



REPUBLIC INDONESIA  
KEMENTERIAN HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA

**SERTIFIKAT PATEN**

Menteri Hukum dan Hak Asasi Manusia atas nama Negara Republik Indonesia berdasarkan Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten, memberikan hak atas Paten kepada:

Nama dan Alamat Pemegang Paten

**UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**  
Gedung G Lantai 1 Kampus Sekaran, Gunungpati  
Semarang 50229  
INDONESIA

Untuk Invensi dengan Judul

**METODE PEMBUATAN ADSORBEN DARI ABU LAYANG BATUBARA TERMODIFIKASI UNTUK PENGOLAHAN LIMBAH CAIR MENGANDUNG LOGAM BERAT DAN ZAT WARNA KATIONIK**

Inventor

**Dr. Widi Astuti, S.T., M.T**

Tanggal Penerimaan

**26 November 2015**

Nomor Paten

**IDP000050224**

Tanggal Pemberian

**16 Maret 2018**

Perlindungan Paten untuk invensi tersebut diberikan untuk selama 20 tahun terhitung sejak Tanggal Penerimaan (Pasal 22 Undang-Undang Nomor 13 Tahun 2016 tentang Paten).

Sertifikat Paten ini dilampiri dengan deskripsi, klaim, abstrak dan gambar (jika ada) dari invensi yang tidak terpisahkan dari sertifikat ini.



a.n. MENTERI HUKUM DAN HAK ASASI MANUSIA  
DIREKTUR JENDERAL KEKAYAAN INTELEKTUAL

**Dr. Freddy Harris, S.H., LL.M., ACCS.**  
NIP. 196611181994031001

## Deskripsi

**METODE PEMBUATAN ADSORBEN DARI ABU LAYANG BATUBARA  
TERMODIFIKASI UNTUK PENGOLAHAN LIMBAH CAIR MENGANDUNG LOGAM  
BERAT DAN ZAT WARNA KATIONIK**

**Bidang Teknik Invensi**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan adsorben dari material abu layang batubara termodifikasi untuk menyerap logam berat dan zat warna kationik dalam limbah cair industri.

**Latar Belakang Invensi**

Efektivitas proses adsorpsi sangat tergantung pada korelasi antara kontaminan yang diserap, yang disebut sebagai adsorbat dengan adsorben (material penyerap) yang digunakan. Salah satu indikator adsorben yang bagus adalah murah namun mempunyai kapasitas adsorpsi tinggi. Berbagai jenis adsorben telah dikembangkan, terutama karbon aktif (Paten no. US 8664153 B1), namun harganya yang mahal seringkali menjadi dilema dalam pengolahan limbah industri sehingga sintesis adsorben dari berbagai limbah terus dikembangkan dewasa ini.

Di sisi lain, jumlah abu layang sebagai limbah padat hasil pembakaran batubara di PLTU sangat melimpah dan belum termanfaatkan dengan baik, sehingga banyak menimbulkan masalah pencemaran lingkungan. Komposisi kimia abu layang menunjukkan bahwa sebagian besar tersusun atas oksida logam terutama  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang mempunyai situs aktif dan residu karbon yang berpori, sehingga abu layang dapat digunakan sebagai adsorben.

Invensi tentang pembuatan adsorben dari abu layang batubara telah dikemukakan oleh paten No. CN 102500311 A. Metode pembuatannya dengan cara mencampurkan air, abu batubara dan oksida logam transisi. Namun, proses ini membutuhkan waktu lama 10-15 jam dan suhu tinggi 500-600°C, sehingga membutuhkan energi tinggi. Demikian juga pada invensi dalam paten No. US

3424676 A yang menggunakan suhu 475°C dan waktu reaksi 6 jam untuk sintesis adsorben berbasis abu batubara.

Invensi ini menggunakan metode pembuatan yang lebih sederhana, mudah dan murah karena tidak membutuhkan energi yang besar. Abu layang batubara direaksikan dengan larutan natrium hidroksida sehingga membentuk pori-pori akibat larutnya sebagian fragmen dalam abu layang. Hal inilah yang mengakibatkan luas permukaan spesifik abu layang dan ukuran pori menjadi lebih besar, situs aktif lebih terbuka, sehingga lebih mudah diakses oleh molekul-molekul adsorbat yang akan diserap. Dengan demikian, kapasitas adsorpsi abu layang termodifikasi ini menjadi semakin besar.

### **Ringkasan Invensi**

Tujuan dari invensi ini adalah untuk menyediakan suatu adsorben dari abu layang batubara yang murah tetapi mempunyai kapasitas adsorpsi besar melalui modifikasi kimia untuk membentuk struktur adsorben yang lebih amorf, mempunyai luas permukaan dan ukuran pori lebih besar serta mempunyai situs aktif yang lebih terbuka sehingga lebih mudah diakses oleh molekul-molekul adsorbat.

Tujuan invensi tersebut di atas dapat dicapai dengan menyediakan suatu metode pembuatan adsorben dari abu layang batubara termodifikasi, terdiri dari tahapan-tahapan sebagai berikut:

- a. menghilangkan residu karbon dari abu layang batubara melalui pengayakan abu layang batubara menggunakan ayakan 100 mesh, dimana abu layang yang digunakan adalah abu layang yang lolos ayakan 100 mesh;
- b. menghilangkan pengotor dalam abu layang melalui pencucian abu layang yang telah dihilangkan residu karbonnya menggunakan akuades dan mengeringkan abu layang tersebut menggunakan oven pada suhu 105-115°C selama 50-70 menit;
- c. menurunkan kristalinitas abu layang yang telah

dihilangkan pengotor pada tahap b) melalui reaksi abu layang dengan larutan natrium hidroksida 3M pada refluks yang disertai dengan pengadukan 100-120 rpm, dengan kondisi operasi suhu 60°C dan waktu reaksi 2 jam hingga diperoleh kristalinitas total sebesar 65,2%;

d. memisahkan abu layang batubara yang telah diturunkan kristalinitas hingga 65,2% melalui penyaringan menggunakan kertas saring whatmann;

e. mencuci abu layang yang dihasilkan pada tahap d) menggunakan akuades hingga pH 7; dan

f. mengeringkan kembali abu layang yang dihasilkan pada tahap e) menggunakan oven pada suhu 105-115°C selama 50-70 menit untuk menghasilkan adsorben yang memiliki kristalinitas total 65,2 %.

Adsorben dari abu layang batubara termodifikasi dari invensi ini mempunyai diameter pori terbanyak 14 nm, kristalinitas total 65,2%, luas permukaan spesifik 84,88 m<sup>2</sup>/g dan rasio Si/Al 1,66, sehingga adsorben ini dapat digunakan untuk menjerap molekul-molekul logam berat maupun zat warna tekstil dengan diameter hingga 14 nm.

#### **Uraian Singkat Gambar**

Gambar 1 menunjukkan morfologi abu layang asli sebelum modifikasi dengan perbesaran 1000x, dimana mineral abu layang digambarkan mempunyai bentuk bulat dengan permukaan halus.

Gambar 2 menunjukkan morfologi abu layang asli sebelum modifikasi dengan perbesaran 10000x. Pada gambar ini terlihat jika permukaan cenderung tidak rata karena tertutup karbon dan terlihat tidak ada pori.

Gambar 3 menunjukkan morfologi permukaan abu layang hasil modifikasi dengan perbesaran 1000x, terlihat bentuk mineral abu layang menjadi tidak beraturan karena terkikisnya sebagian fragmen abu layang akibat reaksi dengan natrium hidroksida.

Gambar 4 menunjukkan morfologi permukaan abu layang hasil

modifikasi dengan perbesaran 25000x. Pada gambar ini terlihat dengan jelas adanya pengikisan sebagian fragmen abu layang. Pengikisan ini meninggalkan pori-pori yang tampak jelas.

## 5 Uraian Lengkap Invensi

Sebagaimana telah dikemukakan pada latar belakang invensi bahwa kapasitas adsorpsi suatu adsorben sangat dipengaruhi oleh luas permukaan spesifik, distribusi ukuran pori dan keberadaan situs aktif. Mengingat abu layang batubara mempunyai kandungan utama  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dalam fase kristalinnnya yaitu sebagai *quartz* dan *mullite*, maka diperlukan modifikasi untuk mengubah strukturnya agar menjadi lebih amorf, dengan struktur yang lebih terbuka sehingga situs aktif di dalamnya mudah diakses oleh molekul-molekul adsorbat.

Metode pembuatan adsorben dari abu layang batubara ini dimulai dengan tahap preparasi bahan terlebih dahulu. Abu layang diayak menggunakan ayakan 100 mesh, untuk memisahkan tanah, kotoran dan residu karbon yang terikat dalam mineral abu layang. Sebagaimana telah dijelaskan sebelumnya, abu layang batubara sebenarnya merupakan adsorben *dual site*, dimana situs aktif pada  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang terdapat dalam mineral abu layang dan residu karbon keduanya dapat berperan dalam proses adsorpsi. Namun, dalam hal adsorpsi logam berat dan zat warna anionik, keberadaan residu karbon justru dapat menurunkan kapasitas adsorpsi karena dapat menutup situs aktif dimana adsorpsi tersebut dominan terjadi. Mengingat ukuran residu karbon lebih besar daripada ukuran mineral abu layang, maka proses pengayakan dapat efektif memisahkan residu karbon dari mineral abu layang.

Selanjutnya, abu layang dicuci dan dikeringkan melalui pemanasan pada suhu 105-115°C selama 50-70 menit, namun lebih disukai pada suhu 110°C selama 60 menit. Pemanasan ini bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam abu layang.

Modifikasi terhadap tingkat kristalinitas dan struktur

abu layang dilakukan secara kimia menggunakan larutan natrium hidroksida 3M, dengan sistem refluks yang disertai pengadukan 100-120 rpm. Perbandingan abu layang dengan larutan natrium hidroksida yang digunakan adalah 6 mL larutan natrium hidroksida untuk setiap 1 g abu layang. Refluks dilakukan pada suhu 60°C selama 2 jam. Abu layang hasil reaksi selanjutnya dicuci dengan akuades berulang kali hingga pH 7 dan dikeringkan kembali pada suhu 105-115°C selama 50-70 menit, namun lebih disukai pada suhu 110°C selama 60 menit. Perubahan morfologi permukaan abu layang batubara setelah proses reaksi ini terlihat pada Gambar 1 hingga 4. Gambar 1 menunjukkan morfologi abu layang sebelum modifikasi dengan perbesaran 1000x, dimana mineral abu layang digambarkan mempunyai bentuk bulat dengan permukaan yang halus. Permukaan yang cenderung halus tanpa terlihat adanya pori ini semakin jelas terlihat pada perbesaran 10.000x (Gambar 2). Sementara pada Gambar 3 yang merupakan morfologi permukaan abu layang hasil modifikasi dengan perbesaran 1000x, terlihat bentuk mineral abu layang menjadi tidak beraturan karena terkikisnya sebagian fragmen abu layang akibat reaksi dengan natrium hidroksida. Pengikisan ini akan meninggalkan pori-pori, yang sangat jelas terlihat pada perbesaran 25.000x (Gambar 4). Terbentuknya pori ini mengakibatkan akses molekul-molekul adsorbat ke dalam situs aktif menjadi lebih mudah.

Modifikasi yang dilakukan menghasilkan adsorben dengan luas permukaan spesifik meningkat dari 10,4 menjadi 84,88 m<sup>2</sup>/g, diameter pori terbanyak meningkat dari 2 menjadi 14 nm dan kristalinitas total turun dari 100 menjadi 65,2%, sehingga adsorben ini dapat digunakan untuk menjerap molekul-molekul logam berat maupun zat warna tekstil yang mempunyai ukuran molekul 0,1-14 nm. Secara lengkap, spesifikasi adsorben hasil modifikasi ini adalah sebagai berikut.

- a. Luas permukaan spesifik : 84,88 m<sup>2</sup>/g
- b. Diameter pori terbanyak : 14 nm

c. Kristalinitas total : 65,2%

d. Rasio Si/Al : 1,66

Adsorben hasil modifikasi ini memberikan % penghilangan terhadap ion Pb(II) yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan adsorpsi ion Pb(II) oleh karbon yang diambil dari *furnace* pada Egyptian Iron and Steel Company (Yehia dkk., 2008). Pada penelitian Yehia dkk. (2008) dalam *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Vol. 117(4)*, % penghilangan mencapai 78%, sementara adsorben ini mampu menghilangkan ion Pb(II) hingga 88% dengan kondisi adsorpsi pH 5 dan waktu adsorpsi 180 menit serta zat warna metil violet hingga 97% pada kondisi adsorpsi pH 9 dan waktu adsorpsi 240 menit.

15

20

25

30

**Klaim**

1. Metode pembuatan adsorben dari abu layang batubara termodifikasi terdiri dari tahapan-tahapan sebagai berikut:

- 5 a. menghilangkan residu karbon dari abu layang batubara melalui pengayakan abu layang batubara menggunakan ayakan 100 mesh, dimana abu layang yang digunakan adalah abu layang yang lolos ayakan 100 mesh;
- 10 b. menghilangkan pengotor dalam abu layang melalui pencucian abu layang yang telah dihilangkan residu karbonnya menggunakan akuades dan mengeringkan abu layang tersebut menggunakan oven pada suhu 105-115°C selama 50-70 menit;
- 15 c. menurunkan kristalinitas abu layang yang telah dihilangkan pengotor pada tahap b) melalui reaksi abu layang dengan larutan natrium hidroksida 3M pada refluks yang disertai dengan pengadukan 100-120 rpm, dengan kondisi operasi suhu 60°C dan waktu reaksi 2 jam hingga diperoleh kristalinitas total sebesar 65,2%;
- 20 d. memisahkan abu layang batubara yang telah diturunkan kristalinitas hingga 65,2% melalui penyaringan menggunakan kertas saring whatmann;
- e. mencuci abu layang yang dihasilkan pada tahap d) menggunakan akuades hingga pH 7; dan
- 25 f. mengeringkan kembali abu layang yang dihasilkan pada tahap e) menggunakan oven pada suhu 105-115°C selama 50-70 menit untuk menghasilkan adsorben yang memiliki kristalinitas total 65,2 %.

2. Metode pembuatan adsorben dari abu layang batubara sesuai dengan klaim 1, dimana larutan natrium hidroksida yang digunakan pada tahap penurunan kristalinitas adalah 6 mL larutan natrium hidroksida untuk setiap 1 g abu layang.

3. Metode pembuatan adsorben dari abu layang batubara sesuai dengan klaim 1, dimana suhu yang digunakan pada tahap b) dan



f) adalah suhu 110°C selama 60 menit.

4. Adsorben dari abu layang batubara termodifikasi sesuai dengan proses yang dihasilkan pada klaim 1 hingga 3, dimana adsorben mempunyai diameter pori terbanyak 14 nm, kristalinitas total 65,2%, luas permukaan spesifik 84,88 m<sup>2</sup>/g dan rasio Si/Al 1,66, sehingga adsorben ini dapat digunakan untuk menjerap molekul-molekul logam berat maupun zat warna tekstil dengan diameter hingga 14 nm.

10

15

20

25

30

35

Abstrak

**METODE PEMBUATAN ADSORBEN DARI ABU LAYANG BATUBARA  
TERMODIFIKASI UNTUK PENGOLAHAN LIMBAH CAIR MENGANDUNG LOGAM  
BERAT DAN ZAT WARNA KATIONIK**

Invensi ini berhubungan dengan metode pembuatan adsorben dari material abu layang batubara termodifikasi untuk menyerap logam berat dan zat warna kationik dalam limbah cair industri.

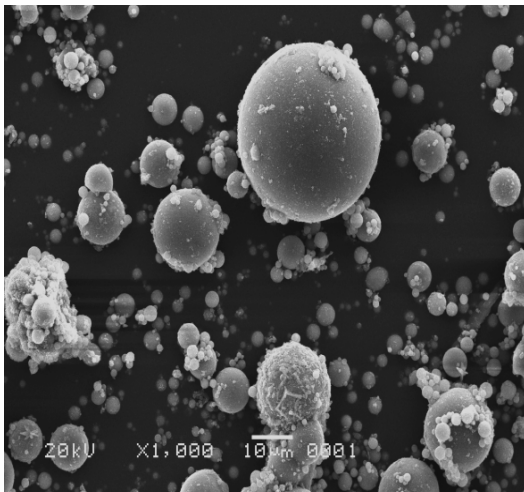
10 Metode pembuatan adsorben dari abu layang batubara dilakukan dengan tahapan menyiapkan abu layang, reaksi menggunakan larutan natrium hidroksida 3M, pencucian dengan akuades hingga pH 7 dan pengeringan kembali. Adsorben hasil modifikasi ini mempunyai diameter pori terbanyak 14 nm dan kristalinitas  
15 total 65,2% sehingga adsorben ini dapat digunakan untuk menjerap molekul-molekul logam berat maupun zat warna tekstil yang berukuran hingga 14 nm.

20

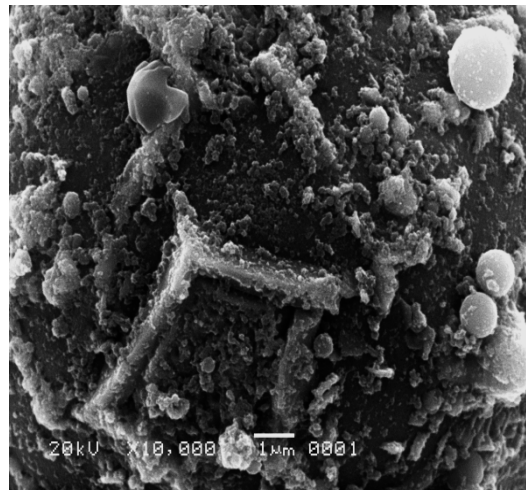
25

30

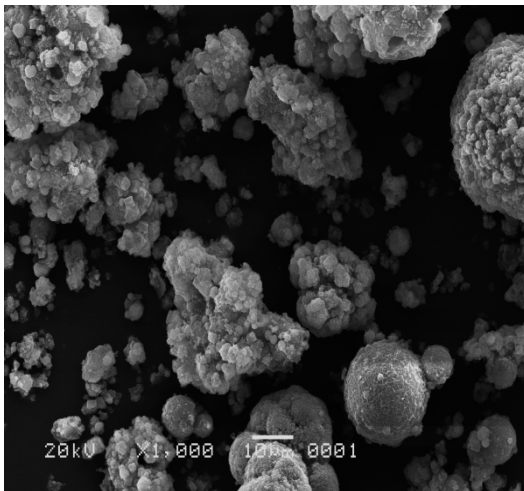
35



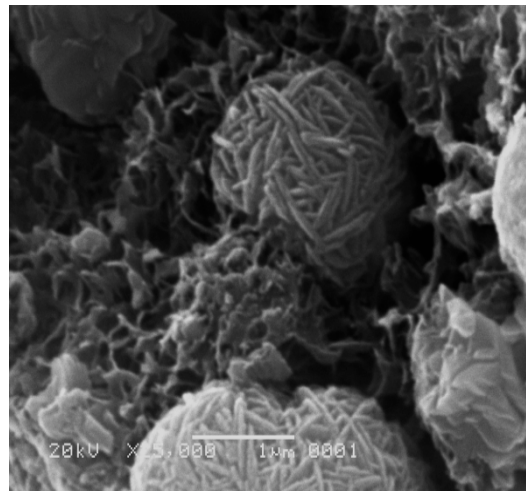
Gambar 1



Gambar 2



Gambar 3



Gambar 4