.4 Fly ash

Coal fly ash (CFA) adalah produk sampingan dari pembakaran batubara pada pembangkit listrik. *Fly ash* batubara umumnya disimpan di pembangkit listrik atau ditempatkan di tanah kosong. Umumnya, 1 ton CFA akan diproduksi di pembangkit listrik melalui konsumsi 4 ton batubara (2010 *China Fly Ash Survey*).

Fly ash batubara berwarna abu-abu tua kehitaman. Secara umum komposisi komponen *fly ash* di PLTU (Pembangkit Listrik Tenaga Uap) diseluruh dunia relatif sama, yang berbeda adalah persentase kandungan senyawa kimianya sesuai dengan jenis batubara yang dipakai. Komponen utama *fly ash* biasanya adalah aluminosilikat, besi oksida, sisa karbon, dan berkemungkinan mengandung mineral *mullite*. Partikel-partikelnya

berbentuk membulat. *Fly ash* berasal dari batubara yang mengalami pembakaran pada suhu tinggi dimana saat alkali meleleh, posisi alkali digantikan oleh udara, sehingga membentuk partikel bulat dengan lubang di dalamnya (densitas rendah).

Ukuran *fly ash* batubara beragam yaitu sekitar 1 sampai dengan 75 μ m. Sedangkan *bottom ash* berukuran lebih kasar yaitu sekitar 100–300 μ m, namun komposisinya masih dalam bentuk kuarsa/aluminosilikat. Alumina dan silikat yang terdapat pada *fly ash* bersifat reaktif, sehingga mudah berubah menjadi bentuk struktur material zeolit¹⁴. *Fly ash* batubara umumnya disimpan di pembangkit listrik atau ditempatkan di tanah kosong. Umumnya, 1 ton *fly ash* batubara akan diproduksi di pembangkit listrik melalui konsumsi 4 ton batubara (2010 *China Fly Ash Survey*)¹⁵.

Fly ash batubara ini menyita banyak lahan dan berdampak buruk bagi kesehatan. Oleh karena itu, pemanfaatan yang efektif dari *fly ash* batubara telah menjadi isu di seluruh dunia. Biasanya, *fly ash* batubara dapat digunakan sebagai bangunan dan bahan jalan seperti dinding panel dan aditif beton. Hal ini membutuhkan solusi untuk menangani adalah bahwa dalam beberapa daerah, biaya transportasi pemindahan *fly ash* ini cukup mahal, sehingga *fly ash* batubara dibiarkan tanpa pengolahan apapun¹⁵.

2.5 Karakterisasi

2.5.1 Karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

FT-IR menggunakan prinsip spektroskopi yang mana dilengkapi dengan transformasi fourier untuk mendeteksi dan menganalisis hasil spektrumnya. Kegunaan FT-IR adalah untuk melihat adanya gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Masing-masing gugus fungsi akan menyerap sinar inframerah pada frekuensi yang spesifik dan ditampilkan dalam bentuk spektrum pada masing-masing panjang gelombang yang spesifik untuk masing-masing gugus fungsi.

2.5.2 Karakterisasi X-Ray Fluorescence (XRF)

X-Ray Fluorescence merupakan instrumen yang digunakan untuk menganalisis komposisi unsur dalam suatu bahan secara kualitatif dan kuantitatif berdasarkan pada sinar-X yang bereaksi dengan atom-atom pada sampel dengan kemampuan deteksi secara umum sekitar 0,01%. Unsur yang biasanya diuji pada XRF adalah Si, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, Na, K, P, dll. Sampel uji pada XRF biasanya berbentuk bubuk dan akan lebih efektif terdeteksi jika sampel homogen¹⁶.

2.5.3 Karakterisasi X Ray Diffraction (XRD)

XRD merupakan metode analisis yang didasarkan pada pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal ketika terjadi interaksi antara suatu materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X. Suatu kristal memiliki kisi kristal tertentu dengan jarak antar bidang kristal (d) spesifik juga sehingga bidang kristal tersebut akan memantulkan radiasi sinar-X dengan sudut-sudut tertentu.

Biasanya metode XRD digunakan untuk mengetahui senyawa yang terbentuk, mengetahui ukuran kristal, bentuk kristal, ukuran sel, satuan kristal (d , sudut, dan panjang ikatan), pengindeksan bidang kristal, jumlah atom/sel satuan.

2.5.4 Karakterisasi Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi dari suatu sampel. Scanning Electron Microscopy dapat menggambarkan permukaan sampel melalui proses scan dengan menggunakan energi yang tinggi dari elektron dalam satu pola scan raster. Elektron berinteraksi dengan atom-atom pada sampel sehingga menghasilkan sinyal berupa permukaan topografi sampel dan komposisi. Interaksi-interaksi yang terjadi tersebut selanjutnya akan dideteksi dan diubah kedalam sebuah gambar oleh analisis SEM.

BAB III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan mulai bulan Mei sampai Oktober tahun 2018 di Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.

Pengukuran XRD dilakukan di Laboratorium Fisika Universitas Negeri Padang, pengukuran XRF dan FT-IR dilakukan di Laboratorium Kimia Instrumen Universitas Negeri Padang, dan Analisis SEM dilakukan di Jurusan Teknik Geologi, Institut Teknologi Bandung (ITB).

3.2 Alat dan Bahan yang digunakan

3.2.1 Alat

Peralatan yang digunakan diantaranya adalah beberapa peralatan gelas, seperti gelas piala, test tube, gelas ukur, pipet tetes, corong. Peralatan lainnya seperti lumpang, neraca analitik, *stirrer*, *furnace*, *autoclave*, *sentrifuge*, oven, dan kertas saring. Instrumen yang digunakan adalah XRD (philip X'pert Powder Type PW4030/60), FT-IR, dan SEM-EDX (JOEL tipe JSM-6390LA).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah *fly ash* batubara PLTU Ombilin Kota Sawah Lunto Sumatera Barat, NaOH (Merck), air laut pantai Padang, template CTA-Br (Merck), dan akuades.

3.3 Cara Kerja

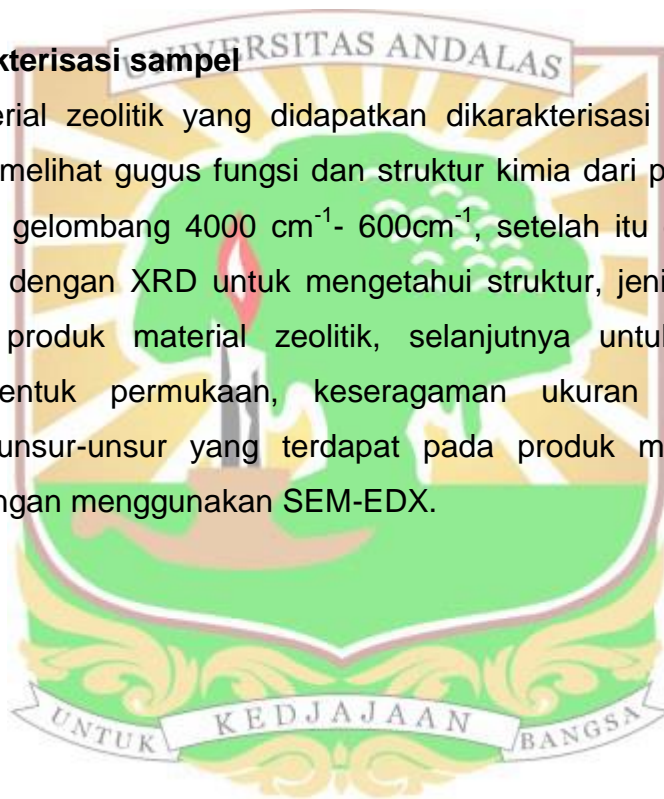
3.3.1 Pembuatan material zeolitik dari *fly ash* batubara

Bubuk material zeolitik disintesis dari bahan dasar alami, yaitu *fly ash* dan diproses dengan cara alkali hidrotermal menggunakan air laut. Air laut yang digunakan adalah air laut yang diambil dari pantai Padang yang diambil dibagian tepi pantai, kemudian dilakukan penyaringan untuk memisahkan pengotor dan disimpan di dalam wadah tertutup.

Hasil pencampuran dilarutkan dengan 46 mL air laut dan pH diatur pada 14. Ditambahkan template CTA-Br sebanyak 3,14 gram dan dilanjutkan dengan proses alkali hidrotermal didalam *autoclave* selama 4 hari pada suhu 60°C, setelah itu dilakukan penyaringan untuk memisahkan endapan dan filtrat. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 24 jam. Setelah itu dilakukan variasi produk material zeolitik yaitu dengan kalsinasi dan tanpa kalsinasi. Kalsinasi dilakukan pada variasi suhu 350°C dan 550°C selama 5 jam. Diagram alir dapat dilihat pada lampiran 1.

3.3.2 Karakterisasi sampel

Produk material zeolitik yang didapatkan dikarakterisasi menggunakan FT-IR untuk melihat gugus fungsi dan struktur kimia dari produk material zeolitik pada gelombang 4000 cm^{-1} - 600 cm^{-1} , setelah itu dilakukan juga karakterisasi dengan XRD untuk mengetahui struktur, jenis, dan ukuran kristal dari produk material zeolitik, selanjutnya untuk mengetahui morfologi bentuk permukaan, keseragaman ukuran partikel, dan kandungan unsur-unsur yang terdapat pada produk material zeolitik dianalisis dengan menggunakan SEM-EDX.

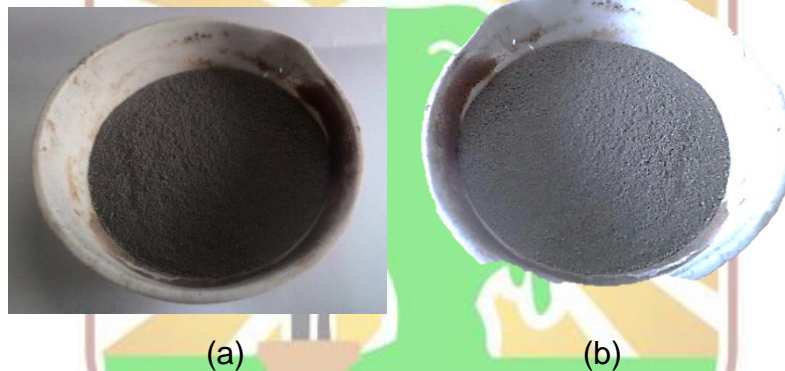


BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Sintesis Material Zeolitik Dari *Fly Ash* Batubara

Sintesis zeolit dari *fly ash* batubara pada penelitian ini dilakukan dengan melewati beberapa tahapan yaitu perlakuan awal *fly ash*, dekomposisi abu dasar dengan NaOH yang dilanjutkan dengan perlakuan hidrotermal.

Peleburan *fly ash* batubara dengan NaOH bertujuan untuk mendekomposisi komponen silika-alumina yang sebagian besar berbentuk mullit dan kuarsa menjadi natrium silikat dan natrium aluminat yang merupakan komponen utama penyusun zeolit. Kation Na^+ dari NaOH nantinya juga berfungsi sebagai *ion exchange*⁴.



Gambar 4.1. (a). *Fly Ash* Batubara PLTU Ombilin dan (b) Hasil Furnace *Fly Ash* Setelah Dilebur dengan NaOH

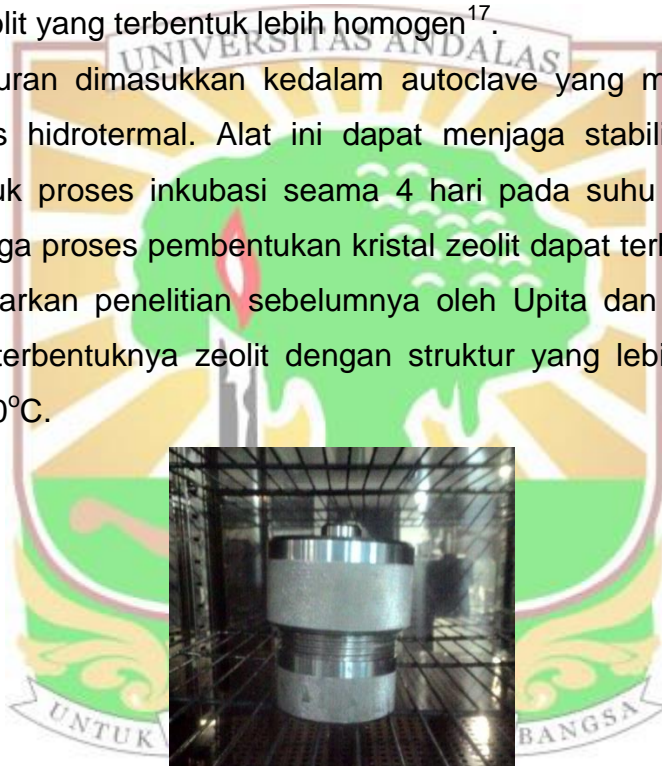
Proses furnace bertujuan untuk menyempurnakan pembentukan natrium silikat dan aluminat serta menghilangkan senyawa-senyawa pengotor yang tidak diperlukan dalam proses kristalisasi sehingga zeolit hasil sintesis memiliki tingkat kemurnian yang tinggi dan daya serap lebih optimal¹⁷.

Hasil furnace dimasukkan kedalam gelas piala dan ditambahkan template CTA-Br dan 46 mL air laut. Sebelum ditambahkan, template CTA-Br dilarutkan terlebih dahulu dengan air laut. Air laut yang digunakan pada proses hidrotermal berfungsi sebagai *mineralizer* yang berperan dalam pembentukan mineral zeolit.

Kandungan Na^+ yang terkandung didalam air laut cukup tinggi sehingga dapat meningkatkan proses pembentukan natrium silikat dan natrium aluminat, dengan demikian senyawa penyusun kerangka zeolit semakin banyak dan reaksi pembentukan zeolit menjadi lebih cepat. Penggunaan air laut juga menyebabkan pembentukan zeolit lebih tinggi bila dibandingkan dengan akuades¹⁸.

Penambahan template CTA-Br akan mengurangi tegangan permukaan, gugus-gugus hidrofobik akan berkumpul dan hidrofilik akan menjauhi gugus hidrofobik sehingga membentuk lingkaran silinder sehingga zeolit yang terbentuk lebih homogen¹⁷.

Campuran dimasukkan kedalam autoclave yang merupakan alat untuk proses hidrotermal. Alat ini dapat menjaga stabilitas suhu dan tekanan untuk proses inkubasi selama 4 hari pada suhu 60°C didalam oven, sehingga proses pembentukan kristal zeolit dapat terbentuk dengan baik. Berdasarkan penelitian sebelumnya oleh Upita dan Widya (2013) suhu untuk terbentuknya zeolit dengan struktur yang lebih baik adalah pada suhu 60°C .



Gambar 4.3. Proses Inkubasi dalam Autoclave Hidrotermal

Proses hidrotermal ini adalah proses dimana terjadinya perubahan *fly ash* dari bentuk amorf menjadi kristal-kristal zeolit¹⁸. Hasil alkali hidrotermal ini selanjutnya disaring dengan kertas saring. Filtrat adalah pelarut dan senyawa-senyawa yang tidak ikut bereaksi dalam pembentukan zeolit, sedangkan endapan merupakan prekursor yang telah membentuk zeolit. Endapan selanjutnya dikeringkan selama 24 jam pada suhu 80°C untuk menghilangkan molekul air yang kemungkinan

terperangkap pada pori-pori zeolit sehingga dapat meningkatkan daya adsorpsi dari zeolit yang terbentuk.

Zeolit hasil sintesis yang telah dikeringkan digerus sampai homogen dan kemudian dikalsinasi dalam furnace dengan variasi suhu kalsinasi yaitu: 0°C , 350°C dan 550°C . Proses kalsinasi ini bertujuan untuk menyempurnakan pembentukan kristal zeolit dan menghilangkan senyawa-senyawa pengotor yang menghambat pembentukan zeolit. Pengotor akan menguap apabila telah mencapai titik didihnya. Senyawa pengganggu dapat mempengaruhi kemampuan penyerapan zeolit yang terbentuk sehingga sulit untuk menentukan daya serap maksimum zeolit.

