



SINTESIS ZEOLIT DAN ZEOLIT TERMODIFIKASI DITIZON DARI ABU DASAR BATUBARA

Mumuh Muhammad Abdul Muhshi, Khamidinal, Didik Krisdiyanto*, Imelda Fajriati

Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
Jl. Marsda Adisucipto Yogyakarta 55281 Telp. +62-274-540971
Email: didik_kris@yahoo.com *

Abstrak. Sintesis zeolit dan zeolit termodifikasi ditizon dari abu dasar batubara melalui metode peleburan hidrotermal telah berhasil dilakukan. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik abu dasar, mengetahui karakteristik zeolit yang disintesis dari abu dasar batu bara dengan metode peleburan hidrotermal, dan mengetahui pengaruh adsorpsi zeolit terhadap logam Ca. Sampel abu dasar yang telah dilebur dengan NaOH kemudian dipanaskan pada suhu 100 °C selama 24 jam. Padatan hasil hidrotermal kemudian dinetralkan dengan akuades dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 1 jam. Karakterisasi pada zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon dilakukan dengan menggunakan XRF, FTIR, XRD, dan GSA. Parameter yang diteliti meliputi pengaruh waktu kontak, konsentrasi awal dan suhu dengan menggunakan metode batch. Hasil karakterisasi abu dasar dengan XRF diketahui kandungan Si sebanyak 82,01% dan Al sebanyak 8,54%. Karakterisasi dengan XRD menunjukkan telah terbentuknya zeolit dengan struktur menyerupai zeolit X, zeolit A, zeolit sodalit. Adapun dengan FTIR, zeolit termodifikasi ditizon ditandai adanya gugus -NH dan -SH. Hasil GSA menunjukkan penambahan ditizon dapat menyebabkan turunya luas permukaan spesifik zeolit sintesis dari 160,262 m²/g menjadi 69,609 m²/g, berdasarkan model kinetika adsorpsi zeolit sintesis dan zeolit ditizon mengikuti model kinetika pseudo orde kedua dengan nilai R² masing-masing 0,9989 dengan konstanta laju adsorpsi masing-masing adalah 0,021 g/mg.min-1 dan 0,010 g/mg.min-1. Kesetimbangan adsorpsi ion Ca mengikuti model isoterm Freundlich dengan nilai konstanta adsorben zeolit sintesis sebesar 3,178 dan zeolit termodifikasi ditizon sebesar 2,525).

Kata kunci: Abu dasar, zeolit sintesis, zeolit ditizon, ion Ca

This publication is licensed under a



Pendahuluan

Penggunaan batubara menghasilkan limbah yang dapat mencemari lingkungan. Dampak lingkungan terbesar dari penggunaan bahan bakar batubara adalah pelepasan abu sisa pembakaran baik berupa abu layang (fly ash) maupun abu dasar (bottom ash), serta polutan-polutan berbahaya lainnya seperti CO₂, NO₂, CO, SO₂, dan hidrokarbon. Menurut data kementerian lingkungan hidup tahun 2006, limbah abu layang yang dihasilkan mencapai 52,2 ton/hari dan limbah abu dasar mencapai 5,8 ton/hari. Sementara itu menurut Peraturan Pemerintah No. 85 Tahun 1999, limbah abu layang maupun abu dasar dapat dikategorikan sebagai limbah B3 (bahan beracun dan berbahaya). Oleh karena itu perlu dipikirkan suatu cara yang paling efektif untuk mengatasi dampak negatif dari limbah abu tersebut yang salah satunya adalah dengan memanfaatkannya sebagai bahan baku pembuatan bahan bakar lain yang lebih bermanfaat (Londardkk, 2009).

Pemanfaatan abu layang telah banyak dilakukan seperti bahan utama geopolimer dan pembuatan zeolit karena kandungan Si dan Al-nya yang cukup tinggi dibandingkan abudasar. Abu layang memiliki kandungan Si dan Al berturut-turut yaitu 56,13% dan 18,49 % sedangkan abu dasar sebesar 50,98 % dan 14,996 %. Meskipun demikian, abu dasar masih memiliki kandungan Si dan Al yang cukup banyak sehingga abu dasar juga dapat digunakan sebagai bahan bakar pembuatan zeolit. Oleh karena itu, dilakukan pemanfaatan lebih lanjut terhadap limbah abu dasar dengan mentransformasi abu dasar menjadi adsorben zeolit.

Sementara itu, manusia dalam kehidupan sehari-hari memerlukan air untuk berbagai keperluan mulai dari air minum,

mencuci, mandi dan lain-lain. Sumber-sumber air tersebut antara lain air permukaan, air angkasa (air hujan) dan air tanah (air sumur). Air tanah lebih banyak dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan tersebut karena secara kualitas lebih baik dibanding sumber air yang lain (Kusnaedi, 2002).

Berdasarkan data statistik 1995 (SUPAS 1995), persentase banyaknya rumah tangga dan sumber air yang digunakan di berbagai daerah di Indonesia sangat bervariasi tergantung dari kondisi geografisnya. Rinciannya adalah sebagai berikut : pengguna air ledeng (PAM) 16,08%, air tanah dengan menggunakan pompa 11,61%, air sumur (perigi) 49,92%, mata air (air sumber) 13,92%, air sungai 4,91%, air hujan 2,62% dan lainnya 0,08% (Saïd dan Yudo, 2008). Dari data tersebut dapat dilihat bahwa sebagian besar masyarakat Indonesia memanfaatkan air sumur untuk memenuhi kebutuhan air dalam rumah tangga. Air sumur di daerah pantai pada umumnya mengalami proses intrusi dari air laut sehingga air tanah yang semula tawar berubah menjadi air payau.

Air payau atau brackish water adalah air yang mempunyai salinitas antara 0,5 ppt s/d 17 ppt. Air ini banyak dijumpai di beberapa daerah seperti pertambangan, estuary (pertemuan air laut dan air tawar) serta sumur-sumur penduduk di pulau-pulau kecil atau pesisir. Pada umumnya komposisi kimia air payau yang perlu diperhatikan dalam pengolahan adalah kandungan Cl, Ca, Mg dan Na (Jamali, A., Astuti, W., dan Amin, M., 2003). Hal ini bisa terjadi dikarenakan air tanah dalam proses pengambilannya dari dalam tanah melewati berbagai lapis tanah diantaranya adalah tanah kapur yang mengandung Ca, sehingga air tersebut menjadi sadah. Selain itu, untuk air tanah yang terintrusi air laut (air payau) juga mengandung tingkat kesadahan

yang tinggi, karena terintrusi ion Ca dan Mg dari air laut yang sarat mineral. Kesadahan dalam air menunjukkan bahwa terjadi kontak antara formasi geologi dengan badan air tersebut. Ambang batas maksimum kesadahan air yang dianjurkan adalah 350 mg/L. Apabila kadar kesadahan air melewati batas maksimum, maka perlu diturunkan kadarnya yang biasa disebut dengan pelunakan air (water softening) (Astuti, 2005).

Masalah yang timbul karena tingginya kadar kesadahan dalam air antara lain timbulnya kerak pada ketel atau alat masak lain jika air digunakan untuk memasak. Secara ekonomi dan teknis, hal ini sangat merugikan karena adanya kerak pada ketel atau alat masak akan menyebabkan transfer panas terhambat sehingga panas yang dibutuhkan harus lebih tinggi sehingga dibutuhkan bahan bakar yang lebih banyak dan waktu yang lebih lama. Selain itu tingginya kadar kesadahan dalam air juga menyebabkan sabun kurang berbusa jika air digunakan untuk mencuci. Mineral air sadah seperti ion Ca dan Mg dapat bereaksi dengan anion sabun, yang dapat menurunkan efisiensi pembersihan sehingga memerlukan sabun lebih banyak untuk mencuci (Park et al., 2007).

Berbagai metode telah diaplikasikan secara luas untuk mengurangi kadar ion Ca dan Mg dalam air, antara lain: presipitasi menggunakan bahan kimia. Penggunaan metode presipitasi memiliki kelemahan pada pemilihan bahan pengendapnya karena penggunaan bahan kimia tambahan dibatasi untuk tujuan air minum (Gabielli et al., 2006; Ghizellaoui et al., 2005; Park et al., 2007). Selain itu, metode yang tepat digunakan adalah metode adsorpsi. Proses adsorpsi dengan pilihan jenis adsorben yang tepat merupakan proses yang sederhana, namun cukup efektif dalam penghilangan ion logam (Gupta, dkk., 2007).

Dari studi literatur yang telah dilakukan, salah satu adsorben yang cukup berpotensi adalah zeolit. Zeolit telah dimanfaatkan secara luas sebagai adsorben karena kemampuannya memisahkan spesi-spesi sasaran melalui prinsip pertukaran ion (Erdem et al., 2004). Zeolit mempunyai sifat sebagai ion exchange, dengan mengalirkan air sampel pada filter zeolit akan melepaskan natrium dan digantikan dengan mengikat Ca dan Mg. Zeolit memiliki struktur molekul yang unik, dimana atom Si dikelilingi oleh 4 atom O sehingga membentuk struktur tetrahedral dengan pola yang teratur. Di beberapa tempat di jaringan ini, atom Si digantikan dengan atom Al, yang hanya terkoordinasi dengan 3 atom O. Atom Al ini hanya memiliki muatan 3+, sedangkan Si sendiri memiliki muatan 4+, sehingga secara keseluruhan keberadaan atom Al menyebabkan zeolit memiliki muatan negatif. Muatan negatif inilah yang menyebabkan zeolit mampu mengikat kation (misalnya Na⁺, K⁺, NH₄⁺, Mg²⁺ dan Ca²⁺) untuk menetralkan muatan tersebut (Widiastuti, 2008).

Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian-penelitian tentang pemanfaatan abu layang dan abu dasar batubara untuk mengurangi limbah B3. Pemanfaatan abu dasar batubara dapat dilakukan untuk mensintesis zeolit. Transformasi abu menjadi zeolit dapat dilakukan melalui berbagai macam metode, tetapi yang banyak terpakai karena tingkat keberhasilan sintesis zeolit

yang cukup tinggi terdapat dua metode. Metode tersebut yaitu metode hidrotermal langsung menggunakan larutan alkali dan metode peleburan alkali di ikuti proses reaksi hidrotermal. Metode yang paling banyak diminati adalah metode yang kedua yaitu peleburan alkali diikuti proses reaksi hidrotermal.

Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan karakterisasi abu dasar yang akan digunakan untuk sintesis zeolit. Menganalisis bagaimana karakteristik zeolit yang di sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon dari abu dasar batubara dengan metode peleburan- hidrotermal dan menghitung bagaimana pengaruh adsorpsi zeolit terhadap pengikatan ion Ca penyebab kesadahan air

Berdasarkan uraian yang telah disampaikan, pada penelitian ini dilakukan transformasi limbah dasar batubara menjadi zeolit sebagai alternatif untuk pemanfaatan abu dasar batubara sebagai sumber Si dan Al yang menjadi struktur dasar zeolit. Selanjutnya, zeolit hasil sintesis digunakan sebagai adsorben untuk pengolahan pengolahan kesadahan air dengan harapan zeolit hasil sintesis juga mampu mengadsorb kation Ca dalam air sadah sehingga kualitas air sadah bisa ditingkatkan.

Penelitian ini dapat bermanfaat untuk Menambah data penelitian tentang pemanfaatan limbah dasar batubara sebagai bahan acuan dalam sintesis zeolit dan bahan referensi untuk penelitian selanjutnya. Menambah bahan referensi data penelitian yang selanjutnya dapat digunakan untuk rujukan dan pedoman dalam pemanfaatan limbah abu dasar batubara dan pengolahan air sadah, serta mengurangi masalah kesadahan air yang dapat membahayakan masyarakat dan alternatif pemecahan masalah dalam penanganan kesadahan air.

Bahan dan Metode

Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu dasar batubara dari sisa pembakaran Pabrik Gula Madukismo, ditizon, aquades, pelet NaOH, HCl pekat, natrium silikat, etanol 96%, dietil eter, dan CaCl₂.

Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan untuk penelitian antara lain: seperangkat alat gelas kimia, alat refluks, kertas saring whatman 42, oven, mortar dan lumpang porselin, kurs nikel, bejana teflon, ayakan 250 mesh, pengaduk magnet, neraca analitik, hot plate, sentrifus, shaker water batch, shaker incubator, dan furnace. Sedangkan instrument yang digunakan untuk pengujian kapasitas adsorpsi meliputi XRF JEOL Element Analyzer JSX-3211, (XRD) Shimadzu 6000, (FTIR) Shimadzu Prestige-21, (GSA) Quantachrome Novawin, dan AAS.

Metode Penelitian

Perlakuan awal abu dasar

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahapan, Abu dasar batubara berasal dari Pabrik Madukismo Yogyakarta, tahapan pertama abu dasar dugerus menggunakan lumping porselin hingga halus kemudian diayak dengan ayakan hingga lolos > 106 µm. Selanjutnya ditimbang sebanyak 10 gram, ditambah dengan 100 mL HCl pekat, dan direfluks pada suhu 80 oC selama 4 jam. Hasil refluks kemudian disaring dan dicuci dengan akuades hingga pH netral. Padatan yang dihasilkan kemudian dioven

pada suhu 160°C selama 8 jam. Abu dasar yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRD, FTIR, dan XRF.

Peleburan dengan NaOH

Tahapan kedua adalah peleburan dengan NaOH. Tahapan ini dilakukan dengan cara 2,5 gram abu dasar dan 2,5 gram pelet NaOH digerus menggunakan lumpang porselin sampai halus, dimasukkan dalam kurs nikel lalu dilebur pada suhu 550°C selama 60 menit. Abu dasar hasil peleburan didinginkan dan dilanjutkan dengan sintesis zeolit dengan proses hidrotermal.

Sintesis zeolit dengan metode hidotermal

Abu dasar yang diperoleh dari hasil peleburan dengan NaOH, dimasukkan ke dalam bejana teflon, ditambahkan dengan 10 mL natrium silikat dan 15 mL akuades kemudian diaduk dengan pengaduk magnet selama 24 jam. Hasil peleburan tersebut kemudian direaksikan secara hidrotermal pada suhu 100°C selama 24 jam. Padatan hasil hidrotermal dipisahkan dengan kertas saring, dinetralkan dengan akuades, dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 1 jam. Hasil yang diperoleh berupa zeolit sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan GSA.

Modifikasi zeolit dengan ditizon

Difeniltiokarbazon (ditizon) sebanyak 2,56 gram dimasukkan ke dalam 500 mL labu bulat dan dilarutkan sempurna dalam 400 mL etanol 96% dengan pemanasan 50 C. Larutan kemudian ditambah dengan 10 gram zeolit sintesis dan direaksikan selama 6 jam pada suhu tersebut. Fase zeolit yang telah dimodifikasi disaring dan dicuci menggunakan 50 mL etanol sebanyak tiga kali ulangan kemudian dicuci dengan 50 mL dietil eter. Hasil yang dihasilkan kemudian dikeringkan-udarkan semalam (Mahmoud et al. 2010). Zeolit ditizon yang diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan GSA.

Uji Adsorpsi Logam Ca

Pengaruh Waktu Kontak pada Adsorpsi Logam Ca

Sebanyak 10 mL larutan Ca 10 ppm masing-masing dimasukkan ke dalam 5 buah erlenmeyer 50 mL yang berbeda. Kemudian masing-masing erlenmeyer ditambahkan 0,01 gram zeolite sintesis dan dilakukan adsorpsi menggunakan shaker water bath dengan kecepatan 125 rpm selama 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit dan 150 menit. Larutan hasil adsorpsi disaring menggunakan kertas saring. Selanjutnya filtrate dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi logam Ca. Perlakuan yang sama juga dilakukan pada adsorben zeolit ditizon. Data yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk perhitungan kinetika adsorpsi.

Pengaruh Konsentrasi Awal Adsorpsi Logam Ca

Larutan CaCl₂ dibuat variasi konsentrasi awal larutan CaCl₂ 10 ppm, 20 ppm, 30 ppm, 40 ppm, dan 50 ppm. Selanjutnya diambil sebanyak 10 mL larutan CaCl₂ dari berbagai variasi konsentrasi ke dalam Erlenmeyer. Kemudian dilakukan adsorpsi menggunakan shaker water bath pada kecepatan 125 rpm selama 120 menit dengan menambahkan 0,01 gram zeolite sintesis. Larutan hasil adsorpsi disaring menggunakan kertas saring. Kemudian filtrat dianalisis menggunakan AAS untuk

mengetahui konsentrasi logam Ca. Perlakuan yang sama juga dilakukan pada adsorben zeolit ditizon. Data yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk perhitungan isotherm adsorpsi.

Pengaruh Suhu pada Adsorpsi Logam Ca

Sebanyak 10 mL larutan Ca 10 ppm masing-masing dimasukkan ke dalam 5 buah Erlenmeyer 50 mL yang berbeda. Kemudian masing-masing Erlenmeyer ditambahkan 0,01 gram zeolit sintesis. Campuran diaduk menggunakan shaker incubator dan dipanaskan pada suhu 27, 30, 40, 50 dan 60° C selama 60 menit. Larutan hasil adsorpsi disaring menggunakan kertas saring. Kemudian filtrat dianalisis menggunakan AAS untuk mengetahui konsentrasi logam Ca. Perlakuan yang sama juga dilakukan pada adsorben zeolit ditizon. Data yang diperoleh selanjutnya digunakan untuk perhitungan termodinamika adsorpsi

Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Abu dasar merupakan material sisa pembakaran batubara atau hidrokarbon. Abu dasar ini memiliki kandungan mineral yang heterogen, dimana komposisi, sifat fisik dan kimia abu dasar batubara dipengaruhi oleh sumber batubara mentah, ukuran, jenis pembakar batubara, dan kondisi operasi. Selama proses pembakaran batu bara, mineral dapat mengalami konversi berurutan dan akhirnya dapat dijumpai berupa abu dasar. Adanya komposisi kimia akan mempengaruhi karakteristik dari abu dasar, sehingga perlu dilakukan karakterisasi sebelum digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit. Berikut hasil karakterisasi dari abu dasar sisa pembakaran batubara di pabrik gula madukismo dengan menggunakan XRF disajikan dalam Tabel 1.

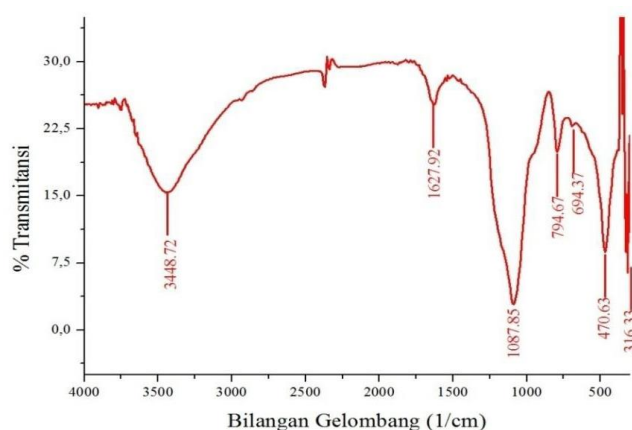
Tabel 1 Komposisi senyawa dalam abu dasar batubara

Senyawa	Kadar (% berat)	Senyawa	Kadar (% berat)
SiO ₂	82,01	P ₂ O ₅	0,58
Al ₂ O ₃	8,45	CaO	0,31
TiO ₂	3,74	ZrO ₂	0,09
Fe ₂ O ₃	1,31	Cr ₂ O ₃	0,09
SO ₃	1,23	NiO	0,02
Cl	1,18	MnO	0,02
K ₂ O	0,87	CuO	0,01

Berdasarkan Tabel 1 dapat dilihat komposisi utama abu dasar batubara terdiri dari mineral-mineral logam dan bentuk oksida. Dari tabel tersebut terlihat bahwa abu dasar hasil reflus dari sisa pembakaran pabrik gula madukismo memiliki kandungan Si dan Al berturut-turut 82,01% dan 8,45% dengan rasio molar sekitar 9,7:1. Dengan rasio tersebut dimungkinkan abu dasar ini digunakan sebagai bahan sintesis zeolit dikarenakan memiliki rasio mol Si/Al yang cukup tinggi. Selain SiO₂ dan Al₂O₃, abu dasar juga mengandung hematit (Fe₂O₃) dan sejumlah oksida logam seperti TiO₂, SO₃, CaO, MnO, CuO, K₂O dan logam-logam berat lain. Senyawa-senyawa ini merupakan pengotor pada proses sintesis zeolit. Namun dikarenakan konsentrasinya yang sangat kecil, keberadaan logam-logam tersebut tidak berpengaruh besar pada proses sintesis zeolit.

Karakterisasi Menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi dari abu dasar batubara. Hal tersebut dikarenakan setiap ikatan mempunyai frekuensi vibrasi yang khas sehingga FTIR dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus-gugus yang ada dalam abu dasar dan zeolit hasil sintesis. Pada penelitian ini abu dasar batubara dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer infra merah (FTIR) pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} untuk mengetahui gugus-gugus fungsional yang menentukan struktur abu dasar. Hasil karakterisasi abu dasar menggunakan FTIR disajikan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum IR abu dasar batubara

Tabel 2. Interpretasi spektra IR dan jenis vibrasi dari abu dasar hasil refluks

Bilangan gelombang (cm-1)	Interpretasi jenis vibrasi
3448,72	Vibrasi ulur O-H
1627,92	Vibrasi tekuk O-H
1087,85	Vibrasi rentang asimetris Si-O-Si
794,67	Rentang simetris eksternal O-Si-O/Al-O-Al
694,37	Rentang simetris internal O-Si-O/Al-O-Al
470,63	Vibrasi tekuk Si-O/Al-O
316,33	Pembukaan pori

Berdasarkan Gambar 1. Spektra IR dari abu dasar batu bara hasil refluks dengan HCl dapat diamati pada bilangan gelombang 1087.85 cm^{-1} bilangan tersebut merupakan puncak Si-O-Si yang merupakan komponen utama penyusun zeolit, data ini juga didukung oleh data XRF yang menunjukkan persentase SiO_2 sebesar 82.01%. Pita serapan melebar yang terlihat pada bilangan gelombang 3448,72 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur gugus O-H dari silanol (Si-OH) maupun molekul H_2O yang terserap secara fisik. Pada daerah IR tengah yang terletak antara rentang panjang gelombang 300 cm^{-1} sampai 1300 cm^{-1} memberikan informasi komposisi dan cara masing-masing tertrahedral seperti SiO_4 dan AlO_4 terikat satu sama lain, pita serapan lain muncul pada bilangan gelombang 316,33 cm^{-1} yang menunjukkan

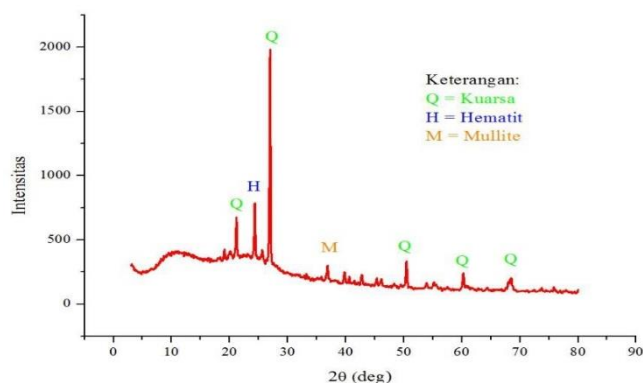
adanya pembukaan pori pada zeolit yang disebabkan ion H^+ dari HCl pada proses refluks akan menghilangkan pengotor sehingga terjadi pembukaan pori. Informasi spektra IR dari abudasar hasil refluks lebih lengkap akan dijelaskan pada Tabel 2.

Berdasarkan data IR pada abu dasar hasil refluks dapat disimpulkan material tersebut dapat disintesis menjadi zeolit, hal ini dikarenakan jumlah mineral-mineral pengotor semakin berkurang, serta munculnya serapan-serapan IR yang semakin tinggi intensitasnya pada daerah panjang gelombang yang khas komponen zeolit, yaitu puncak Si-O-Si yang merupakan komponen utama penyusun kerangka zeolit.

Karakterisasi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi abu dasar batubara menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui kandungan mineral-mineral yang ada dalam abu dasar hasil refluks, baik dalam fasa amorf maupun fasa kristalin dengan cara membandingkan pola difraksinya. Menurut West (1984) ada dua hal yang mempengaruhi pola difraksi secara kualitatif pada mineral abu dasar batubara. Pertama nilai jarak (d) dan kedua yaitu sudut difraksi (2θ), sehingga untuk menentukan identitas suatu material secara kualitatif menggunakan jenis mineral yang ada pada abu dasar batubara menggunakan XRD utamanya digunakan data berupa jarak (d) atau sudut difraksi (2θ), tetapi terkadang bisa dicocokkan kesesuaian intensitasnya.

Identifikasi jenis mineral yang terkandung dalam abu dasar batubara hasil refluks dilakukan dengan cara membandingkan difaktogram dengan database standar powder Diffraction file (PDF) yang diperoleh dari JCPDS (Joint Committee for Powder Diffraction Standard) menggunakan perangkat lunak PCPDFWIN versi 2.3. Pola difraksi XRD abu dasar batubara hasil refluks disajikan pada Gambar 2.



Gambar 2. Difaktogram abu dasar hasil refluks

Berdasarkan Gambar 2 yang diambil dari difraksi pada abu dasar hasil refluks dapat dilihat puncak paling tajam dapat diamati pada $2\theta = 26,92^\circ$ ($d = 3,30 \text{ \AA}$, 101) diikuti oleh puncak-puncak lainnya $2\theta = 24,29^\circ$ ($d = 3,66 \text{ \AA}$, 012), $2\theta = 21,14^\circ$ ($d = 4,19 \text{ \AA}$, 100), $2\theta = 50,40^\circ$ ($d = 1,80 \text{ \AA}$, 112), $2\theta = 60,20^\circ$ ($d = 1,53 \text{ \AA}$, 121), $2\theta = 36,82^\circ$ ($d = 2,43 \text{ \AA}$, 130), $2\theta = 68,38^\circ$ ($d = 1,37 \text{ \AA}$, 023), $2\theta = 40,58^\circ$.

Keberadaan silika dalam abu dasar berada pada fasa kristalin, ditemui dalam bentuk kuarsa (SiO_2) yang dapat diamati melalui puncak $2\theta = 26,92^\circ$, $2\theta = 21,14^\circ$, $2\theta = 50,40^\circ$, $2\theta = 60,20^\circ$, $2\theta = 68,38^\circ$ (PDF 86-1628). Hasil penelitian ini diperkuat oleh

penelitian sebelumnya Sutarno et al.,(2004). Tentang keberadaan senyawa kuarsa dalam struktur abu dasar batubara.

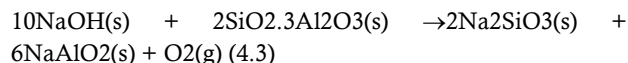
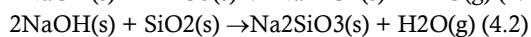
Selain silika, keberadaan aluminat juga dijumpai dalam bentuk mullit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), yang ditandai dengan munculnya puncak serapan lemah pada $2\theta = 36,82^\circ$ (PDF 73-1253). Sementara itu fasa lain juga ditemukan pada puncak serapan $2\theta = 24, 29^\circ$, puncak tersebut merupakan interpretasi dari hematit (Fe_2O_3) (PDF 33-0664).

Sintesis zeolit

Sintesis zeolit dari abu dasar batubara dilakukan dengan beberapa tahap, diantaranya adalah: perlakuan Refluks dengan HCl, peleburan dengan NaOH, kemudian tahap sintesis dengan menggunakan metode hidrotermal. Perlakuan refluks dengan menggunakan HCl ini dilakukan untuk mengurangi kadar oksida- oksida logam yang merupakan pengotor dalam sintesis zeolit. Perlakuan tersebut sesuai dengan data hasil XRF abu dasar batubara pada Tabel 4.1 yang menunjukkan yang kandungan mineral abu dasar hasil refluks menunjukkan komponen Si dan Al dengan persentase yang cukup tinggi yaitu 82,1% dan 8,54% serta ditemukan beberapa oksida logam dalam persentase yang kecil. Hal tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan Wardani (2013), yang menyatakan semakin lama waktu refluks pada abu dasar akan meningkatkan kristalinitas abu dasar batubara, selain itu perlakuan refluks juga dapat meningkatkan komposisi silika dikarenakan dalam proses refluks akan terjadi proses dealuminasi.

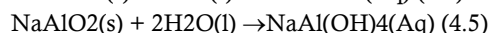
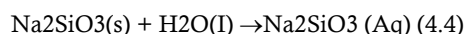
Tahapan selanjutnya yaitu: peleburan menggunakan NaOH. Hal ini dilakukan dikarenakan Peleburan dengan NaOH pada abu dasar dapat mengubah komponen Si dan Al dalam abu dasar menjadi natrium silikat dan natrium aluminat (Reaksi 4.1 dan 4.2), yang nantinya akan digunakan pada proses pembentukan zeolit (Reaksi 4.3). Hal tersebut sesuai dengan pernyataan Chang dan Shih (1998), yang menyatakan natrium silikat dan natrium aluminat merupakan spesies yang sesuai untuk sintesis zeolit, karena itu dengan peleburan NaOH diharapkan akan diperoleh hasil zeolit yang lebih banyak.

Dekomposisi dengan menggunakan metode peleburan alkali dapat dilakukan dengan beberapa pereaksi diantaranya natrium karbonat, kalium karbonat, natrium hidroksida, dan natrium peroksida. Dalam penelitian ini akan digunakan NaOH, dikarenakan NaOH merupakan pereaksi yang sangat kuat. Senyawa ini cenderung merengkah dan membentuk buih pada saat dipanaskan karena sifatnya yang higroskopis dan dapat bereaksi dengan krus yang banyak digunakan. Hal tersebut sesuai dengan pernyataan Querol et al. (2002), Penggunaan NaOH lebih efisien dibandingkan dengan KOH dalam proses konversi pada temperatur yang sama, dikarenakan alumina tidak dapat terlarut secara sempurna. Proses peleburan abu dasar merupakan proses pemisahan selektif komponen silikat dan aluminat. Reaksi pembentukan natrium silikat dan natrium aluminat dari peleburan abu dasar dengan NaOH dapat ditulis sebagai berikut (Ojha et al., 2004):



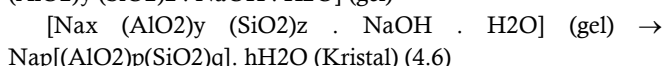
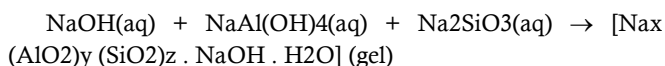
Dari proses peleburan tersebut akan dihasilkan natrium silikat (Na_2SiO_3) dan natrium aluminat (NaAlO_2) selanjutnya hasil yang didapat dilarutkan dalam akuades dan disintesis menjadi zeolit dengan menggunakan metode hidrotermal.

Tahapan selanjutnya yaitu: abu dasar hasil peleburan dilarutkan menggunakan akuades, selanjutnya ditambah dengan menggunakan natrium silikat Penambahan natrium silikat ini diharapkan dapat meningkatkan kristalinitas dari struktur zeolit. Reaksi yang terjadi:



Tahapan selanjutnya yaitu: hasil peleburan diaduk terlebih dahulu selama 24 jam sebelum dilakukan kristalisasi. Pada tahap ini akan terjadi proses nukleasi sehingga akan terjadi penggabungan molekul solut membentuk struktur kristal, dalam hal ini akan terjadi penggabungan molekul natrium silikat dan natrium aluminat membentuk zeolit.

Proses kristalisasi zeolit dilakukan pada suhu 100 oC selama 24 jam, saat proses hidrotermal, kation Na^+ dari larutan alkali NaOH yang membentuk natrium silikat dan natrium aluminat dapat menstabilkan unit-unit pembentuk zeolit. Menurut Feijen (1994), proses kristalisasi terjadi karena terbentuknya larutan metastabil yang dihasilkan dari peningkatan konsentrasi zat (Si dan Al) pada temperatur konstan. Proses kristalisasi yang terjadi dapat dilihat dalam persamaan reaksi sebagai berikut (Ojha et al., 2004).



Persamaan reaksi 4.6 tersebut menggambarkan kristal pembentukan zeolit akan terbentuk saat terjadi perubahan struktur silikat dan aluminat, dari fasa larutan menjadi fase gel, kemudian menjadi padatan zeolit setelah dikeringkan selama 24 jam. Proses selanjutnya yaitu proses modifikasi dengan menggunakan ditizon. Dilakukan modifikasi dengan ditizon yaitu sebagai bahan perbandingan pada zeolit dalam mengikat kation Ca sehingga dapat diketahui zeolit mana yang lebih baik antara zeolit sintesis dan zeolit yang termodifikasi ditizon. Proses ini merupakan proses pelarutan material organik kedalam permukaan atau pori-pori dari zeolit yang bersifat inert dan tidak larut, sehingga gugus-gugus aktif dari material ditizon nantinya akan berikatan dengan zeolit dan ion logam sehingga dapat meningkatkan selektifitas dan kapasitas adsorp dari zeolit akan meningkat.

Menurut Salih et al.,(1998), modifikasi ditizon pada padatan pendukung dengan sisi aktif gugus $-\text{OH}$ seperti silika gel, alumina dan zeolit dapat dilakukan secara fisika maupun kimia

(terjadi ikatan kimia antara sisi aktif padatan pendukung dan ditizon). Pada proses modifikasi secara fisika, ikatan antara ditizon dengan padatan pendukung kemungkinan melalui ikatan hidrogen antara gugus $-OH_2^+$ dari padatan pendukung yang telah diaktivasi dengan gugus $-NH$ dari ditizon, sedangkan pada modifikasi menggunakan ditizon, ikatan antara ditizon dan padatan pendukung, terjadi melalui gugus $-OH$ pada padatan pendukung dengan gugus $-NH$ pada ditizon secara kimia setelah kedua gugus tersebut terdeprotonasi.

Karakterisasi Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi dengan XRF bertujuan untuk melihat kandungan senyawa yang terdapat pada suatu material. Karakterisasi ini dilakukan terhadap zeolit hasil sintesis dari abu dasar batubara dengan metode peleburan-hidrotermal dan zeolit termodifikasi ditizon. Hasil karakterisasi zeolit sintesis dengan XRF dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Komposisi senyawa dalam zeolite sintesis (ZAD) dan zeolit termodifikasi ditizon (ZD)

NO	Senyawa	Kadar ZAD (%)	Kadar ZD (%)
1	SiO ₂	65,79	64,00
2	Al ₂ O ₃	18,00	19,01
3	TiO ₂	7,07	5,66
4	Fe ₂ O ₃	2,80	2,53
5	SO ₃	1,12	6,47
6	MgO	1,09	-
7	K ₂ O	0,90	0,63
8	Cl	0,83	0,52
9	CaO	0,66	0,34
10	P ₂ O ₅	0,51	0,29
11	La ₂ O ₃	0,41	0,18
12	ZrO ₂	0,32	0,24
13	Cr ₂ O ₃	0,22	0,11
14	NiO	0,06	0,05
16	CuO	0,04	0,02
17	MnO	0,03	-
18	Y ₂ O ₃	0,02	0,01
19	SrO	0,02	0,02
20	ZnO	0,02	0,02
21	PbO	0,02	-
22	Bi ₂ O ₃	0,01	-
23	Ga ₂ O ₃	0,01	-
24	Nb ₂ O ₅	0,01	-

Berdasarkan Tabel 3 dapat diketahui unsur unsur yang terkandung dalam zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon. sintesis zeolit dengan metode peleburan-hidrotermal dari abu dasar hasil refluks tidak mengalami perubahan yang signifikan, pada zeolit hasil sintesis terlihat penurunan rasio Si/Al, hal ini dimungkinkan disebabkan oleh pelarutan NaOH pada tahapan sintesis zeolit, atau dikarenakan NaOH dapat merusak lapisan

luar pada abu dasar dan melarutkan komponen Si dan Al sehingga dimungkinkan terjadi penurunan rasio Si/Al.

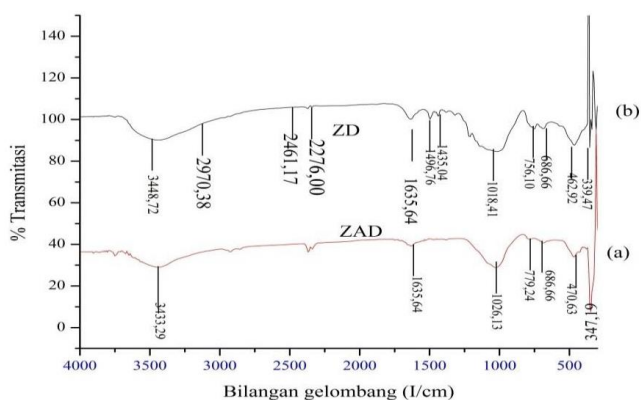
Penurunan kadar SiO₂ juga terjadi pada modifikasi dengan ditizon, hal itu dimungkinkan terjadi karena zeolit sintesis masih mengandung NaOH yang belum tercampur sempurna saat peleburan. Sehingga saat penambahan etanol pada proses modifikasi dengan ditizon dimungkinkan terjadi reaksi antara NaOH sisa dengan struktur dari SiO₂, Selain itu terjadi kenaikan pada %Al₂O₃ dari zeolit sintesis menuju zeolit termodifikasi ditizon, hal itu terjadi dikarenakan Struktur Al-OH pada zeolit akan melepaskan H kemudian berikatan secara kovalen dengan N pada ditizon, sehingga menyebabkan terjadinya kenaikan %Al₂O₃ yang disebabkan oleh pengaruh ikatan dengan ditizon. Zeolit sintesis didalamnya muncul kembali oksida-oksida logam seperti MgO, La₂O₃, Y₂O₃, SrO, ZnO, PbO, Bi₂O₃, Ga₂O₃, Nb₂O₅ yang sebelumnya tidak muncul pada hasil XRF abu dasar hasil refluks.

Hal ini dikarenakan pada abu dasar hasil refluks oksida-oksida tersebut muncul dalam kadar yang sangat kecil yaitu kurang dari 0,01%, sehingga tidak terdeteksi oleh alat XRF. Kemungkinan lain terjadi karena perlakuan refluks menyebabkan berkurangnya kadar oksida logam sehingga meningkatkan kadar silika. Pada zeolit sintesis juga didapatkan kadar Al meningkat dari abu dasar dengan persentase 8,45% menjadi zeolit dengan persentase Al 18,00 %. Menurut Indriati (2012) sisi hidrofilik pada zeolit terlihat dengan penurunan jumlah Si dan peningkatan jumlah Al dalam zeolit. Menurunnya kandungan Si pada zeolit akan meningkatkan sisi anionik zeolit sehingga dapat digunakan dalam menyerap logam-logam berat kationik.

Secara garis besar kadar SiO₂ dan Al₂O₃ pada zeolit termodifikasi ditizon tidak berbeda jauh dengan sebelum dimodifikasi, namun terjadi sedikit perubahan dengan menurunnya kadar Si dan kenaikan kadar Al yang disebabkan oleh penambahan ditizon dan adanya ikatan antara Al-O pada zeolit dengan N ditizon yang menyebabkan persen Al₂O₃ meningkat. Perbandingan Si/Al yang rendah akan menyebabkan kapasitas pertukaran ion yang lebih tinggi dikarenakan semakin rendah perbandingan rasio Si dan Al pada zeolit akan menyebabkan jumlah muatan negatif pada zeolit semakin banyak sehingga kation yang terikat akan semakin banyak seiring pertambahan muatan negatif pada zeolit. Hal ini sesuai dengan penelitian Suseno (2006), yang menyatakan semakin tinggi perbandingan Si/Al pada zeolit menyebabkan jumlah muatan negatif pada struktur zeolit semakin sedikit, sehingga kation yang terikat jumlahnya akan makin sedikit. Peningkatan senyawa SO₃ yang memiliki gugus sulfur pada zeolit sebesar 5,35% dengan sebelum ditambahkan ditizon. Peningkatan ini, terjadi karena terjadinya pertukaran kation pada zeolit dengan struktur S pada ditizon. Selain itu perubahan fisik zeolit juga terjadi, ditandai dengan perubahan warna dari abu-abu menjadi merah kecoklatan, sehingga dapat diasumsikan ditizon telah berhasil dimodifikasi pada pori-pori zeolit.

Karakterisasi Menggunakan Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Spektra FT-IR memberikan informasi mengenai gugus fungsional yang terdapat dalam suatu molekul. Karakterisasi FTIR dalam hal ini bertujuan untuk menentukan gugus fungsi dari zeolit dan zeolit termodifikasi ditizon. Hal itu dilakukan karena zeolit mempunyai spektra yang spesifik, sehingga dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan membedakan beberapa jenis zeolit dalam kelompoknya. Pada penelitian ini, zeolit hasil sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon dikarakterisasi menggunakan FTIR pada bilangan panjang gelombang 4000-400 cm⁻¹ untuk mengetahui gugus-gugus fungsional pada zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon. Hasil karakterisasi FTIR zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon disajikan dalam Gambar 3.



Gambar 3. Hasil FTIR Zeolit sintesis abu dasar (ZAD) (a) dan Zeolit termodifikasi ditizon (ZD) (b).

spektra IR zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon tersebut dapat diamati. Zeolit sintesis dari abu dasar batubara berhasil disintesis, hal ini ditunjukkan dengan adanya spektra yang muncul pada panjang gelombang 300-1300 cm⁻¹. Rentang tersebut merupakan rentang panjang gelombang yang khas dari komponen penyusun zeolit, serta menerangkan komposisi dan cara setiap tetrahedral SiO₄- dan AlO₄- terikat satu sama lain (Agustiningtyas, 2012). Serapan lain muncul pada bilangan gelombang 1026,13

cm⁻¹, 686,66 cm⁻¹, dan 470,63 cm⁻¹. Serapan tersebut menunjukkan regangan asimetri Si-O/Al-O, regangan asimetri O-Si-O, dan vibrasi tekuk Si-O/Al-O, selain itu terlihat juga pita serapan yang melebar muncul pada bilangan gelombang 3433,29 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi ulur gugus O-H dari silanol (Si-OH) ataupun molekul H₂O yang terserap secara fisik, atau dikarenakan adanya air hidrat pada kristal (Hamdan, 1992). Pita serapan berikutnya muncul pada panjang gelombang 1635 cm⁻¹ yang merupakan fibrasi tekuk O-H dari H₂O, hal ini menunjukkan adanya ikatan hidrogen dalam molekul H₂O. Serapan ini muncul diperkirakan akibat adanya penyerapan air dari udara, dikarenakan sifat zeolit yang cukup higroskopis (Sunardi, 2007). Selain itu pita serapan lain pada panjang gelombang 347,19 cm⁻¹. Serapan ini menunjukkan pembukaan pori dari zeolit. Dimana pembukaan pori ini dikarenakan vibrasi eksternal gerakan celah cincin.

Secara spektroskopis spektra IR pada Gambar 4.4 zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon menunjukkan serapan panjang gelombang yang hampir sama, dan hanya terjadi beberapa perbedaan yang signifikan dari pola serapannya. Hal ini dikarenakan pengaruh penambahan ditizon pada proses modifikasi yang menyebabkan munculnya beberapa puncak serapan baru yang mengindikasikan adanya gugus fungsi ditizon dengan serapan yang spesifik, dari uraian tersebut dapat disimpulkan zeolit yang disintesis dari abu dasar batubara telah berhasil dimodifikasi dengan ditizon. Hal ini sesuai pada Gambar 4.4(b), menunjukkan adanya serapan baru pada panjang gelombang 2970,38 cm⁻¹, 1496,76 cm⁻¹, dan 1435,04 cm⁻¹. Pita serapan pada daerah 2970,38 cm⁻¹ menandakan ikatan C-H aromatis dari ditizon, daerah 1496,76 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekuk dari N-H, dan daerah 1435,04 cm⁻¹ menunjukkan ikatan N=N dan pita serapan lemah yang muncul pada panjang gelombang 2461,17 menunjukkan adanya ikatan -SH, dan pita serapan lemah yang muncul pada daerah 2276,00 cm⁻¹, menunjukkan adanya ikatan C=N. Selain itu terjadi adanya pergeseran panjang gelombang 3400-3700 cm⁻¹ kearah yang lebih besar, yaitu menuju panjang gelombang menuju 3448,72 cm⁻¹.

Hal ini menunjukkan adanya gugus OH yang berasal dari zeolit dengan gugus -NH dari ditizon yang menyebabkan intensitasnya lebih tajam. Serapan regangan -C=S (1200-1050 cm⁻¹) dari molekul ditizon juga tidak muncul dalam spektrum, begitu pula pada N-O, hal tersebut bisa terjadi dikarenakan ikatan -C=S dan N-O pada ditizon menyatu dengan pita serapan yang kuat pada Si-O/Al-O pada daerah panjang gelombang 1018,41 cm⁻¹ (Yu et al., 2011). Hal tersebut menunjukkan zeolit berhasil dimodifikasi dengan ditizon. bilangan gelombang 347,19 cm⁻¹ dan 339,47 cm⁻¹ diketahui adanya pembukaan pori pada zeolit dan zeolit termodifikasi ditizon. Hal ini disebabkan perlakuan refluks dengan HCl akan menyebabkan ion H⁺ dari HCl akan memprotonasi gugus fungsional adsorben, dan menghilangkan adanya pengotor yang melekat pada adsorben sehingga terjadi pembukaan pori.

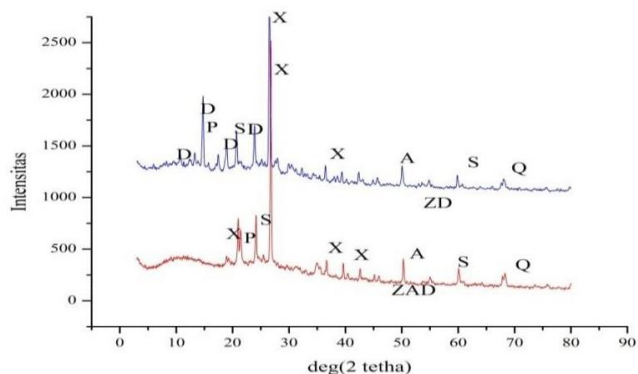
Karakterisasi Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon dengan menggunakan XRD bertujuan untuk memperoleh informasi mengenai perubahan struktur mikro dan kristalin yang terjadi selama proses sintesis dan modifikasi dengan ditizon, serta memberikan informasi mengenai derajat kristalinitasnya baik dalam fase amorf maupun dalam fase kristalin dengan cara membandingkan pola difraksinya. Struktur zeolit adalah kristal yang atom-atomnya tersusun secara teratur dan berulang, sehingga radiasi yang dihasilkan dari sinar-X akan terdifraksi saat dikenakan pada struktur zeolit.

Karakterisasi menggunakan XRD juga digunakan untuk mengetahui apakah dalam proses modifikasi zeolit dengan ditizon dapat merubah kerangka dari zeolit sintesis atau tidak. Pengukuran ini dilakukan pada sudut difraksi (2θ) 3°-80° dengan kondisi pengoperasian menggunakan radiasi Cu (λ 1,5406 Å) pada tegangan 40,0 kV dan arus 30,0 mA. Data yang diperoleh berupa sudut difraksi (2θ) kemudian dicocokkan dengan data base dari

JCPDS maupun penelitian yang terkait (Lukman, 2015). Hasil penelitian ini didapatkan zeolit dengan tipe mirip: zeolit X, zeolit A, zeolit Na-P, dan masih ditemukan tipe kuarsa. Serta ditemukan juga pola difraksi yang menunjukkan adanya ditizon pada zeolit termodifikasi ditizon, seperti disajikan pada Gambar 4.

Berdasarkan Gambar 4 pola difraktogram zeolit sintesis memiliki puncak-puncak tajam yang terlihat pada $2\theta = 26,76^\circ$ (642); $20,98^\circ$ (531); $36,64^\circ$ (268) dan $39,56^\circ$ (11.1.1). Puncak-puncak tersebut merupakan puncak karakteristik yang dimiliki oleh zeolit X (PDF 39-0218).



Gambar 4. Pola XRD zeolit sintesis (ZAD), zeolit termodifikasi ditizon (ZD)

Zeolit tipe X dapat dihasilkan pada proses sintesis dikarekan penambahan natrium silikat pada proses sintesis sehingga menurunkan rasio molar Si/Al pada zeolit. Selain itu konsentrasi SiO_4 -4 dan AlO_4 -5 dalam filtrat setelah proses sintesis dapat menurun seiring dengan semakin tingginya suhu hidrotermal dan kristalisasi. Penurunan tersebut terjadi sebagian ion-ion SiO_4 -4 dan AlO_4 -5 dari abu dasar akan terlarut dan mengkristal menjadi zeolit (Londar, 2009). Zeolit hasil sintesis yang murni dengan derajat kristalinitas yang tinggi akan menghasilkan puncak yang tajam dengan garis dasar yang rendah dan datar (atkins, 1999). Selain zeolit tipe X, zeolit sintesis juga menghasilkan zeolit dengan karakterisasi tipe A, sodalit, dan Na-P dengan intensitas yang lebih kecil. Zeolit tipe A dapat dilihat pada $2\theta = 50,26^\circ$ (622); $24,13^\circ$ (311) (PDF 88-2371), kemudian tipe sodalit dapat dilihat pada $2\theta = 24,30^\circ$ (211); $60,06^\circ$ (530) (PDF 81-0106), Na-P dapat dilihat pada $2\theta = 24,38^\circ$ (311) (PDF 89-6322).

Tipe kuarsa dijumpai pada $2\theta = 68,42^\circ$ (301) (PDF 86-1628) dengan intensitas rendah, hal ini dikarenakan pada tahap transformasi abu dasar menjadi zeolit menggunakan metode peleburan dilanjutkan dengan proses hidrotermal mampu menurunkan kristalinitas dari kuarsa. Shigemoto (1933), menyatakan proses peleburan abu dasar akan mengubah alumina dan silikat menjadi natrium silikat dan natrium aluminat sehingga hasil XRD dari abu dasar refluks menjadi zeolit mengalami penurunan yang signifikan, selain itu pada data XRD zeolit tidak ditemukan puncak serapan kulit karena kulit dalam abu dasar diubah menjadi natrium aluminat pada zeolite. Modifikasi ditizon tidak mengubah tipe zeolit, namun Penambahan ditizon berfungsi menambahkan situs aktif sehingga meningkatkan kemampuan adsorpsi.

Sintesis Komposit Fe_3O_4 -montmorilonit dengan Variasi Temperatur (T)

Variasi temperatur dilakukan pada $T = 50^\circ, 60^\circ, 70^\circ, 80^\circ$ dan 90°C . Variasi ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh temperatur terhadap karakteristik komposit Fe_3O_4 -montmorilonit yang dihasilkan. Pengujian dilakukan dengan perbandingan konsentrasi $[\text{Fe}^{3+}]/[\text{Fe}^{2+}]$ yaitu 1:1.

hasil sintesis komposit Fe_3O_4 -montmorilonit pada temperatur 60°C memberikan massa yang lebih banyak (4,51 gram) dibandingkan dengan temperatur lainnya. Namun demikian massa tidak bisa dijadikan patokan keberhasilan sintesis karena pada sintesis komposit Fe_3O_4 -montmorilonit dimungkinkan akan terbentuk oksida besi lainnya seperti hematit ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$), goethit ($\alpha\text{-FeOOH}$) dan lain-lainnya. Namun dari segi warna terlihat bahwa semua hasil sintesis berwarna coklat kemerahan atau coklat kehitaman. Magnetit (Fe_3O_4) berwarna hitam dan maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) coklat. Karena montmorilonit berwarna coklat muda dan Fe_3O_4 berwarna hitam maka komposit Fe_3O_4 -montmorilonit berwarna coklat kehitaman atau coklat kemerahan. Padatan hasil sintesis pada temperatur 70°C dan 90°C berwarna coklat kehitaman yang menunjukkan campuran dari warna montmorilonit dan magnetit. Dan pada temperatur 50°C , 60°C dan 80°C berwarna coklat kemerahan yang menunjukkan campuran dari warna montmorilonit dan maghemit. Menurut Schewertmann dan Cornell (2000) oksida besi yang berwarna coklat tua adalah oksida besi jenis maghemit ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$).

Hasil Karakterisasi Menggunakan Gas Sorption Analyzer (GSA)

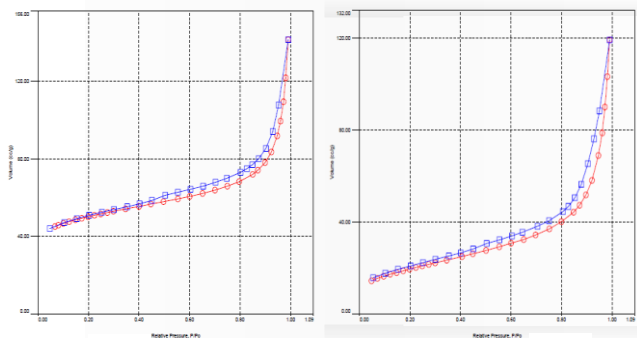
Karakterisasi menggunakan Gas Sorption Analyzer (GSA) ini memberikan informasi mengenai analisis luas permukaan, volume pori, rerata jejari pori dan distribusi ukuran pori. Karakterisasi didasarkan pada proses adsorpsi-desorpsi gas nitrogen oleh sampel zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon yang sebelumnya telah dilakukan proses degassing (Pembersihan). Grafik adsorpsi-desorpsi gas N_2 terhadap zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon disajikan pada Gambar 5. zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon mengikuti tipe III menurut klasifikasi Brunauer, Deming Deming dan Teller (BDDT) merupakan termasuk dalam jenis mesopori.

Uji porositas yang diambil dari multipoint BET dari sampel zeolit dan zeolit termodifikasi ditizon terlihat bahwa penambahan ditizon ke dalam zeolit sintesis menyebabkan penurunan luas permukaan spesifik dan volume total pori pada material. Hal ini disebabkan karena penambahn senyawa ditizon pada permukaan zeolit saat proses modifikasi akan menutupi pori sehingga ukuran pori semakin kecil dan menghasilkan luas permukaan yang lebih kecil. Semakin banyak senyawa ditizon yang diimmobilisasikan maka semakin kecil luas permukaan spesifiknya.

Peningkatan kapasitas adsorpsi pada zeolit termodifikasi ditizon terjadi dikarenakan proses modifikasi ditizon pada permukaan zeolit akan mempengaruhi rasio mol Si/Al pada zeolit termodifikasi ditizon. Hal ini terjadi dikarenakan pengaruh ikatan kovalen antara Si-O pada zeolit dan N pada ditizon

sehingga terjadi penurunan %SiO₂ dan kenaikan %Al₂O₃ (Tabel 4.3) dan terjadi penurunan rasio mol Si/Al yang menyebabkan kenaikan pertukaran ion pada zeolit termodifikasi ditizon dengan ion logam.

Perbandingan Si/Al yang rendah akan menyebabkan kapasitas pertukaran ion yang lebih tinggi dikarenakan semakin rendah perbandingan rasio Si dan Al pada zeolit akan menyebabkan jumlah muatan negatif pada zeolit semakin banyak sehingga kation yang terikat akan semakin banyak seiring penambahan muatan negatif pada zeolite.



Gambar 5. garis hysteresis loops untuk zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon

Pada hasil analisis menggunakan GSA zeolit termodifikasi ditizon terjadi peningkatan rerata jari pori. Hal ini disebabkan oleh ditizon yang dimasukkan kedalam pori-pori zeolit terdiri dari dua atau lebih molekul ditizon, hal ini menyebabkan terjadinya gaya tolak menolak antar molekul ditizon, sehingga menyebabkan pori-pori dari zeolit semakin melebar. Hal ini ditunjukkan dengan ukuran partikel bertambah besar dengan dimodifikasi ditizon yang disebabkan menempelnya molekul ditizon pada zeolit (Sahri, 2014). Distribusi pori juga bisa ditentukan dengan analisis serapan gas. Padatan mikropori memiliki ukuran <20 Å, mesopori 20-500 Å, dan makropori >500 Å.

persentase mikropori dari zeolit sintesis sebanyak 4,90%, mesopori sebanyak 73,84%, dan makropori sebanyak 21,26%. Dengan demikian, dapat diketahui distribusi pori pada zeolit hasil sintesis didominasi oleh zeolit ukuran meso dengan presentasi sebesar 73,79%, sedangkan untuk zeolit termodifikasi ditizon pori dengan ukuran mikro sebesar 4,69%, mesopori sebesar 79,69% dan makropori sebesar 15,62%.

Distribusi pori zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon didominasi oleh pori dengan klasifikasi mesopori. Hal ini diperkuat dengan klasifikasi isothermal adsorpsi pada Gambar 4.7 yang menunjukkan bahwa kedua adsorben merupakan padatan mesopori dengan ciri karakter hysteresis loop. Hal ini didukung juga oleh diameter pori zeolit sintesis dan zeolit termodifikasi ditizon hasil analisis GSA masing-masing 54,613 Å dan 106,0608 Å. Menurut definisi IUPAC, porositas material sendiri diklasifikasikan sebagai mikropori jika memiliki diameter pori di bawah 20-25 Å, mesopori jika memiliki diameter pori antara 20-

25 dan 500 Å, serta makropori jika diameter pori berada lebih dari 500 Å (Fatimah, 2014).

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat diambil kesimpulan bahwa Sintesis zeolit dari abu dasar batu bara dengan metode peleburan-hidrotermal telah berhasil dilakukan. Karakteristik abu dasar batubara, zeolit sintesis dan zeolit ditizon ditunjukkan dengan munculnya serapan-serapan zeolit secara umum pada bilangan gelombang 300-1250 cm⁻¹. Sintesis zeolit didapatkan material mirip zeolit (zeolite-like) yaitu zeolit Y, sodalit, zeolit Na-P dan zeolit X. Selain itu zeolit termodifikasi ditizon berhasil disintesis dengan ditunjukkannya gugus -NH dan -SH pada bilangan gelombang 1496,76 dan 2461,17 cm⁻¹. Hasil yang didapatkan pada karakterisasi GSA menunjukkan penambahan ditizon pada zeolit menurunkan luas permukaan spesifik dari 160,262 m²/g menjadi 69,609 m²/g..

Daftar Pustaka

- Abidin, Z. Pengaruh Ketebalan Kombinasi Filter Zeolit dengan Karbon Aktif Terhadap Penurunan Kesadahan Air Sumur Artetis Di Sendangguwo, Tembalang, Kota Semarang. Skripsi. Universitas Muhammadiyah Semarang: Semarang
- Al-Anber, Z. A. 2008. Thermodynamic and Kinetic Studies of Iron (III) Adsorption by Olive Cake in A Batch System. Article Jordan. Faculty of Science Mu'tah University
- Astuti, Widi. 2005. Proses Pelunakan Air Sadah Menggunakan Zeolit Alam Lampung. UPT. Balai pengolahan mineral Lampung-LIPI
- Atastina, S.B. 2011. Penghilangan Kesadahan Air Yang Mengandung Ca²⁺ Dengan Menggunakan Zeolit Alam Lampung Sebagai Penukar Kation. Skripsi. Fakultas Teknik. Universitas Indonesia: Depok
- Atkins PW. 1999. Kimia Fisik Jilid 1. Irma I Kartohadiprojo, penerjemah; Rohhadyan T, Hadiyana K, editor. Jakarta: Erlangga. Terjemahan dari: Physical; Chemistry
- Bahtiar, A.R. 2008. "Penurunan Kesadahan Air Menggunakan Serbuk Sekam Padi Perlakuan Dengan NaOH". Skripsi. Fakultas Teknik. Institut Teknologi Sepuluh November: Surabaya
- Basset, J. 1994. Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik. Jakarta: EGC Buku Kedokteran
- Breck, D. W. 1974. Zeolite Molecular Sieve, Structure Chemistry and Use. New York: John Willey and Sons
- Chen A, Chen S. 2009. Biosorption of azo dyes from aqueous solution by glutaraldehyde-crosslinked chitosans. J Hazard Mater 172: 1111-1121
- Depkes RI. 2010. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 492/MENKES/IV/2010 Tentang Persyaratan Kualitas Air Minum. Jakarta
- Dutta. K. 2000. Hand Book of Zeolit Science and Technology. The Ohio University
- Erdem, N. Karapinar. 2004. The Remove Of Heavy Metal Cations by Natural Zeolites. Journal of Colloid and Interface Science. Vol 280. Pp 309-314

- Gupta, S. S. 2007. Adsorption of Ni (II) on clay "journal of Colloid and Interface Science" vol. 295, hal 21-32
- Haryanto, 1998, Proses Pengolahan Air Sadah Dengan Menggunakan Koagulan Tawas dan PAC, Skripsi S-1, Kimia FMIPA UGM: Yogyakarta
- Jamali, A., Astuti, W., dan Amin, M., (2003), "Desalinasi Air Payau Menggunakan Surfactant Modified Zeolite (SMZ)". Jakarta: LIPI
- Joko, T. 2010. Unit Produksi dalam Sistem Penyediaan Air Minum. Yogyakarta: Graha Ilmu
- Jumaeri, W. A., Lestari, W. T. P. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal. Jurnal Kimia. Fakultas MIPA UNNES: 38-44
- Kiuk, I.J., 2008. "Penyediaan Air Bersih di Wilayah Pesisir dengan Menggunakan Filter Tembikar Studi Kasus Pantai Kenjeran Surabaya". Skripsi. Fakultas Teknik. Institut Teknologi Sepuluh November: Surabaya
- Kesuma, F. R., Sitorus, B., Adhitiyawardman. 2013. Karakterisasi Pori Adsorben Berbahan Baku Kaolin capkala dan Zeolit Dealuminasi. Jurnal JKK. FMIPA Universitas Tanjungpura Pontianak: 19-23
- Kula, A., Olgun. 2000. Effectts of Colemanite Waste, Coal Bottom Ash and Fly Ash on The Properties of Cement. Journal of cement and concrete research: 491-494
- Kusnaedi. 2010. Mengolah Air Kotor untuk Air Minum. Jakarta: Penebar Swadaya Mubarak., Chayatin. 2009. Ilmu Kesehatan Masyarakat Teori dan Amplikasi. Jakarta: Salemba Medika
- Nana Ristiana. 2011. Keefektifan Ketebalan Kombinasi Zeolit Dengan Arang Aktif Dalam Menurunkan Kadar Kesadahan Air Sumur di Karang tengah Weru Kabupaten Sukoharjo. Skripsi. Fakultas Ilmu Kesehatan. Universitas Muhammadiyah Surakarta: Surakarta
- Park, J.-S., Song, J.-H., Yeon, K.-H., Moon, S.-H., (2007), "Removal of Hardness Ions from Tap Water Using Electromembrane Processes". Desalination 202
- Peraturan Pemerintah. 1999. Pengelolaan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun. Presiden Republik Indonesia: Jakarta
- Querol, X., Plana, F., Alastuey, A., Lopez-Soler, A., Andres, J. m., Juan, R., Ferree, P., Ruiz, C. R. 1997. Industrial Aplication of Coal Combustion Wastes: Zeolite Synthesis and Ceramic Utilisation, European Coal and Steel community. International Journal of Coal Geology A. 50
- Ramlawati, Darminto, Masri, M. 2011. Kinetics and Adsorption Isotherms of Zeolite-MBT Selective Adsorben Towards Cd (II) Ions in Mixed System. Proceedings of the 2nd International Seminar on Chemistry. Jatinangor. 24-25 November 2011
- Said, N. I., dan Yudo, S., (2008), "Masalah dan Strategi Penyediaan Air Bersih di Indonesia", Teknologi Pengelolaan Air Minum "Teori dan Pengalaman Praktis", Jakarta: Pusat Teknologi Lingkungan
- Suci Wahyuni. 2010. Adsorpsi Ion Logam Zn (II) Pada Zeolit A Yang Disintesis Dari Abu Dasar Batubara PT IPMOMI Paiton Dengan Metode Batch. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan: Intitut Teknologi Surabaya.