

Karakterisasi Zeolit Sintetis dari Abu Terbang Batu Bara Menggunakan Difraksi Sinar-X

Ahmad Zakaria¹, Witri Djasmarsi², Yustinus Purwamargapratala³

^{1,2} Akademi Kimia Analisis Bogor

^{1,3} Institut Pertanian Bogor

³ Badan Tenaga Nuklir Nasional

Email: alifrahmatulalam@yahoo.com

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian karakterisasi zeolit sintetis dari abu terbang batu bara menggunakan instrumentasi difraksi sinar-X. Zeolit sintetis dibuat melalui reaksi hidrotermal dalam suasana basa. Hasil karakterisasi zeolit sintetis menggunakan XRD diketahui telah terbentuk zeolit Na-PI pada puncak utama 2 theta (θ) 29,49°, 34,81°, dan 52,24° dengan intensitas relatif berturut-turut sebesar 29, 39, dan 12, dan hidroksisodalit pada puncak utama 2 theta (θ) 14,08° dengan intensitas relatif sebesar 46%. Selain itu masih terbentuk material dasar, yaitu silika dan mullite berturut-turut pada puncak utama 2 theta (θ) 24,45° dan 31,74° ; 42,95° dengan intensitas relatif 100 untuk silika dan 38 serta 27 untuk mullite. Pembentukan material baru ini ternyata menaikkan derajat kristalinitas dari 36,86% menjadi 97,17%. Hasil uji pendahuluan menunjukkan bahwa kapasitas tukar kation (KTK) abu terbang dan zeolit sintetis adalah 31,36 mg/100g dan 439,70 mg/100, sedangkan daya serap terhadap iodin untuk abu terbang dan zeolit sintetis berturut-turut 1,88 dan 1,84 mg/g serta kadar air abu terbang dan zeolit sintetis berturut-turut adalah 0,13% dan 1,16%.

Kata Kunci. Abu Terbang Batu Bara, Zeolit Sintetis, Reaksi Hidrotermal, Zeolit Na-P1, Hidroksisodalit, Silika, Mullite, Derajat Kristalinitas, Kapasitas Tukar Kation.

ABSTRACT

Characterize of synthetic zeolite from coal fly ash with X-ray diffraction have been done. Synthetic zeolite was synthesized from fly ash of coal using hydrothermal reaction in base condition. The result using X-ray Diffraction (XRD) showed that zeolite NaP1 with major peaks at 29,49, 34,81, and 52,24 degrees 2 θ with relative intensity were 29, 39, and 12, respectively and hydroxysodalite with major peak at 14,08 degree 2 θ with relative intensity was 46. In addition, basic materials like quartz and mullite still exist with major peaks 24,45 and 31,74 ; 42,95 degrees 2 θ , with relative intensity 100 and 38; 27, respectively. Formation of this new materials have increased crystallinity degree 36,86% to 97,17%. The result of preliminary test showed that cation exchange capacity, iodine adsorption and water content of fly ash and synthetic zeolite were 31,36 mg/100g and 439,70 mg/100g; 1,88 mg/g and 1,84 mg/g; 0,13% and 1,16%, respectively,

Keywords: Coal Fly ash, Synthetic Zeolite, Hydrothermal Reaction, Zeolite Na-P1, Hydroxysodalite, Quartz, Mullite, Crystallinity Degree, Cation Exchange Capacity

1. PENDAHULUAN

Abu terbang batu bara merupakan limbah padat yang dihasilkan pembangkit listrik yang menggunakan batu bara sebagai bahan bakarnya. Abu terbang yang dihasilkan dari pembangkit listrik sekarang ini menjadi masalah karena volumenya cukup besar mencapai 2 milyar ton pada tahun

2006 (Mazari 2009). Abu terbang batu bara memiliki komponen utama Silika (SiO₂), alumina (Al₂O₃) dan besi oksida (Fe₂O₃), sisanya adalah karbon, kalsium, magnesium, dan belerang dengan rumus umum Si_{1,0}Al_{0,45}Ca_{0,51}Na_{0,047}Fe_{0,039}Mg_{0,02}K_{0,013}Ti_{0,011} tetapi komposisi ini dapat berubah sesuai karakteristik batubara dan pembangkit listrik yang dipergunakan.

Abu terbang batubara terdiri dari butiran halus yang umumnya berbentuk bola padat atau berongga. Ukuran partikel abu terbang dapat lebih kecil dari 75 mikron, sedangkan kerapatannya mencapai 2100 sampai 3000 kg/m³ dan luas area spesifiknya mencapai 170 – 10000 m²/Kg. Berdasarkan karakteristik sifat fisika dan komposisi kimia abu terbang maka abu terbang memiliki potensi yang besar untuk dijadikan adsorben logam berat, seperti yang telah dilakukan oleh Bendiyasa *et al* 2004 untuk menyerap ion Cadmium. Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi abu terbang dalam menyerap logam berat maka dilakukan proses modifikasi menjadi zeolit sintetis.

Pada percobaan ini material abu terbang dikonversi menjadi zeolit sintetis dengan mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Musyoka *et al*. 2009 dan menggunakan kondisi terbaik yang telah diperoleh pada penelitian tersebut. Tahapan percobaan meliputi proses *ageing*/pencampuran abu terbang dengan NaOH 5M pada suhu 47 °C selama 48 jam dan proses reaksi *hidrotermal* pada suhu 140°C selama 48 jam. Abu terbang dan abu terbang yang dimodifikasi menjadi zeolit sintetis tersebut selanjutnya dikarakterisasi menggunakan alat difraksi sinar-X dan dilakukan uji pendahuluan kapasitas tukar kation (KTK)

Penelitian ini bertujuan untuk membuat zeolit sintetis dari abu terbang batu bara dan mengkaraktisasinya dengan instrumen difraksi sinar-X. Selanjutnya diuji Kapasitas Tukar Kation (KTK) untuk melihat potensinya sebagai adsorben ion logam berat.

2. BAHAN DAN METODE

2.1 Alat dan Bahan

Pada penelitian ini alat yang digunakan adalah timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg, *shaker*, termometer, Oven Memmert, *X-Ray Diffraction* merk Shimadzu 700, pH meter, *magnetik stirer* dengan pemanas, corong *buchner*, pompa vakum, gelas piala teflon, *termometer*, serta alat-alat gelas lainnya.

Bahan-bahan yang dibutuhkan terdiri atas bahan uji dan bahan kimia. Bahan uji yang digunakan adalah *fly ash* atau abu terbang batu bara yang merupakan sisa pembakaran pembangkit listrik PLTU Suralaya, sedangkan bahan kimia yang digunakan terdiri atas NaOH, HCl, H₂SO₄, CuCl₂, Na₂S₂O₃, ethylendiamine, I₂ (semua bahan kualitas Pro analisis dari Merck).

3. METODE PENELITIAN

Tahapan penelitian terdiri dari pembuatan material zeolit sintetis dengan metode reaksi hidrotermal dalam suasana basa, karakterisasi dengan XRD dan uji pendahuluan dengan parameter uji kapasitas tukar kation., daya serap terhadap iodin, dan kadar air.

3.1 Pembuatan zeolit dari abu terbang batu bara (Musyoka *et al* 2009).

Pembuatan zeolit sintetis dilakukan dengan cara aktivasi ba

sa dan dilanjutkan dengan reaksi hidrotermal pada kondisi tertutup. Abu terbang batu bara ditimbang seberat 20 gram lalu ditambahkan 20 gram NaOH pellets dan 100 mL air suling kemudian diaduk menggunakan *stirer* dengan kecepatan 800 rpm pada kondisi suhu larutan 47 °C selama 48 jam. Wadah yang dipergunakan harus menggunakan platina atau teflon dan harus dalam keadaan tertutup. Setelah proses *ageing*/pencampuran selesai, dilanjutkan dengan proses hidrotermal dengan menempatkan wadah reaktor di dalam oven pada suhu 140 °C selama 48 jam. Setelah itu sampel dibilas dengan air suling hingga filtratnya memiliki pH 9-10 dan selanjutnya sampel tersebut dikeringkan pada suhu 90 °C selama 12 jam. Setelah itu dimasukkan ke dalam wadah plastik tertutup dan siap dikarakterisasi dan dilakukan uji pendahuluan.

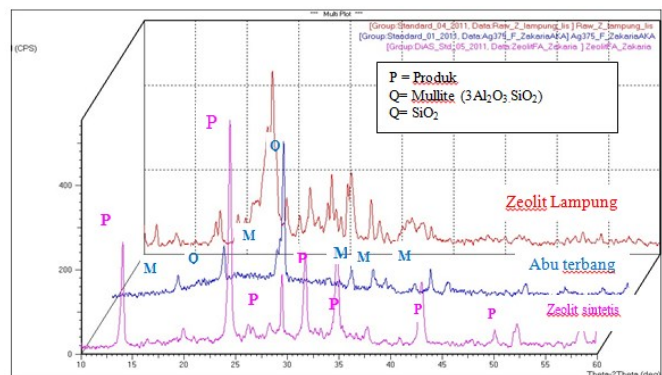
3.2 Karakterisasi dan Uji Pendahuluan (Qiu &Zheng 2009; Musyoka 2009)

Pada sampel abu terbang dan zeolit sintetis dilakukan karakterisasi dengan menggunakan instrumen Difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui pola difraktogram dan derajat kristalinitas sehingga dapat diketahui terbentuk tidaknya material zeolit. Setelah itu pada sampel abu terbang dan zeolit sintetis dilakukan uji pendahuluan yang meliputi parameter: kadar air (SNI 1995), adsorpsi terhadap iod (SNI 1995), dan kapasitas tukar kation (Bergaya & Vayer 1997)

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi

Zeolit sintetis dan abu terbang batu bara sebagai material dasarnya dikarakterisasi menggunakan XRD dengan kondisi pengukuran sebagai berikut : atom target Cu, panjang gelombang λ 1,5406 , voltase 40 kV, dan arus 30 mA. Proses karakterisasi dilakukan pada rentang sudut 2 θ sebesar 10-60 derajat dan dari Gambar 1 dapat dilihat difraktogram abu terbang batu bara, dan zeolit sintetis. Sehingga dengan ilustrasi ini dapat dilihat dengan jelas perbedaan masing-masing sampel.



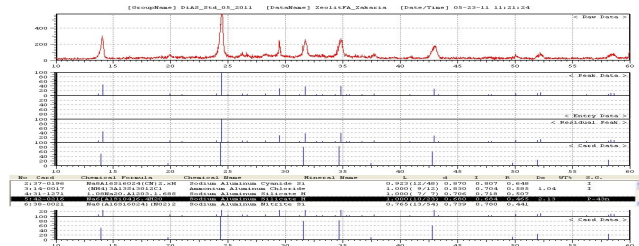
Gambar 1 Pola Difraktogram Zeolit Sintetis, Abu Terbang Batu Bara dan Zeolit Alam Lampung

Berdasarkan informasi *basic data process* XRD dan penelitian yang dilakukan oleh Musyoka 2009 serta *data base* difraktogram, diperoleh 7 puncak utama yang memiliki intensitas relatif lebih dari 10% (Tabel 1). Dari data tersebut diketahui, bahwa abu terbang tersebut merupakan senyawa yang didominasi oleh unsur aluminium dan silikon, yaitu terdeteksinya keberadaan senyawa mullite $Al_6Si_2O_{13}$ dan quartz SiO_2 . Keberadaan mineral silika dalam abu terbang diketahui dengan terbentuknya 2 puncak utama pada sudut 2θ sekitar 26,62 dan 26,30 untuk mineral mullite, hal ini memperkuat penelitian yang telah dilakukan oleh Musyoka 2009 tentang adanya senyawa silika dan mullite pada abu terbang batu bara.

Tabel 1 Intensitas relatif, puncak-puncak utama pada 2θ , dan tipe produk

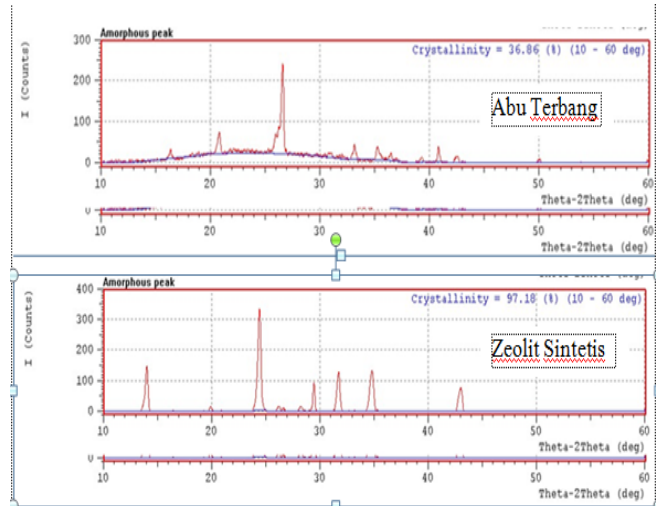
Abu Terbang		Zeolit Sintetis		
Puncak 2θ	Intensitas Relatif	Puncak 2θ	Produk	Intensitas Relatif
16,43	11	14,08	HS	46
20,85	24	24,45	Q	100
26,30	29	29,49	Na-P1	29
26,62	100	31,74	M	38
33,19	18	34,81	Na-P1	39
35,29	14	42,95	M	27
40,87	19	52,24	Na-P1	12

Berdasarkan karakterisasi yang bersumber dari data base pada XRD, terdeteksi adanya senyawa $Na_6(AlSiO_4)_6 \cdot 4H_2O$ (Gambar 2). Terbentuknya senyawa tersebut disebabkan karena adanya penambahan larutan NaOH dalam proses sintesis dan menjadikan ion Na menjadi ion penyeimbang muatan dalam kerangka zeolit. Berdasarkan Gambar 2 dan Musyoka *et al.* (2009) diperoleh 7 puncak utama pada sudut 2θ yang berbeda dengan puncak difraktogram abu terbang batu bara. Sehingga dapat dipastikan sudah terjadi pembentukan mineral baru yang berbeda dari material dasarnya, yaitu zeolit NA-P1 dan hidroksisodalit (Tabel 1).



Gambar 2 Data Base Difraktogram Zeolit Sintetis Sodium Alumina Silikat

Pembentukan material baru ini ternyata menaikkan derajat kristalinitas menjadi 97,17% dibandingkan material dasarnya abu terbang, yaitu 36,86% (Gambar 3). Peningkatan derajat kristalinitas pada zeolit sintetis yang cukup besar, mengindikasikan struktur mineral baru tersebut lebih teratur dibandingkan abu terbang batu bara, hal ini dapat dilihat dari lebih rampingnya bentuk kurva zeolit sintetis.



Gambar 3 Derajat Kristalinitas Zeolit Sintetis dan Abu Terbang

4.2 Pengujian Pendahuluan

Pengujian pendahuluan zeolit sintetis dan abu terbang batu bara sebagai bahan dasar dilakukan untuk parameter kadar air dan daya serap terhadap iodin. Zeolit sintetis dan abu terbang batu bara memiliki kadar air 1,16% dan 0,13%, nilai kadar air abu terbang batu bara relatif lebih kecil dibandingkan zeolit sintetis, karena abu terbang batu bara merupakan sisa pembakaran batu bara yang menggunakan suhu sangat tinggi sedangkan zeolit sintetis proses pengeringannya menggunakan suhu pemanasan 90 derajat celsius dan waktu pemanasan 12 jam, sehingga diduga kandungan air kristal yang terjebak di dalam pori masih ada. Untuk parameter daya serap terhadap iodin nilainya secara berturut-turut adalah 1,88 mg/g dan 1,84 mg/g, angka ini jika dibandingkan dengan standar karbon aktif 750 mg/g (SNI 1995) sangat kecil sekali karena diameter pori karbon aktif lebih besar dengan diameter mencapai orde mikrometer sedangkan abu terbang batu bara dan zeolit hanya mencapai orde nanometer. Untuk data uji pendahuluan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Data Parameter Uji Pendahuluan

Adsorben	Kadar air (%)	Daya serap terhadap iod (mg/g)	KTK (meq/100g)
Abu terbang	0,13	1,88	31,36
Zeolit sintetis	1,16	1,84	439,70
Zeolit alam Lampung (ZAL)	-	-	312,26

Untuk mengetahui kemampuan kapasitas tukar kation (KTK) abu terbang batu bara dan zeolit sintetis maka dilakukan percobaan KTK menggunakan metode kompleksimetri bisethylenediamine untuk membentuk kompleks $[Cu(en)_2]^{2+}$ (Bergaya and Vayer, 1997). Dari hasil pengujian KTK abu terbang batu bara, zeolit sintetis dan zeolit alam Lampung sebagai pembandingan diperoleh

data secara berturut-turut adalah 31,36 meq/100 g, 439,70 meq/100 g, dan 312,26 meq/100 g. Data KTK zeolit sintetis lebih besar dibandingkan dengan zeolit lainnya terutama jika dibandingkan dengan abu terbang batu bara yang mengalami peningkatan 14 kali, sehingga zeolit sintetis ini berpotensi untuk dijadikan adsorben ion logam berat.

5. SIMPULAN

Abu terbang batu bara didominasi oleh mineral silika dan mullite, sedangkan zeolit sintetis yang dihasilkan adalah tipe Zeolit Na-P1 dan mineral hidroksisodalit. Zeolit sintetis memiliki kemampuan Kapasitas Tukar Kation(KTK) 14 kali lipat dibandingkan material dasarnya, yaitu sebesar 439,70 meq/100g, sehingga berpotensi untuk dijadikan adsorben ion logam berat.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Bendiyasa IM, Astuti RO, Setiawan DM. 2004. Penggunaan fly ash sebagai adsorben dalam pemungutan logam Cd(II) dari air limbah simulasi: Studi kesetimbangan. Laporan penelitian laboratorium teknologi kimia umum, Jurusan Teknik Kimia. *Fakultas Teknik, Universitas Gajah Mada*.
- Bergaya F, Vayer M. 1997. CEC of clays. Measurement by adsorption of copper ethylenediamine complex. *Applied Clay Science* 12: 275-280.
- Gupta SS, Bhattacharayya GK. 2008. Immobilization of Pb(II), Cd(II), Ni(II) ions on kaolinite and montmorillonite surfaces from aqueous medium. *Journal of Environmental Management* 87: 46-58.
- Hanan SA, Tarek SJ, Eman ZH. 2010. Application of zeolite prepared from Egyptian kaolin for the removal of heavy metal: II. Isotherm models. *Journal of Hazardous Materials* 182: 842-847.
- Hardiyanti A. 2011. Unsur-unsur yang dibebaskan dari proses pencucian abu terbang dari PLTU Suralaya [Skripsi]. Bogor. Fakultas Pertanian, Institut Pertanian Bogor.
- Hui KS, Chao CYH, Kot SC. 2005. Removal of mixed heavy metal ions in wastewater by zeolite 4A and residual products from recycled coal fly ash. *Journal of Hazardous Materials B* 127: 89-101.
- Jha VK, Nagae M, Matsuda M, Michichiro M. 2009. Zeolite formation from coal fly ash and heavy metal ion removal characteristics of thus-obtained Zeolit X in multi-metal systems. *Journal of Environmental Management* 90: 2507-2514.
- Koukouzias N, Vasilatos C, Itkos G, Mitsis I, Moutsatsou A. 2010. Removal of heavy metals from wastewater using CFB-coal fly ash zeolitic materials. *Journal of Hazardous Materials* 173: 581-588.
- Mazari Magazine. 2009. Abu terbang batubara sebagai adsorben. (terhubung berkala). <http://mazarimagazine.com/2009/06/abu-terbang-batubara-sebagai-adsorben>. (15 Februari 2009).
- Miyake M, Kimura Y, Ohashi T, Matsuda M. 2008. Preparation of activated carbon zeolite composite materials from coal fly ash. *Micropore Mesopore Matter*. 112: 170-177.
- Musyoka NM, Petrik LF, Balfour G, Natasha M, Gitari W, Mabovu B. 2009. Removal of toxic elements from brine using zeolit Na-P1 made from A South African coal fly ash. *Proceedings ISBN Number: 978-0-9802623-5-3. Pretoria South Africa*.
- Oye G, Sjoblon J, Stoker M. 1999. Synthesis and characterization of siliceous and aluminium-containing mesoporous materials from different surfactant solution. *Micropore Mesopore Matter*. 27: 171-180.
- PPPTM. 1997. *Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral*. Bandung.
- Park M, Choi CL, Lim WT, Kim MC, Choi J, Heo NH. 2000. Molten-salt method for the synthesis of zeolitic materials. I. Zeolite formation in alkaline molten-salt system. *Micropore Mesopore Matter*. 37: 81-89.
- Sutarno. 2009. Sintesis, karakterisasi, dan aplikasi MCM-41. Di dalam: Aryanto Y, editor. *Material canggih; Rekayasa material berbasis sumber daya alam silika-alumina. Kelompok Minat Kimia Material Universitas Gajah Mada*. 2009. hlm 83-116.
- Valdes M. Granda, Perez-Cordoves A.I. & Diaz-Garcia M.E. 2006. Zeolites and zeolit-based materials in analytical chemistry. *Trends in Analytical Chemistry* 25 (1): 24-30.
- Qiu W, Zheng Y. 2009. removal of lead, copper, nickel, cobalt, and zinc from water by cancrinite-type zeolite synthesized from fly ash. *Chemical Engineering Journal* 145: 483-488.
- Querol X, Moreno, N, Umama, JC, Alastuey A, Hernandez E, Lopez Soler A, plana F. 2002. Synthesis of zeolites from fly ash: an overview. *International Journal Coal Geol.* 50: 413-423.
- Zhao Y, Ye J, Lu X, Liu M, Lin Y, Gong W, Ning G. 2010. Preparation of sintered foam materials by alkali-activated coal fly ash. *Journal of Hazardous Materials* 174: 108-112.