

PENGARUH TEMPERATUR HIDROTERMAL TERHADAP KONDUKTIVITAS LISTRIK ZEOLIT SINTETIS DARI ABU DASAR BATUBARA DENGAN METODE ALKALI HIDROTERMAL

Yunisa Oktaviani, Afdhal Muttaqin

Jurusan Fisika FMIPA Universitas Andalas

Kampus Unand, Limau Manis, Padang, 25163

e-mail: yunisaoktaviani93@gmail.com, allzputra@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis zeolit berbahan abu dasar batubara dan NaOH sebagai aktivator dengan perbandingan 1 : 1,2 g. Sebelum disintesis, abu dasar batubara diuji menggunakan XRF untuk mengetahui senyawa yang terkandung dalam abu dasar. Sebagai media kristalisasi dalam proses pembentukan kristal zeolit, digunakan air laut melalui proses alkali hidrotermal. Proses alkali hidrotermal dilakukan menggunakan *teflon autoclave* yang dipanaskan di dalam oven pada variasi temperatur 60 °C, 80 °C, 100 °C, 160 °C dan 180 °C selama 6 jam. Zeolit sintetis yang didapatkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM-EDS serta penentuan konduktivitas listrik menggunakan LCR-meter. Hasil pola XRD menunjukkan bahwa sampel mengandung zeolit A, zeolit Na-X, zeolit Na-P, sodalit, kuarsa, hidroksisodolit dan vermikulit. Hasil SEM-EDS memperlihatkan pengaruh perbedaan temperatur proses hidrotermal terhadap permukaan zeolit yang dihasilkan. Zeolit dengan kemurnian yang baik didapatkan pada sampel yang terbentuk pada temperatur 180 °C dengan tidak ada lagi kuarsa dan hidroksisodolit. Pengukuran konduktivitas listrik menunjukkan bahwa konduktivitas yang dihasilkan berada dalam rentang bahan semikonduktor. Nilai dengan konduktivitas listrik tertinggi terdapat pada sampel yang terbentuk pada proses hidrotermal temperatur 180 °C yaitu $2,76769 \times 10^{-6}$ - $12,22794 \times 10^{-6}$ S/cm.

Kata kunci : zeolit, sintesis, kristalisasi, hidrotermal, konduktivitas, semikonduktor, temperatur

ABSTRACT

The synthesis of zeolite from bottom ash and NaOH as an activator with ratio of 1 : 1,2 g has been conducted. Before synthesized, bottom ash was tested by using XRF. As a medium for the crystallization, sea water used on the alkaline hydrothermal process. Alkaline hydrothermal process carried out using a teflon autoclave heated in an oven with variation temperature of 60 °C, 80 °C, 100 °C, 160 °C and 180 °C for 6 hours. Synthetic zeolites tested by using XRD and SEM-EDS and LCR-meter model for electrical conductivity measurement. XRD patterns show that the samples contain zeolite A, zeolite Na-X, zeolite Na-P, sodalite, quartz, hydroxysodalite, and vermiculite. The SEM-EDS showed influence of hydrothermal temperature on zeolite surface. Synthetic zeolite with good purity obtained on samples of hydrothermal temperature process of 180 °C with no quartz and hydroxysodalite content. Measurement of electrical conductivity show, that the conductivity samples obtained are in the range semiconductor. The highest electrical conductivity is about 2.76769×10^{-6} - 12.22794×10^{-6} S/cm is found in the samples with hydrothermal temperature process of 180 °C.

Keywords : zeolite, crystallization, hydrothermal, conductivity, semiconductor, temperature

I. PENDAHULUAN

Zeolit merupakan kristal alumina silika yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi dengan rongga didalamnya. Struktur dan kerangka zeolit yang berongga membuat zeolit memiliki banyak kegunaan diantaranya sebagai adsorben, penukar kation (*ion exchange*), sensor gas, katalis dan penyaring molekul (Ahkam, 2011). Selain itu zeolit juga dimanfaatkan sebagai pendukung pada piranti elektronika sebagai material alternatif semikonduktor (Kalogeris, 1998).

Zeolit pada umumnya dapat dibedakan menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam memiliki beberapa kelemahan diantaranya mengandung banyak pengotor dan kristalinitasnya kurang baik, sehingga untuk mengoptimalkan kegunaan zeolit dibuatlah zeolit sintetis yang mempunyai sifat fisis yang lebih baik. Selain zeolit yang berasal dari alam zeolit dapat disintesis dari bahan yang mengandung unsur Si dan Al, salah satunya adalah limbah pembakaran batu bara. Limbah pembakaran batubara dapat berupa abu layang (*fly ash*)

dan abu dasar (*bottom ash*). Abu layang dan abu dasar memiliki kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 dengan persentase yang berbeda, abu layang sebesar 51,8% dan 26,85% sedangkan abu dasar sebesar 57,483% dan 35,618% (Fatiha, 2013).

Zeolit memiliki sifat yang unik karena susunan atom maupun komposisinya dapat dimodifikasi sehingga banyak dilakukan pembuatan zeolit sintetis yang sesuai dengan kebutuhan. Zeolit sintetis memiliki rasio Si/Al yang dapat disusun sesuai kebutuhan. Perubahan rasio Si/Al pada suatu material akan mempengaruhi sifat dari material tersebut (Lestari, 2010). Selain perbandingan Si/Al, sifat fisika seperti konduktivitas juga sangat mempengaruhi fungsi kerja dari zeolit. Zeolit dengan nilai konduktivitas listrik yang besar memiliki kapasitas ion yang besar sehingga dapat menyerap kation-kation yang kemudian dapat dipertukarkan. Zeolit dengan sifat ini sangat baik dimanfaatkan sebagai penukar ion (Erderm, 2004).

Berdasarkan tingkat keberhasilan dalam menyintesis zeolit, ada dua metode yang digunakan, yaitu metode hidrotermal langsung dan metode alkali hidrotermal. Kedua metode ini mengikuti proses yang terjadi pada zeolit alam yang terbentuk dari sedimentasi debu vulkanik pada lingkungan yang bersifat alkali. Zeolit sintetis yang dihasilkan dengan metode alkali hidrotermal memiliki kristalinitas dan kemurnian lebih tinggi dibandingkan dengan metode hidrotermal langsung (Yanti, 2009). Kristalisasi zeolit sintetis dipengaruhi oleh berbagai faktor, yaitu: komposisi larutan, waktu kristalisasi dan temperatur kristalisasi (Szostak, 1989). Oleh karena itu dalam penelitian ini akan dilihat bagaimana pengaruh variasi temperatur kristalisasi pada metoda alkali hidrotermal terhadap zeolit sintetis dan nilai konduktivitas listrik yang dihasilkan.

Pada penelitian yang dilakukan, disintesis zeolit dari abu dasar batubara menggunakan metode alkali hidrotermal yang mengacu pada metode alkali hidrotermal dengan variasi temperatur hidrotermal 60°C , 80°C , 100°C , 160°C , 180°C . Kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi struktur, bentuk permukaan dan konduktivitas listrik dari zeolit yang dihasilkan.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh temperatur hidrotermal terhadap konduktivitas listrik zeolit sintetis yang dihasilkan. Penelitian ini juga di harapkan dapat memanfaatkan abu dasar batubara secara efisien. Informasi tentang jenis zeolit serta konduktivitasnya dapat dimanfaatkan untuk pengembangan zeolit pada aplikasi elektronika.

II. METODE

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: *furnace*, *magnetic stirrer*, oven, *teflon autoclave*, timbangan digital, LCR-meter, gelas piala, cawan penguap, lumpang dan alu, pipet tetes, spatula, penjepit kayu, kertas saring *whatman* no.42, saringan, pH-indicator *strips*. Bahan yang digunakan adalah: abu dasar batubara, NaOH, air laut, akuades.

Bahan dasar yang digunakan pada sintesis zeolit yaitu abu dasar batubara, sebelum disintesis, abu dasar terlebih dahulu dikarakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui senyawa yang terdapat pada abu dasar batubara. Abu dasar batubara dicampur dengan NaOH bubuk dengan perbandingan 1:1,2 g, dengan menggunakan cawan pemanas, sampel yang telah dicampur merata dimasukkan ke dalam *furnace* dengan temperatur 550°C selama 2 jam. Hasil berupa padatan kemudian didinginkan dan digiling. Selanjutnya, setiap 16 gr dari campuran tersebut dicampurkan dengan 80 ml air laut dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 24 jam. Selanjutnya, larutan dimasukkan kedalam *teflon autoclave* yang kemudian dipanaskan menggunakan oven pada temperatur 60°C , 80°C , 100°C , 160°C dan 180°C selama 6 jam. Bubuk sampel yang telah mengalami proses alkali hidrotermal dicuci menggunakan akuades hingga didapatkan pH netral (7). Setelah itu untuk menghilangkan kandungan air yang terdapat pada bubuk sampel, sampel dipanaskan pada temperatur 80°C selama 12 jam dengan menggunakan oven, dan terbentuklah zeolit sintetis dalam bentuk bubuk.

Karakterisasi dilakukan dengan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM-EDS (*Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive Spectroscopy*) untuk melihat jenis zeolit sintetis dan melihat morfologi permukaan zeolit sintetis yang dihasilkan serta pengukuran konduktivitas listrik menggunakan LCR-meter, sebelum konduktivitas listrik zeolit sintetis diukur maka sampel dikompaksi dan dilapisi elektroda *aluminium stainless steel*.

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Karakterisasi Abu Dasar batubara dengan XRF

Dari Tabel 1 dapat diketahui bahwa abu dasar batubara dari PLTU Ombilin ini memiliki komponen utama Al_2O_3 dan SiO_2 (dimana hal ini menunjukkan adanya kemiripan komponen kimia antara abu dasar batubara dan zeolit), sehingga abu dasar batubara yang berasal dari PLTU Ombilin dapat dijadikan bahan dasar dalam sintesis zeolit.

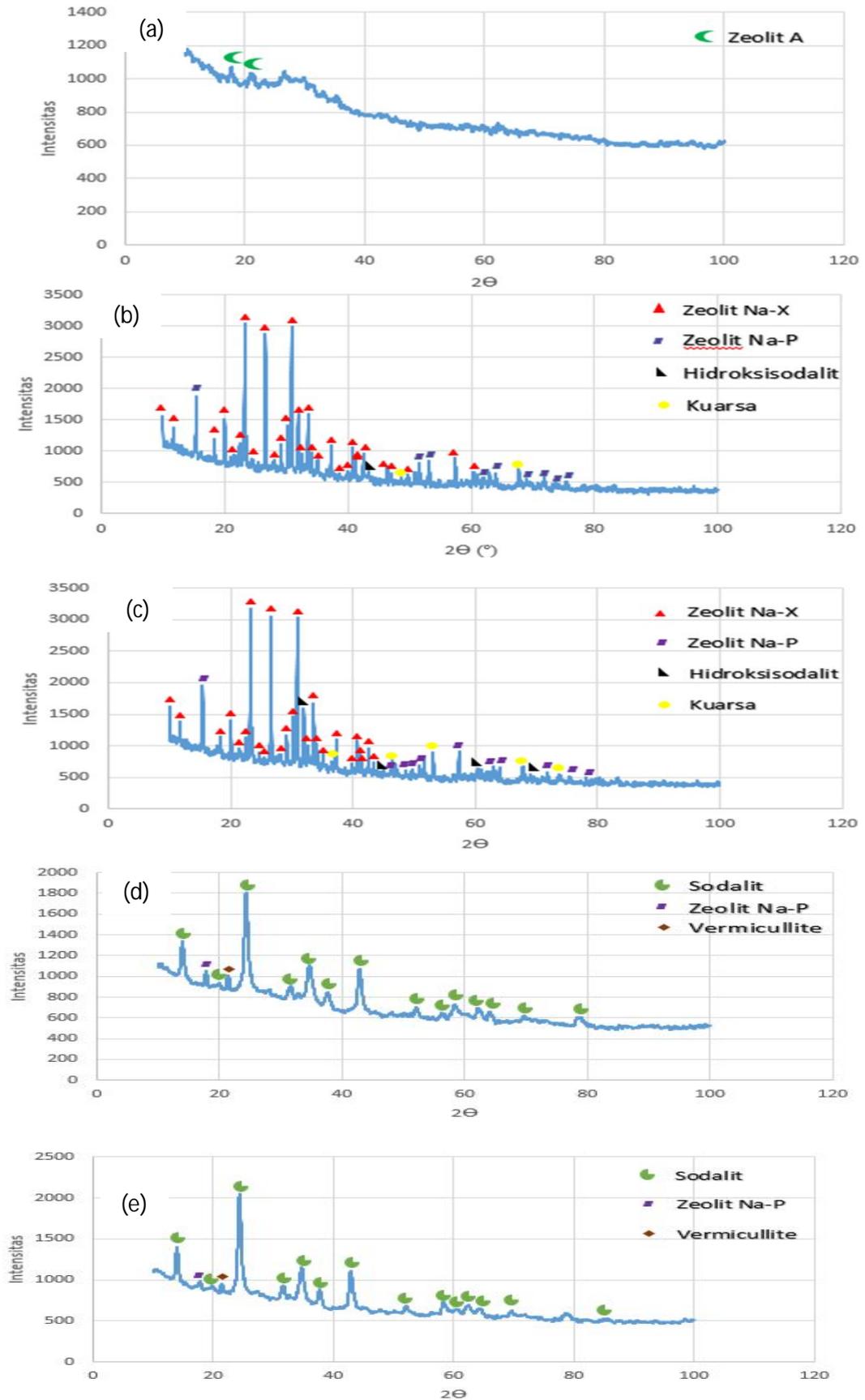
Tabel 1. Data hasil karakterisasi abu dasar batubara dengan XRF

Senyawa	Komposisi (%)
SiO_2	57,483
Al_2O_3	35,618
Fe_2O_3	3,081
CaO	1,606
K_2O	1,323
<i>Free Lime</i>	0,889

3.2 Komposisi dan Jenis Zeolit Sintetis

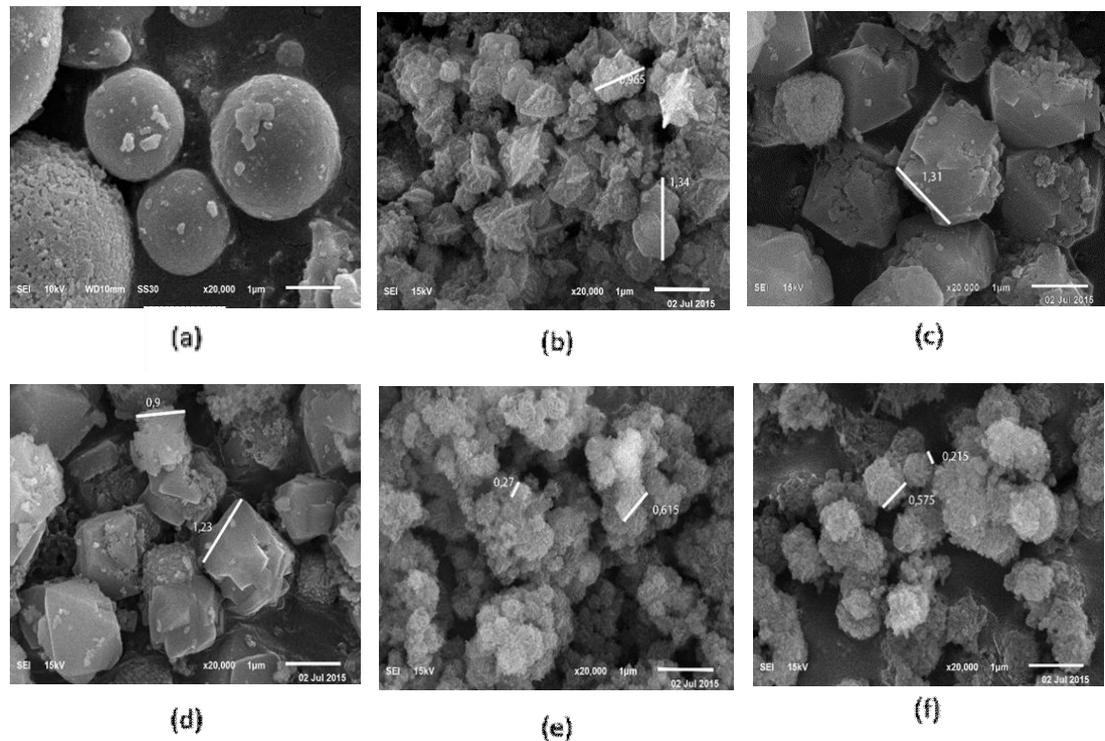
Pengujian sampel zeolit sintetis menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui komposisi dan jenis zeolit sintetis yang terbentuk. Hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 1. Hasil XRD tersebut kemudian dicocokkan dengan data ICDD (*International Centre for Diffraction Database*).

Peningkatan temperatur hidrotermal berhasil meningkatkan tingkat kemurnian zeolit sintetis. Sampel pada temperatur hidrotermal 180 °C memberikan peningkatan terhadap kemurnian zeolit dari pada sampel pada temperatur 160 °C, 100 °C, 80 °C dan 60 °C, karena pada sampel 60 °C kristalinitas yang dihasilkan masih rendah yang dibuktikan dengan hasil sampel 60 °C yang hanya memiliki dua puncak-puncak difraksi zeolit A, sedangkan pada sampel 80 °C dan 100 °C dihasilkan zeolit Na-X, zeolit Na-P, kristalinitas yang dihasilkan lebih baik daripada sampel 60 °C yang dibuktikan dengan puncak difraksi yang semakin tajam. Tetapi sampel 80 °C dan 100 °C masih terdapat kuarsa dan hidroksisodalit, masih terdapatnya kuarsa dalam sampel 80 °C dan 100 °C yang merupakan komponen utama penyusun abu dasar batubara disebabkan karena kuarsa merupakan mineral yang stabil sehingga kuarsa sulit untuk berikatan dengan NaOH serta mineral lainnya untuk dikonversi menjadi zeolit. Sampel 160 °C dan 180 °C memiliki kemurnian yang lebih baik daripada sampel 80 °C dan 100 °C, karena pada sampel 160 °C dan 180 °C tidak terdapat lagi kuarsa dan hidroksisodalit. Pada sampel 160 °C dan 180 °C zeolit dominan yang dihasilkan adalah sodalit yang merupakan kerangka dari zeolit X. Dari kelima hasil XRD dari zeolit sintetis yang dihasilkan, dapat disimpulkan bahwa semakin meningkatnya temperatur hidrotermal yang digunakan akan menghasilkan zeolit sintetis dengan kemurnian yang tinggi. Hal ini disebabkan dengan bertambahnya temperatur proses hidrotermal akan meningkatkan frekuensi tumbukan antara abu dasar batubara dan NaOH, meningkatkan tumbukan efektif yang terjadi dan selanjutnya mempercepat dan meningkatkan pembentukan kristal zeolit sehingga komponen utama dari abu dasar batubara semakin banyak yang dapat dikonversi menjadi zeolit sintetis (Londar, 2010). Hal ini membuktikan bahwa temperatur sangat mempengaruhi komposisi dan zeolit sintetis yang dihasilkan. Hasil XRD zeolit sintetis pada temperatur hidrotermal 60 °C, 80 °C, 100 °C, 160 °C dan 180 °C dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil XRD zeolit sintetis pada beberapa temperatur hidrotermal (a) 60 °C, (b) 80 °C, (c) 100 °C, (d) 160 °C dan (e) 180 °C melalui proses alkali hidrotermal

3.3 Struktur Permukaan Zeolit Sintetis



Gambar 2. (a) Hasil SEM abu dasar batubara, (b) sampel zeolit sintetis 60 °C, (c) 80 °C, (d) 100 °C (e) 160 °C, (f) 180 °C melalui proses alkali hidrotermal

Pengaruh pemberian temperatur proses hidrotermal yang bervariasi yaitu 60 °C, 80 °C, 100 °C, 160 °C dan 180 °C dapat dilihat pada Gambar 2. Sebagaimana hasil XRD, hasil foto SEM permukaan menunjukkan adanya pengaruh dari temperatur proses hidrotermal pada homogenitas dan ukuran partikel. Secara umum terlihat bahwa sampel 80 °C, 100 °C, 160 °C, dan 180 °C memiliki ukuran partikel yang lebih seragam tidak seperti sampel 60 °C yang ukuran partikelnya tidak merata.

Jika dilihat dari abu dasar batubara bentuk permukaannya berbentuk bulat dengan besar partikel yang tidak merata yang merupakan kuarsa dan mullit. Setelah diberikan perlakuan pada abu dasar batubara, struktur permukaan menjadi kubik serta tetragonal sebagaimana hasil yang ditunjukkan oleh XRD. Dominasi bentuk kubik pada Gambar 2 sesuai dengan hasil XRD yang memperlihatkan intensitas utama berasal dari struktur zeolit Na-X dan sodalit. Pada hasil SEM (Gambar 2), bentuk struktur lain yang berasal dari zeolit Na-P maupun hidroksisodolit, kuarsa dan *vermicullite* tidak begitu dominan dan tidak dapat dibedakan sebagaimana hasil XRD yang memperlihatkan puncak-puncak sekunder yang tidak dominan dari struktur ini.

Dilihat dari ukuran partikel zeolit sintetis yang terbentuk, sampel 60 °C memiliki ukuran kira-kira berkisar (0,965–1,34) μm, sampel 80 °C berkisar (0,95– 1,31) μm, sampel 100°C berkisar (0,9 – 1,23) μm, sampel 160 °C berkisar (0,27– 0,615) μm, sedangkan sampel 180 °C memiliki ukuran berkisar (0,215– 0,575) μm. Dari segi ukuran per partikel, sampel 180°C memiliki ukuran rata-rata yang jauh lebih kecil dibandingkan sampel lain. Ini menunjukkan bahwa, selain sampel 180 °C lebih homogen, ukuran partikelnya juga menjadi lebih kecil. Temperatur proses hidrotermal 180 °C menjadikan zeolit lebih homogen dan memiliki ukuran partikel lebih kecil.

3.4 Perbandingan Komposisi Unsur Zeolit Sintetis

Karakterisasi EDS digunakan untuk mengetahui komposisi unsur-unsur pada abu dasar batubara dan zeolit sintetis. Data hasil karakterisasi menggunakan EDS dapat dilihat pada Tabel 2. Komposisi utama dari abu dasar batubara yang berupa unsur C, N, dan O merupakan unsur utama dari hasil pembakaran batubara dengan komposisi lebih dari 20%, setelah abu dasar batubara disintesis menjadi zeolit sintetis dengan temperatur hidrotermal yang bervariasi maka kandungan unsur C (karbon) dalam zeolit sintetis yang dihasilkan cenderung bertambah dengan meningkatnya temperatur, hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur hidrotermal yang digunakan maka semakin banyak pembakaran yang terjadi. Unsur Si (13,25%) dan Al (8,68%) sebagai unsur utama pembentuk zeolit menjadikan abu dasar batubara sebagai sumber bahan baku zeolit dengan perbandingan Si/Al kecil < 2 . Dengan komposisi awal ini, zeolit yang akan terbentuk akan lebih mengarah pada zeolit dengan kemampuan penukar ion yang cukup baik.

Tabel 2. Data karakterisasi abu dasar batubara dan zeolit sintetis dengan menggunakan EDS

Unsur	% Massa					
	Abu dasar	60 °C	80 °C	100 °C	160 °C	180 °C
C	25,19	15,96	52,04	40,77	56,36	63,90
N	25,28	-	-	-	-	-
O	24,08	52,64	36,40	42,95	34,60	15,53
Na	0,14	4,50	2,30	3,70	2,59	5,25
Mg	0,27	0,36	-	-	-	0,45
Al	8,68	8,90	3,53	5,34	2,67	5,45
Si	13,25	13,39	4,26	6,09	3,43	7,12
Cl	0,09	-	-	0,29	0,36	0,74
K	0,82	0,51	0,13	-	-	-
Ca	2,2	1,79	0,58	0,85	-	-
Fe	-	1,56	0,61	-	-	1,57
Ti	-	0,37	0,14	-	-	-

3.5 Nilai Konduktivitas Listrik Zeolit Sintetis

Karakterisasi sifat listrik (konduktivitas listrik) didapatkan dari pengukuran resistansi dengan menggunakan alat LCR-meter di Laboratorium Fisika Material Jurusan Fisika Universitas Andalas. Nilai konduktivitas listrik (σ) berkisar dari $0,765572 \times 10^{-6}$ S/cm - $12,22794 \times 10^{-6}$ S/cm. Nilai konduktivitas ini berada pada rentang konduktivitas semikonduktor. Secara keseluruhan, sampel 180 °C memiliki konduktivitas listrik yang lebih tinggi dibandingkan sampel 60 °C, 80 °C, 100 °C, 160 °C dan 180 °C. Konduktivitas listrik pada sampel 180 °C adalah $12,22794 \times 10^{-6}$ S/cm. Semakin tinggi nilai temperatur hidrotermal yang digunakan mengakibatkan turunnya nilai resistansi, sehingga nilai konduktivitas listrik meningkat. Hal ini disebabkan dengan naiknya temperatur, susunan kristal akan semakin teratur dan elektron semakin mudah mengalir.

IV. KESIMPULAN

Temperatur proses hidrotermal memberikan pengaruh penting dalam sintesis zeolit. Temperatur proses hidrotermal pada 180 °C menghasilkan zeolit dengan tingkat kemurnian yang lebih baik. Zeolit yang terbentuk pada temperatur 180 °C adalah sodalit yang merupakan kerangka dari zeolit X. Zeolit sintetis yang dihasilkan memiliki rasio Si/Al < 2 dari hasil EDS. Hasil ini memperkuat hasil karakterisasi XRD dan SEM yang memberikan hasil dari zeolit sintetis yaitu Na-X dan sodalit karena zeolit Na-X dan sodalit memiliki rasio Si/Al < 2 yang memiliki sifat sebagai penukar kation yang baik. Zeolit sintetis berdasarkan nilai konduktivitas listrik berada pada rentang material semikonduktor. Zeolit sintetis pada proses temperatur

hidrotermal 180 °C memiliki nilai konduktivitas listrik tertinggi dibandingkan sampel lainnya dengan nilai konduktivitas $12,22794 \times 10^{-6}$ S/cm.

DAFTAR PUSTAKA

- Ahkam, M., 2011, Sintesis dan Karakterisasi Membran Nanozeolit Y untuk Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol, *Skripsi*, Depart. Kimia, Universitas Indonesia, Depok.
- Erderm, E. and Karapinar, R., 2004, The Removal of Heavy Metal cations by Natural Zeolites, *Journal of Colloid and Interface Science*, Elsevier, hal 309-314.
- Fatiha, W. Y., 2013, Sintesis Zeolit dari Fly Ash Batubara Ombilin pada Temperatur Rendah dengan Menggunakan Air Laut, *Skripsi*, FMIPA UNAND, Padang.
- Kalogeras, I. M. dan A. Dova, V., 1998, Electrical Properties of Zeolitic Catalyst, *Defect and Diffusion Forum*, Vol. 164 pp. 1-36, Depart. Physics, Athens.
- Lestari, D.Y., 2010, Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara, *Prosiding Zeolit Sintetis dan Zeolit alam*, UNY.
- Londar, E., Hamzah, F., Nurul, W., 2010, Pengaruh Karbon Terhadap Pembentukan Zeolit dari Abu Dasar dengan Metode Hidrotermal langsung, *Jurnal Kimia ITS*, FMIPA ITS, hal 1-13.
- Szostak, R., 1989, Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identification, Elsevier.
- Yanti, Y., 2009, Sintesis Zeolit A dan Zeolit Karbon Aktif dari Abu Dasar PLTU Paiton dengan Metode Peleburan, *Skripsi*, ITS, Surabaya.