



**SINTESIS ZEOLIT DARI ABU LAYANG BATUBARA  
SECARA HIDROTHERMAL MELALUI PROSES PELEBURAN  
DAN APLIKASINYA UNTUK PENURUNAN LOGAM Cr  
(KROM) DALAM LIMBAH INDUSTRI PENYAMAKAN  
KULIT**

**TUGAS AKHIR II**

Disusun dalam Rangka Penyelesaian Studi Strata I untuk Memperoleh Gelar  
Sarjana Sains

Oleh

Dania Kurniawati  
4350405014

PERPUSTAKAAN  
**UNNES**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS NEGERI SEMARANG**

**2010**

## **PERSETUJUAN PEMBIMBING**

Tugas Akhir II dengan judul “Sintesis Zeolit Dari Abu Layang Batubara Secara Hidrotermal Melalui Proses Peleburan Dan Aplikasinya Untuk Penurunan Logam Cr (Krom) Dalam Limbah Industri Penyamakan Kulit” telah disetujui oleh pembimbing untuk diajukan di sidang panitia ujian tugas akhir II Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

Hari : Kamis

Tanggal : 25 Februari 2010

Pembimbing I

Pembimbing II

Drs. Jumaeri, M.Si  
NIP. 196210051993031002

Dra. Latifah, M.Si  
NIP.196101071991022001

PERPUSTAKAAN  
**UNNES**

## PENGESAHAN

Skripsi/Tugas Akhir II yang berjudul

Sintesis Zeolit Dari Abu Layang Batubara Srcara Hidrotermal Melalui  
Proses Peleburan Dan Aplikasinya Untuk Penurunan Logam Cr  
(Krom) Dalam Limbah Industri Penyamakan Kulit

disusun oleh

Nama : Dania Kurniawati

NIM : 4350405014

telah dipertahankan di hadapan Sidang Panitia Ujian Skripsi/Tugas Akhir FMIPA  
Universitas Negeri Semarang pada tanggal 25 Februari 2010.

Panitia:

Ketua

Sekretaris

Dr. Kasmadi I.S., M.S  
195111151979031001

Drs. Sigit Priatmoko, M. Si  
196504291991031001

Ketua Penguji

Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si  
196511111990031003

Anggota Penguji/  
Pembimbing Utama

Anggota Penguji/  
Pembimbing Pendamping

Drs. Jumaeri, M.Si  
196210051993031002

Drs. Latifah, M.Si  
196101071991022001

## **PERNYATAAN**

Saya menyatakan bahwa yang tertulis di dalam skripsi atau tugas akhir ini benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan jiplakan dari karya tulis orang lain, baik sebagian atau seluruhnya. Pendapat atau temuan orang lain yang terdapat dalam Tugas Akhir II ini dikutip atau dirujuk berdasarkan kode etik ilmiah.

Semarang, 25 Februari 2010

Dania Kurniawati  
NIM. 4350405014



## MOTTO DAN PERSEMBAHAN

### MOTTO

1. *Dalam setiap kesulitan pasti terdapat kemudahan didalamnya karena ALLAH tidak akan membebani seseorang melainkan sesuai dengan kemampuan hamba-NYA...(Q.S. Al-Baqarah: 246)*
2. *"Semua kesulitan sesungguhnya merupakan kesempatan bagi jiwa kita untuk tumbuh" (John Gray)*
3. *Sahabat sejati adalah penghibur kita dalam sedih, harapan kita dalam susah dan sandaran kita tatkala lemah. Dia adalah sumber kebaikan, simpati, kebahagiaan dan maaf. (Kahlil Gibran)*
4. *"Jika Anda dapat memimpikannya, Anda dapat melakukannya" (May Kay Ash)*
5. *"Mengapa kita terjatuh, agar kita bisa belajar bangkit (Alfred, Batman Begin)*

### PERSEMBAHAN

1. Bapak, Ibu dan keluargaku tersayang untuk semua do'a, dukungan dan segala usahanya
2. Mas Sigit tercinta atas kasih sayang dan semangatnya
3. Lia, hana, desi my best friends
4. Teman-teman seperjuangan kimia'05

## KATA PENGANTAR

Segala puji hanya milik Allah SWT karena atas segala limpahan rahmat-Nya penyusun diberikan izin dan kemudahan dalam menyelesaikan skripsi dengan judul “Zeolit Dari Abu Layang Secara Hidrotermal Melalui Proses Peleburan Dan Aplikasinya Untuk Penurunan Ion Logam Cr (Krom) Dalam Limbah Penyamakan Kulit”

Selanjutnya penyusun menghaturkan terima kasih atas bantuan dan peran yang tidak dapat didefinisikan satu persatu pada tahapan penyelesaian skripsi ini, kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Semarang.
2. Ketua Jurusan Kimia yang telah memberikan izin penelitian dan membantu kelancaran ujian skripsi.
3. Bapak Drs. Jumaeri, M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah tulus dan sabar membimbing dan mengarahkan penulis serta atas kemudahan yang beliau berikan.
4. Ibu Dra. Latifah, M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan bimbingannya dan arahan dalam penulisan Tugas Akhir II ini dari awal sampai akhir.
5. Bapak Drs. Eko Budi Susatyo, M.Si. selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan, arahan dan saran kepada penulis selama penyusunan Tugas Akhir II
6. Kepala Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah memberikan ijin penelitian.
7. Semua teknisi dan laboran di Laboratorium Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang yang telah membantu dalam penelitian.
8. Bapak dan ibu dosen serta staf Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang.
9. Teman-teman Kimia 2005 yang telah memberikan bantuan dan dorongan hingga terselesaikannya Tugas Akhir II ini.

10. Keluarga tercinta yang telah memberikan dorongan dan motivasi hingga terselesaikannya Tugas Akhir II ini.

11. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Hanya ucapan terima kasih dan doa, semoga apa yang telah diberikan tercatat sebagai amal baik dan mendapatkan balasan dari Allah SWT.

Akhirnya penulis mengharapkan semoga Tugas Akhir II ini dapat memberikan sumbangan ilmu pengetahuan dan bermanfaat bagi pembaca.

Semarang, 25 Februari 2010

Penulis

Dania Kurniawati  
NIM. 4350405014



## ABSTRAK

Dania Kurniawati 2010. **“Zeolit Dari Abu Layang Secara Hidrotermal Melalui Proses Peleburan Dan Aplikasinya Untuk Penurunan Ion Logam Cr (Krom) Dalam Limbah Penyamakan Kulit”**. Tugas Akhir II Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang. Dosen Pembimbing I : Drs. Jumaeri, M.Si. Dosen Pembimbing II : Dra. Latifah, M.Si.

Kata Kunci: Zeolit, Sintesis, Hidrotermal, Adsorben, Limbah Penyamakan Kulit, Logam Cr

Industri-industri besar saat ini sebagian besar mulai beralih menggunakan batubara sebagai bahan bakar alternatif pada pembangkit listrik tenaga uap (PLTU). Sintesis abu layang yang dihasilkan PLTU dapat digunakan sebagai adsorben logam Cr dalam limbah penyamakan kulit. Penelitian ini untuk mengetahui pengaruh rasio NaOH/Abu layang, pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub>, mengetahui kemampuan adsorpsi dalam zeolit sintesis terhadap penurunan logam Cr limbah penyamakan kulit dan mengetahui karakteristik zeolit sintesis. Hasil penelitian rasio NaOH/abu layang 1,3 mempengaruhi zeolit sintesis dalam penurunan logam Cr limbah. Penurunan maksimal pada rasio NaOH/abu layang 1,3 sebesar 14.364 mg/L. Pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub> pada zeolit sintesis lebih efektif dibanding tanpa penambahan NaAlO<sub>2</sub> karena meningkatkan penurunan logam Cr limbah sebesar 16.068 mg/L. Kemampuan adsorpsi maksimal zeolit sintesis pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> pada pH 6 yaitu sebesar 0.8034 mg/g. Pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> dan tanpa penambahan NaAlO<sub>2</sub> mempunyai karakteristik mirip zeolit A, Rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> lebih terbentuk kristal zeolit di ikuti penurunan intensitas kuarsa yang lebih tajam dibanding rasio NaOH/abu layang 1,3 tanpa penambahan NaAlO<sub>2</sub>.

PERPUSTAKAAN  
UNNES



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>PERSETUJUAN PEMBIMBING</b> .....	<b>ii</b>
<b>PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>MOTTO DAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiv</b>
<b>BAB 1 PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Permasalahan.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Abu Batubara .....	6
2.2 Abu layang Batubara .....	7
2.3 Zeolit.....	9
2.4 Adsorpsi.....	17
2.5 Industri Penyamakan Kulit .....	18
2.6 Limbah Penyamakan Kulit .....	20
2.7 Logam Berat Cr (Krom) .....	23
2.8 Keracunan Krom .....	25
2.9 Serapan Atom (SSA) .....	26
2.10 Spektrofotometri Infra-Red.....	30
2.11 Metode Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction).....	31

### **BAB III METODE PENELITIAN**

3.1 Populasi dan Sampel .....	34
3.2 Variabel Penelitian.....	34
3.3 Alat dan Bahan .....	35
3.4 Cara Kerja Penelitian .....	36
3.5. Analisis Data .....	40

### **BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

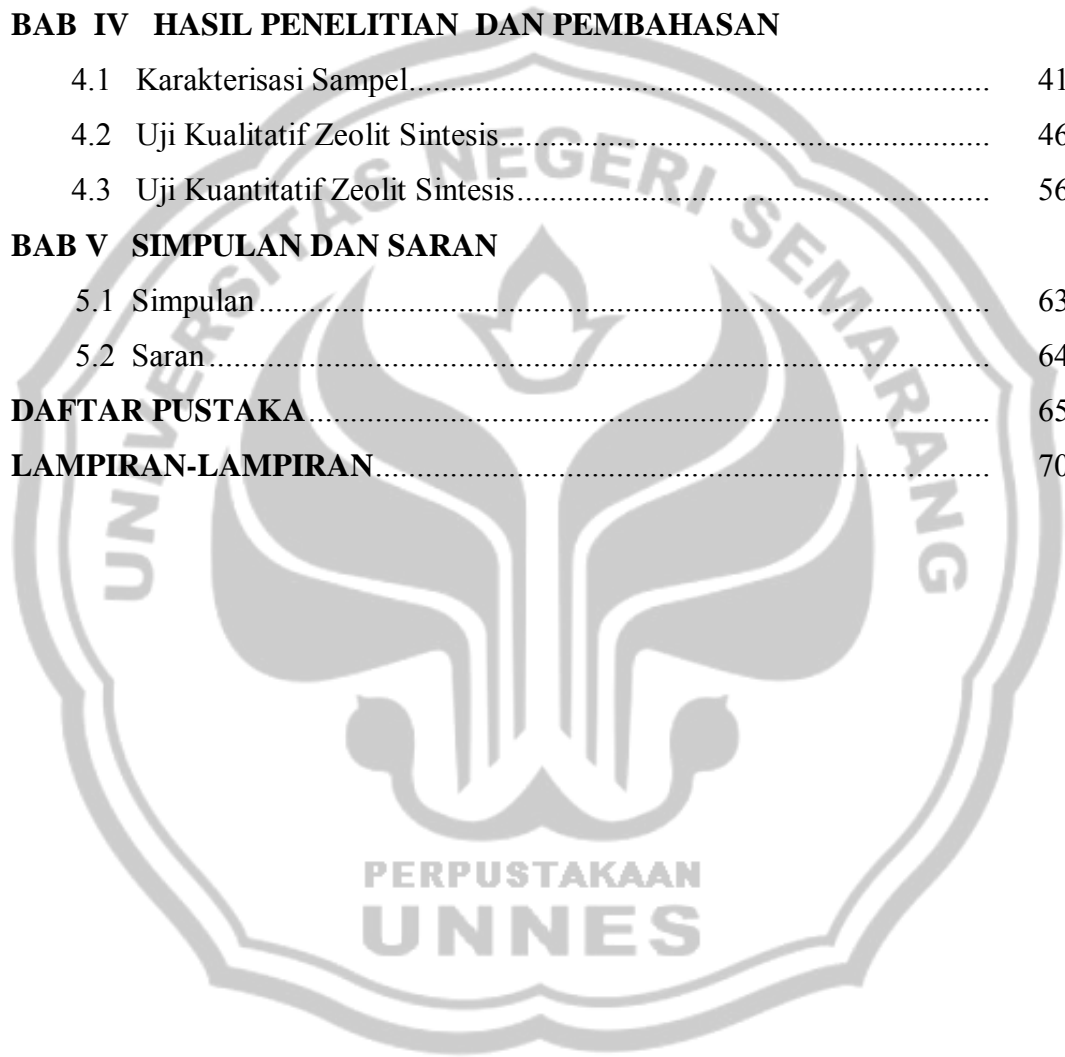
4.1 Karakterisasi Sampel.....	41
4.2 Uji Kualitatif Zeolit Sintesis.....	46
4.3 Uji Kuantitatif Zeolit Sintesis.....	56

### **BAB V SIMPULAN DAN SARAN**

5.1 Simpulan.....	63
5.2 Saran.....	64

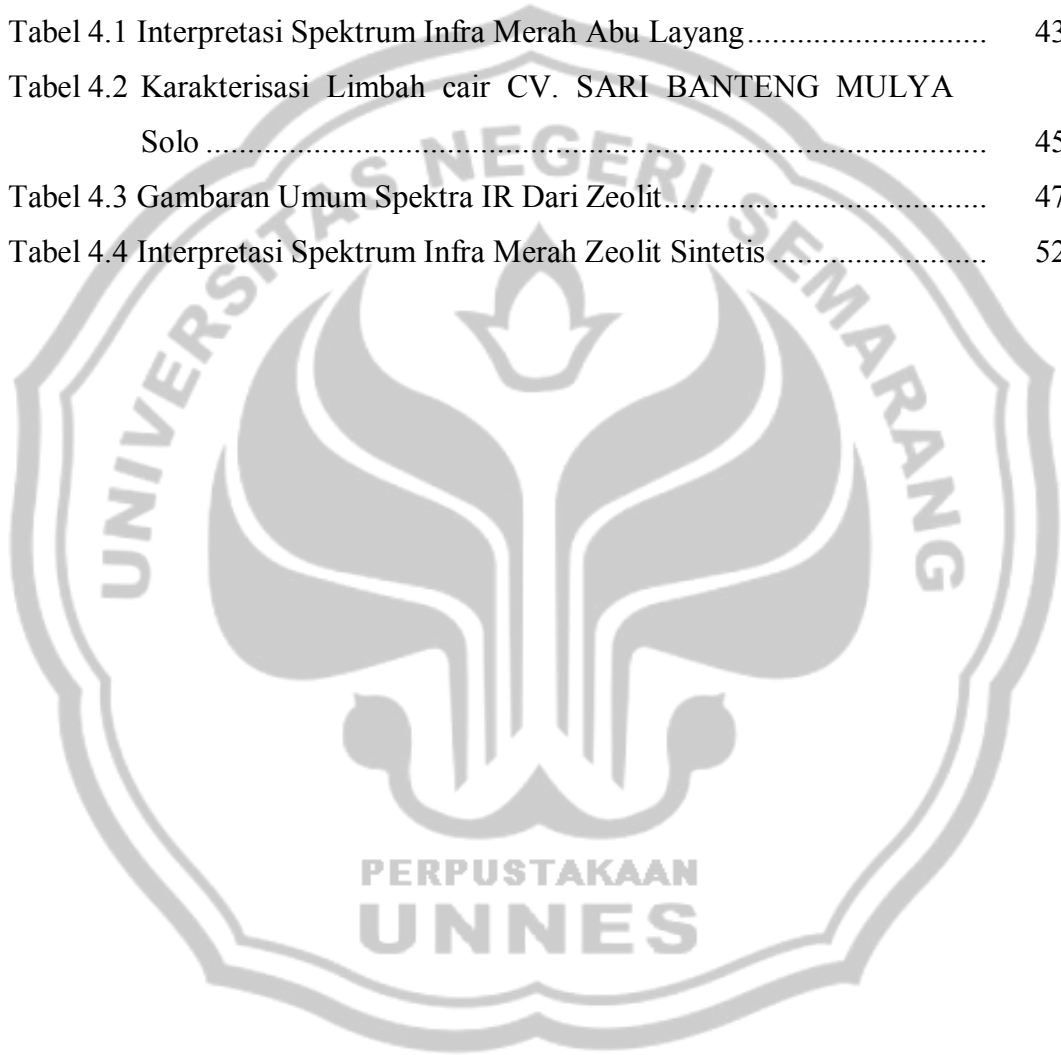
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	65
-----------------------------	----

<b>LAMPIRAN-LAMPIRAN</b> .....	70
--------------------------------	----



## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi Kimia Masing-Masing Kelas Abu Layang Batubara.....	8
Tabel 2.2 Komposisi Abu Layang Batubara PLTU Suralaya .....	9
Tabel 2.3 Komposisi dan Sifat Zeolit .....	13
Tabel 3.1 Massa Abu Layang dan NaOH .....	37
Tabel 4.1 Interpretasi Spektrum Infra Merah Abu Layang.....	43
Tabel 4.2 Karakterisasi Limbah cair CV. SARI BANTENG MULYA Solo .....	45
Tabel 4.3 Gambaran Umum Spektra IR Dari Zeolit.....	47
Tabel 4.4 Interpretasi Spektrum Infra Merah Zeolit Sintetis .....	52



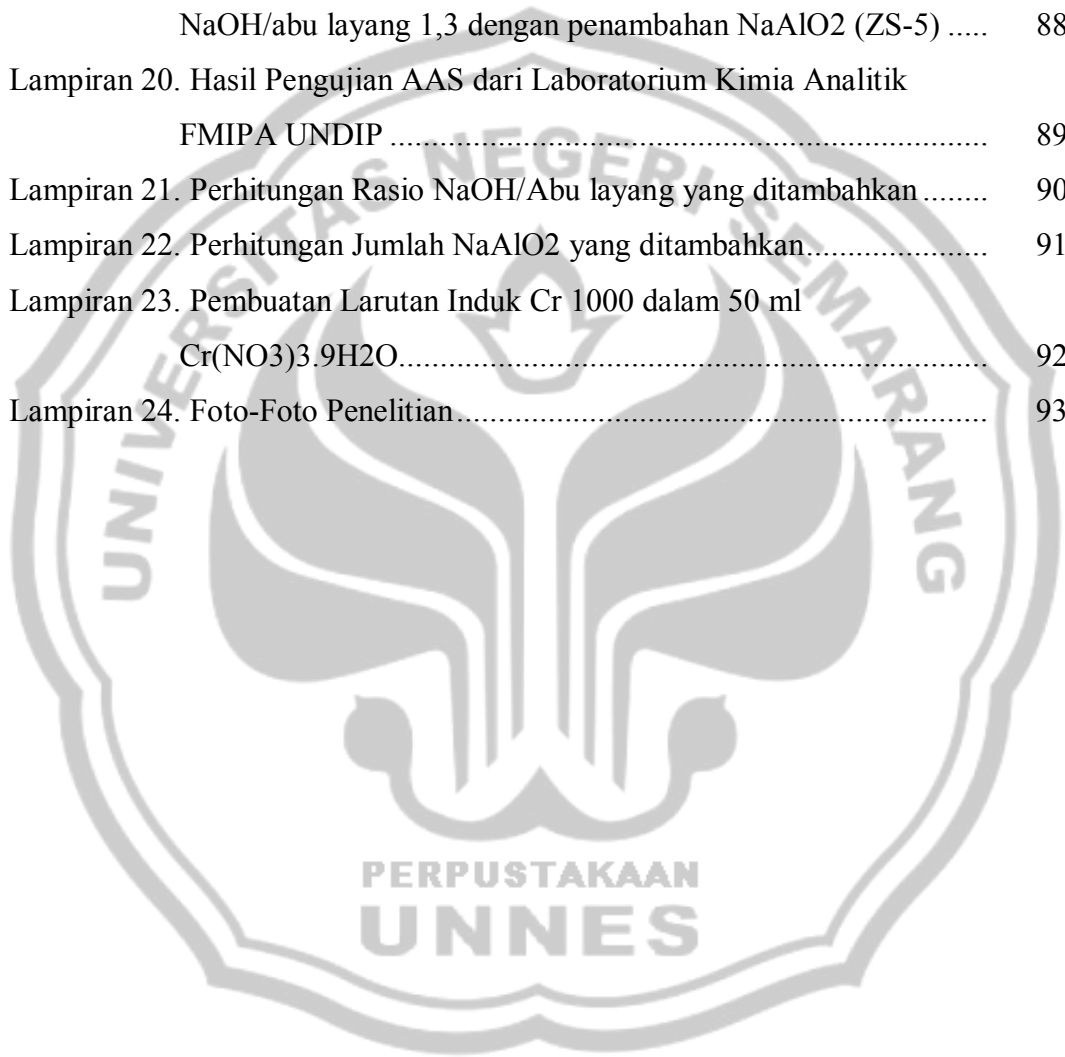
## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Rangka Zeolit.....	10
Gambar 2.2	Struktur Kerangka Zeolit A .....	14
Gambar 2.3	Gambar Alat SSA.....	27
Gambar 2.4	Gambar Skema Alat Difraksi Sinar-X .....	32
Gambar 4.1	Spektra Infra Merah Abu Layang Batubara .....	42
Gambar 4.2	Difraktogram Abu Layang Batubara PLTU Suralaya.....	44
Gambar 4.3.	Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1) .....	49
Gambar 4.4.	Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,2 (ZS-2).....	49
Gambar 4.5.	Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,3 (ZS-3).....	50
Gambar 4.6.	Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,4 (ZS-4).....	50
Gambar 4.7.	Spektra Infra Merah dari rasio NaOH/abu layang 1,3 di tambah NaAlO <sub>2</sub> (ZS-5).....	51
Gambar 4.8	Difraktogram padatan hasil sintesis ZS-2, ZS-2, ZS-3, ZS-4.....	54
Gambar 4.9.	Difraktogram padatan hasil sintesis pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO <sub>2</sub> (ZS-5).....	55
Gambar 4.10	Kurva hubungan rasio NaOH/abu layang dengan penurunan logam Cr.....	57
Gambar 4.11.	Kurva perbandingan ZS-3 tanpa penambahan NaAlO <sub>2</sub> dan ZS-3 dengan penambahan NaAlO <sub>2</sub> terhadap penurunan logam Cr pada pH 6.....	59
Gambar 4.12.	Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cr .....	60
Gambar 4.13.	Kurva Hubungan pH dengan penurunan logam Cr (mg/L) pada zeolit sitesis rasio 1,3 tanpa penambahan NaAlO <sub>2</sub> (ZS-3).....	61
Gambar 4.14.	Kurva Hubungan pH dengan penurunan logam Cr (mg/L) pada zeolit sitesis rasio 1,3 dengan penambahan NaAlO <sub>2</sub> (ZS-5).....	61

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran I. Diagram Alir Prosedur Penelitian Secara Keseluruhan .....	70
Lampiran 2. Sintesis Abu layang tanpa penambahan Al .....	71
Lampiran 3. Sintesis Abu layang dengan penambahan Al .....	72
Lampiran 4. Uji kemampuan adsorpsi zeolit sintesis sebagai adsorben ion logam Cr dalam limbah cair.....	73
Lampiran 5. Data Adsorbansi Standar Cr Untuk Penentuan Kura Kalibrasi.....	74
Lampiran 6. Data Perhitungan Penentuan Kemampuan Adsorpsi Ion Logam Cr Dalam Limbah Penyamakan Kulit Oleh Adsorben (25 ml; 1 gram; waktu kontak; 4 jam; konsentrasi awal 21,428 mg/L) .....	75
Lampiran 7. Spektra IR Abu Layang Suralaya .....	76
Lampiran 8. Spektra IR Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,0 (ZS-1) .....	77
Lampiran 9. Spektra IR Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,2 (ZS-2).....	78
Lampiran 10. Spektra IR Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,3 (ZS-3).....	79
Lampiran 11. Spektra IR Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,4 (ZS-4).....	80
Lampiran 12. Spektra IR Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,3 dengan penambahan NaAlO <sub>2</sub> (ZS-5) .....	81
Lampiran 13. Difraktogram Abu layang PLTU Suralaya.....	82
Lampiran 14. Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1) .....	83
Lampiran 15. Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,2 (ZS-2) .....	84
Lampiran 16. Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,3 (ZS-3) .....	85

Lampiran 17. Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,4 (ZS-4).....	86
Lampiran 18. Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1), 1,2 (ZS-2), 1,3 (ZS-3), 1,4 (ZS-4).....	87
Lampiran 19. Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO <sub>2</sub> (ZS-5) .....	88
Lampiran 20. Hasil Pengujian AAS dari Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UNDIP .....	89
Lampiran 21. Perhitungan Rasio NaOH/Abu layang yang ditambahkan .....	90
Lampiran 22. Perhitungan Jumlah NaAlO <sub>2</sub> yang ditambahkan.....	91
Lampiran 23. Pembuatan Larutan Induk Cr 1000 dalam 50 ml Cr(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> .9H <sub>2</sub> O.....	92
Lampiran 24. Foto-Foto Penelitian.....	93



# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1. Latar Belakang**

Industrialisasi dari tahun ke tahun semakin meningkat untuk memenuhi kebutuhan manusia. Permasalahan timbul karena limbah yang disisakan dari proses industri dapat mengganggu kehidupan manusia, makhluk lain dan lingkungan sekitar. Limbah industri akan berpotensi sebagai pencemar lingkungan bila di buang ke lingkungan begitu saja tanpa pengolahan terlebih dahulu. Senyawa kimia berbahaya didalamnya dapat menyebabkan perubahan lingkungan baik secara fisik, kimia, maupun biologi.

Permasalahan yang lain yaitu penipisan cadangan minyak bumi. Pemerintah melakukan kebijakan penganekaragaman sumber energi, dan batubara sebagai salah satu alternatifnya. Dewasa ini pemakaian batubara yang paling banyak adalah sebagai bahan bakar pada pembangkit listrik tenaga uap (PLTU). Penggunaan batubara terus meningkat seiring dengan pembangunan PLTU berbahan bakar batubara. Namun, pembakaran batubara menghasilkan polutan yang sangatlah besar yaitu berupa abu yang terbawa aliran gas dan sering disebut dengan abu layang. Pada tahun 1993 limbah abu layang sudah mencapai 400.000-500.000 ton/tahun (Priyatama, 1993). PLTU Suralaya menghasilkan 750.000 ton/tahun, sedangkan PLTU Paiton menghasilkan 350.000 ton/tahun (Jumaeri dkk,

2000). Dengan demikian peningkatan penggunaan batubara sebagai bahan bakar pada PLTU menyebabkan peningkatan jumlah limbah abu layang yang dihasilkan. Dapat dibayangkan bila penggunaan batubara sebagai bahan bakar PLTU terus meningkat setiap tahunnya, maka akan terjadi akumulasi limbah padat berupa abu layang yang sangat besar. Oleh karena itu, perlu diupayakan usaha pemanfaatan abu layang sehingga selain dapat mengatasi masalah pencemaran lingkungan, dapat pula mengubah limbah yang bernilai rendah menjadi produk yang bernilai ekonomi tinggi.

Di sisi lain sejalan dengan pertumbuhan dan perkembangan penduduk, Salah satu industri yang dapat menimbulkan pencemaran adalah industri penyamakan kulit. Dalam prosesnya banyak menggunakan bahan-bahan kimia, yang mengakibatkan buangnya sangat berbahaya dan beracun, sehingga dapat dikategorikan sebagai limbah B3 (bahan berbahaya dan beracun). Salah satu logam berat dalam limbah penyamakan kulit yang merupakan sumber polusi dan perlu dihilangkan dalam perairan adalah logam berat krom (Cr). Ion logam berat adalah ion logam yang memiliki berat jenis lebih dari  $5 \text{ g/cm}^3$ , bersifat toksis (racun) dan dapat terakumulasi dalam tubuh makhluk hidup (Mulyono, 2001). Pemanfaatan logam ini, selain pada industri penyamakan kulit juga banyak digunakan dalam industri elektroplating, pendingin air, pulp, serta proses pemurnian bijih dan petroleum.

Limbah cair industri yang tidak di olah terlebih dahulu sebelum di buang akan menyebabkan pencemaran lingkungan. Menurut Surat



keputusan Menteri Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup No.18 tahun 1999, baku mutu limbah yang boleh dialirkan ke air permukaan untuk Cr(VI) sebesar 0,05-1 mg/L dan untuk Cr (total) sebesar 0,1-2 mg/L. Oleh karena itu kandungan logam berat khususnya Cr dalam limbah industri yang melebihi ambang batas harus diminimalkan (Diantariani dkk, 2008).

Teknik penurunan konsentrasi ion logam berat telah banyak dilakukan dengan cara seperti : ekstraksi, fiksasi, dan adsorpsi. Cara adsorpsi merupakan cara sederhana dan mudah dilakukan. Salah satu bahan alternatif yang memungkinkan dapat digunakan sebagai adsorben logam Cr adalah abu layang yang disintesis.

Abu layang batubara memiliki unsur utama  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang mirip dengan zeolit, maka abu layang diharapkan dapat digunakan sebagai adsorben. Namun mengingat struktur abu layang berada dalam fase kuarsa akibat pembakaran batubara pada suhu tinggi maka perlu dilakukan sintesis sebelum digunakan untuk memperbaiki struktur dan pori abu layang sehingga dapat efektif sebagai adsorben.

Sintesis Zeolit dilakukan dengan cara mereaksikan abu layang batubara dengan NaOH berbagai konsentrasi sebagai medium alkalis. Zeolit tersebut diharapkan dapat diaplikasikan sebagai adsorben logam Cr pada limbah penyamakan kulit yang termasuk dalam kategori logam berat. Karakteristik zeolit sintesis dikaji dengan melibatkan pengaruh penambahan  $\text{NaAlO}_2$  secara hidrotermal melalui proses peleburan.

Sebelum dilakukan uji kemampuan adsorpsi logam Cr dalam limbah penyamakan kulit ditentukan terlebih dahulu konsentrasinya dengan menggunakan AAS, Zeolit yang dihasilkan dikarakterisasi terlebih dahulu menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi IR.

## 1.2. Permasalahan

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, maka dirumuskan masalah sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh rasio NaOH/Abu layang yang ditambahkan dalam zeolit sintesis terhadap penurunan logam Cr?
2. Bagaimana pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub> dalam zeolit sintesis terhadap penurunan logam Cr?
3. Bagaimana karakteristik zeolit sintesis yang dihasilkan?
4. Bagaimana kemampuan adsorpsi zeolit sintesis terhadap logam Cr dalam limbah penyamakan kulit?

## 1.3. Tujuan Penelitian

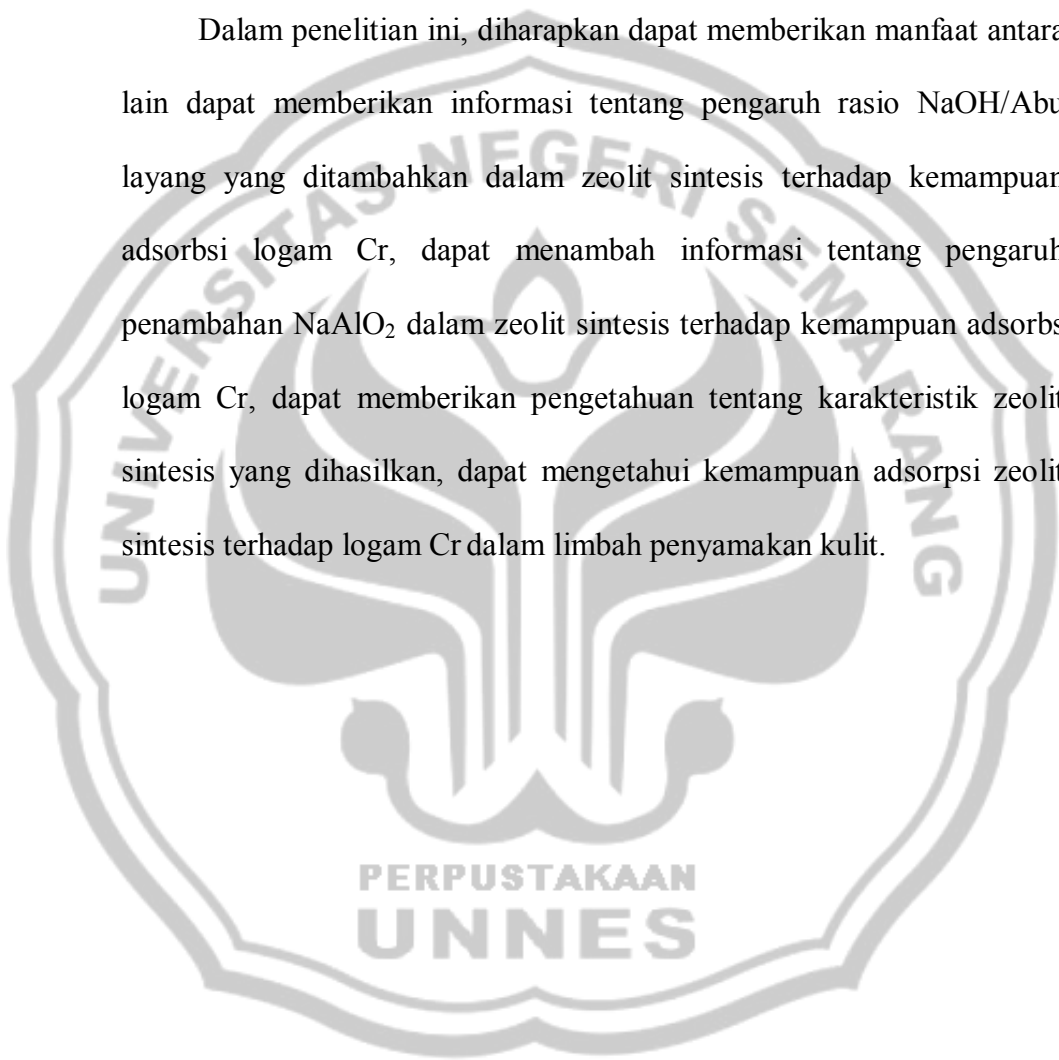
Tujuan dari penelitian ini antara lain :

1. Untuk mengetahui pengaruh rasio NaOH/Abu layang yang ditambahkan dalam zeolit sintesis terhadap penurunan logam Cr
2. Untuk mengetahui pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub> dalam zeolit sintesis terhadap penurunan logam Cr
3. Untuk mengetahui karakteristik zeolit sintesis yang dihasilkan

4. Untuk mengetahui kemampuan adsorpsi zeolit sintesis terhadap logam Cr dalam limbah penyamakan kulit.

#### **1.4. Manfaat Penelitian**

Dalam penelitian ini, diharapkan dapat memberikan manfaat antara lain dapat memberikan informasi tentang pengaruh rasio NaOH/Abu layang yang ditambahkan dalam zeolit sintesis terhadap kemampuan adsorpsi logam Cr, dapat menambah informasi tentang pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub> dalam zeolit sintesis terhadap kemampuan adsorpsi logam Cr, dapat memberikan pengetahuan tentang karakteristik zeolit sintesis yang dihasilkan, dapat mengetahui kemampuan adsorpsi zeolit sintesis terhadap logam Cr dalam limbah penyamakan kulit.



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1. Abu Batubara**

Abu batubara merupakan limbah padat hasil pembakaran batubara dalam industri Pembangkit Listrik Tenaga Uap (PLTU). Pada setiap pembakaran batubara, selain dihasilkan energi juga dihasilkan abu dalam jumlah yang cukup besar. Abu batubara dapat dikatakan sebagai materi sisa atau pengotor dari batubara, seperti lempung, kuarsa yang tidak habis terbakar (Priyatama, 1993).

Jumlah dan karakteristik abu yang dihasilkan sangat ditentukan oleh jenis batubara dan sistem pembakaran yang digunakan (Laperche dan Bigham, 2002). Berdasarkan ukuran partikelnya, abu batubara dapat dibedakan menjadi 2 macam, yaitu abu dasar (bottom ash) dan abu layang (fly ash). Abu dasar adalah abu layang batubara yang tertinggal pada oven pembakar sebagai butiran abu padat atau leburan kerak yang kemudian memadat, dengan distribusi ukuran 10-1000 mm. Ukuran abu dasar relatif besar sehingga terlalu berat untuk dibawa gas buang dan biasanya terkumpul di dasar atau disekitar oven pembakar

Dalam penelitian ini menggunakan abu layang yang kemudian akan dikonversi menjadi zeolit dengan proses peleburan dan diaplikasikan sebagai adsorben logam Cr (krom).

## 2.2. Abu Layang Batubara

Abu layang adalah abu batubara yang berupa serbuk halus dengan distribusi ukuran 1-100  $\mu\text{m}$  dan relatif homogen. Ukuran abu layang relatif kecil, oleh karena itu dapat melayang di udara. Dibandingkan abu dasar, abu layang mempunyai warna lebih terang (keabu-abuan) mirip semen dan merupakan komponen terbesar abu batubara yaitu kira-kira 85% dari total abu yang dihasilkan. (Mattigold *et al*, 1990)

Komposisi kimia abu layang atau batubara secara keseluruhan, erat kaitannya dengan komponen mineral yang ada pada batubara dan proses pembakaran yang berlangsung selama pengabuan. Pada proses pembakaran batubara, komponen mineral membentuk sisa abu dan penyebarannya sebagian terkonsentrasi pada abu layang, sebagian lagi terkonsentrasi pada abu dasar atau menjadi gas yang terbang ke atmosfer. Sesuai dengan konstituen batubara abu yang dihasilkan terutama tersusun dari senyawa silikat, alumina, besi, kalsium, dan senyawa-senyawa Mg, Ti, Na, K dalam jumlah yang lebih kecil (Jumaeri, 1995).

Komponen utama dari abu layang batubara yang berasal dari pembangkit listrik adalah silika ( $\text{SiO}_2$ ), alumina, ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), dan besi oksida ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), sisanya adalah karbon, kalsium, magnesium, dan belerang. Kandungan  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang tinggi seperti pada zeolit inilah yang memungkinkan abu layang dapat digunakan sebagai adsorben

Komposisi kimia unsur-unsur utama dari abu layang dibedakan dalam tiga kelompok antara lain : oksida logam asam, antara lain :  $\text{SiO}_2$ ,

$\text{Al}_2\text{O}_3$ , dan  $\text{TiO}_2$ , Oksida logam basa, antara lain :  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$ , dan unsur-unsur lain seperti :  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SO}_3$ , sisa karbon dan beberapa unsur lain. (Mattigold et al, 1990)

Komposisi kimia abu layang batubara berbeda berdasarkan asal dan jenis batubara tersebut. Komposisi kimia ini digunakan untuk mengelompokkan jenis masing-masing kelas abu layang yang disajikan pada Tabel 2.1.

**Tabel 2.1. Komposisi Kimia masing-masing Kelas Abu Layang Batubara**

Unsur	Kandungan (%b/b)			
	Kelas F Fe rendah	Kelas F Fe tinggi	Kelas CaO tinggi	sedang intermediet
$\text{SiO}_2$	45 – 57	42 – 54	25 – 42	46 – 59
$\text{Al}_2\text{O}_3$	18 – 29	16,5 – 24	15 – 21	14 – 22
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	6 – 16	16 – 24	5 – 10	5 – 13
$\text{CaO}$	1,8 – 5,5	1,3 – 3,8	17 – 32	8 – 16
$\text{MgO}$	0,7 – 2,1	0,3 – 1,2	4 – 12	3,2 – 4,9
$\text{K}_2\text{O}$	1,9 – 2,8	2,1 – 2,7	0,3 – 1,2	0,6 – 1,1
$\text{Na}_2\text{O}$	0,2 – 1,1	0,2 – 0,9	0,8 – 6,0	1,3 – 2,5
$\text{SO}_3$	0,4 – 2,9	0,5 – 1,8	0,4 – 5,0	0,4 – 2,5
LOI	0,6 – 2,9	1,2 – 5,0	0,1 – 0,1	0,1 – 2,3
$\text{TiO}_2$	0,6 – 4,8	1 – 1,5	<1	<1
$\text{PbO}_2$		114 ppm		
Ar (arsenik)		286 ppm		
Cr (kromium)		218 ppm		
Cu (tembaga)		185 ppm		
Zn (seng)		254 ppm		

(Sutarno dkk, 2004)

Pada penelitian ini, sampel abu layang batubara di ambil dari abu layang batubara PLTU Suralaya. Komposisi abu dasar dan abu layangnya dapat di lihat pada tabel 2.2 di bawah ini :

**Tabel 2.2. Komposisi Abu layang batubara PLTU Suralaya**

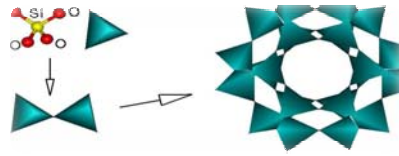
Jenis senyawa kimia	Kandungan (%) dalam abu dasar	Kandungan(%) dalam abu layang
SiO <sub>2</sub>	70,89	62,68
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	19,63	20,60
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,84	4,5
H <sub>2</sub> O	2,25	0,23
Na <sub>2</sub> O	0,57	3,20
MgO	0,53	0,83
K <sub>2</sub> O	0,43	0,36
TiO <sub>2</sub>	0,34	2,38
CaO	Tidak terdeteksi	2,96
MgO	-	0,83
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Tidak terdeteksi	0,40
LOI (Lost of Ignition)	3,90	1,75
Berat jenis (g/cm <sup>3</sup> )	2,55	2,14

(Priyatama, 1993)

### 2.3. Zeolit

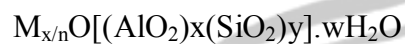
Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali maupun alkali tanah dalam kerangka kristal tiga dimensi, dengan setiap oksigen membatasi antara dua tetrahedral. Struktur zeolit berupa kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral SiO<sub>4</sub><sup>4-</sup> dan AlO<sub>4</sub><sup>5-</sup> yang saling berhubungan melalui atom O membentuk rongga-rongga intrakristalin dan saluran-saluran yang teratur.

Dalam struktur tersebut Si<sup>4+</sup> dapat digantikan dengan Al<sup>3+</sup> sehingga terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al. Muatan negatif ini akan dinetralkan oleh kation-kation (Barrer, 1982 ). Rangka tetrahedral alumina dan silikat dapat disajikan pada gambar 2.1



**Gambar 2.1 Rangka zeolit (Bell, 2001)**

Zeolit secara empirik, dapat dinyatakan dengan rumus molekul berikut :



Ket : M = unsur logam alkali dan alkali tanah

n = valensi dari unsur logam alkali dan atau alkali tanah

x,y = total jumlah tetrahedral per satu unit sel

w = jumlah molekul air yang terkandung dalam rongga zeolit

[ ] = struktur kerangka alumina silikat

(Ulfah dkk, 2006 )

### 2.3.1. Klasifikasi zeolit

Berdasarkan pada asalnya zeolit dapat dibedakan menjadi dua macam yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis :

- a. **Zeolit alam.** Pada umumnya, Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Umumnya zeolit alam digunakan untuk pupuk, penjernihan air, dan diaktifkan untuk dimanfaatkan sebagai katalis dan adsorben. (Ulfah dkk, 2006 ).
- b. **Zeolit sintetis.** Mineral zeolit sintetis yang dibuat tidak dapat sama persis dengan mineral zeolit alam, walaupun zeolit sintetis mempunyai sifat fisis yang jauh lebih baik. Dalam dunia perdagangan muncul



nama zeolit sintetis seperti zeolit A, zeolit K-C dll (Rodhie Saputra, 2006).

### 2.3.2. Sifat-sifat zeolit

Beberapa sifat kimia zeolit yang penting adalah penyerap yang selektif (*molecular sieve*), penukar ion dan katalis (Hamdan, 1992).

#### a. Struktur pori

Zeolit memiliki ukuran pori sangat kecil (berkisar antara 0,3 – 0,9 nm). Distribusi pori zeolit seragam sehingga material ini dapat secara selektif mengadsorpsi atau menolak molekul berdasarkan ukuran molekulnya yang dikenal dengan sifat *molecular sieve zeolite* (Hamdan, 1992).

#### b. Keasaman

Zeolit merupakan padatan asam. Sifat asam ini disebabkan adanya situs asam baik asam Bronsted maupun asam Lewis. Keasaman zeolit dapat ditentukan berdasarkan rasio Si/Al-nya, semakin besar rasio Si/Al maka sifat asamnya semakin bertambah (Gates, 1992).

#### c. Komposisi zeolit

Komposisi zeolit merupakan hal yang perlu diperhatikan karena akan menentukan kemampuan dan stabilitasnya (termal dan asam) dalam reaksi katalisis (Gates, 1992).

#### d. Dehidrasi

Zeolit mempunyai sifat dehidrasi (melepaskan molekul H<sub>2</sub>O) apabila dipanaskan. Pada umumnya struktur kerangka zeolit akan

menyusut. Tetapi kerangka dasarnya tidak mengalami perubahan secara nyata. Disini molekul H<sub>2</sub>O seolah-olah mempunyai posisi yang spesifik dan dapat dikeluarkan secara reversibel (Putra, 2003).

e. Adsorben

Sifat zeolit sebagai adsorben dimungkinkan karena struktur zeolit yang berongga, sehingga zeolit mampu menyerap sejumlah besar molekul yang berukuran lebih kecil atau sesuai dengan ukuran rongganya. Selain itu kristal zeolit yang telah terdehidrasi merupakan adsorben yang selektif dan mempunyai efektivitas adsorpsi yang tinggi (Putra, 2003).

### 2.3.3. Zeolit sintesis

Zeolit mempunyai situs aktif, baik situs asam Bronsted dan asam Lewis. Adanya situs aktif ini mengakibatkan zeolit memiliki kemampuan untuk menyerap senyawa atau ion baik dari dalam larutan atau udara. Selain itu adanya ukuran pori-pori yang berbeda untuk jenis zeolit yang berbeda akan memberikan sifat selektivitas terhadap kemampuan adsorpsi zeolit. Dengan adanya kemampuan adsorpsi yang baik dari zeolit maka dipikirkan untuk mensintesis material zeolit dari abu layang batubara yang memiliki kandungan mineral silika (SiO<sub>2</sub>) alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) yang sangat tinggi sebagai bahan dasar sintesis (Budhyantoro, 2005).

Zeolit sintesis terbentuk ketika gel yang ada terkristalisasi pada temperatur dari temperatur kamar sampai dengan 200<sup>0</sup>C. Metode ini sangat baik diterapkan pada logam alkali untuk menyiapkan campuran gel

yang reaktif dan homogen. Struktur gel terbentuk karena polimerisasi anion aluminat dan silikat. Komposisi dan struktur gel hidrat ini ditentukan oleh ukuran dan struktur dari jenis polimerisasi. Zeolit dibentuk dalam kondisi hidrotermal, bahan utama pembentuknya adalah aluminat silikat (gel) dan berbagai logam sebagai kation. Komposisi gel, sifat fisik dan kimia reaktan, serta jenis kation dan kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur yang diperoleh. Zeolit sintetis dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintetis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada 3 kelompok zeolit sintetis :

- a. Zeolit sintetis dengan kadar Si rendah. Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori.
- b. Zeolit sintetis dengan kadar Si sedang. Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan  $\text{Si/Al} = 5$
- c. Zeolit sintetis dengan kadar Si tinggi. Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Misalnya zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, ZSM-24. (Rodhie Saputra, 2006).

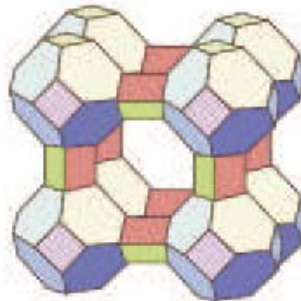
**Tabel 2.3. Komposisi dan Sifat Zeolit**

<b>Rasio Si/Al</b>	<b>Zeolit</b>	<b>Sifat</b>
Zeolit rendah (1-1,5)	A, X	- Stabilitas struktur relatif rendah - Stabilitas dalam asam rendah - Stabilitas dalam basa tinggi - Kekuatan asam sedang
Sedang	Erionit, Chabazite, Klinoptilolit, Mordenit	
Tinggi (~10 sampai Tak hingga)	ZSM-5 Erionit* Mordenit* Y*	- Stabilitas struktur relatif tinggi - Stabilitas dalam asam tinggi - Stabilitas dalam basa rendah - Kekuatan asam tinggi

Keterangan \* = Dibentuk dengan dealuminasi seperti dengan  $\text{SiCl}_4$

(Sumber: Gates, 1992)

Zeolit A adalah zeolit sintesis yang sederhana dengan rasio Si:Al:Na adalah 1. Zeolit A mempunyai struktur kerangkanya berbentuk kubus. Kerangka aluminosilikat dari zeolit A terdiri dari susunan oktahedral yang dihubungkan oleh 4 cincin rangkap. Zeolit A mempunyai komposisi kimia  $\text{Na}_{12} [(\text{AlO}_2)_{12}(\text{SiO}_2)_{12}] \cdot 27\text{H}_2\text{O}$ . Kerangka zeolit A mempunyai rongga dengan diameter 11,4 Å serta distribusi Si dan Al (Si/Al) adalah 1. Zeolit A mempunyai struktur LTA (linde tipe A) dan struktur kerangkanya berbentuk kubus, seperti ditunjukkan pada Gambar 2.2 berikut :

**Gambar 2.2. Struktur Kerangka Zeolit A**

(Wongwiwattana, 2002).

Pengolahan zeolit secara garis besar dapat dibagi dalam dua tahap, yaitu preparasi dan aktivasi:

Tahapan preparasi berupa pengecilan ukuran dan pengayakan. Tahapan ini dapat menggunakan mesin secara keseluruhan atau dengan cara sedikit konvensional.

Aktivasi abu layang dapat dilakukan dengan cara pemanasan, penambahan pereaksi kimia baik asam maupun basa, aktivasi secara hidrotermal atau dengan peleburan alkali.

a. Aktivasi pemanasan

Dilakukan zeolit dalam pengering putar menggunakan bahan umpan yang mempunyai kadar air sekitar 40%, dengan suhu tetap  $230^{\circ}\text{C}$  dan waktu pemanasan selama tiga jam.

b. Penambahan pereaksi kimia

Dilakukan di dalam bak pengaktifan dengan NaOH dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , dimaksudkan untuk memperoleh temperatur yang dibutuhkan dalam aktivasi. Zeolit yang telah diaktivasi perlu dikeringkan terlebih dahulu, pengeringan ini dapat dilakukan dengan cara menjemurnya di bawah sinar matahari. (Rodhie Saputra, 2006)

c. Proses Hidrotermal.

Proses hidrotermal dapat diartikan sebagai perubahan yang sesuai dengan mekanisme yang terjadi, diantaranya : terlarutnya sedikit padatan dalam air, difusi zat terlarut dan timbulnya senyawa yang berbeda dari padatan terlarut. Proses hidrotermal meliputi modifikasi

tekstur atau struktur pada suatu padatan yang mengikuti hukum termodinamika III dan proses ini mengurangi energi bebas pada sistem. Perubahan pada tekstur murni akan menyebabkan reduksi pada luas permukaan dan meningkatkan ukuran partikel dan pori (Page, *et al.*, 1987).

Proses hidrotermal dapat dilakukan untuk sintesis zeolit. Kondisi sintesis tergantung pada komposisi material yang diinginkan, ukuran partikel, morfologi dan sebagainya. Proses sintesis sensitif terhadap sejumlah variable seperti temperatur, pH, sumber silika dan alumina, jenis kation alkali dan waktu reaksi maupun surfaktan.

Zeolit disintesis dari larutan silika dan alumina yang mengandung alkali hidroksida atau basa-basa organik untuk mencapai pH yang tinggi. Suatu gel silika alumina akan terbentuk melalui reaksi kondensasi. Jika kandungan silika dari zeolit adalah rendah, produk sering kali dapat dikristalkan pada temperatur 70 – 100<sup>0</sup>C, sedangkan zeolit kaya silika, sebagian besar produk hidrotermal adalah gel, dalam kasus ini, gel selanjutnya ditempatkan dalam *autoclave* selama beberapa hari. Produk zeolit dengan stuktur tertentu akan terbentuk pada temperatur antara 100 – 350<sup>0</sup>C. Variabel yang menentukan tipe zeolit produk meliputi komposisi larutan awal, pH, temperatur, kondisi aging serta laju pengadukan dan pencampuran. Sintesis zeolit terjadi sebagian besar melalui pendekatan *trial and eror* dari variabel-variabel tersebut (Schubert dan Husing, 2000).

d. Proses Peleburan alkali

Proses peleburan merupakan proses sintesis zeolit dengan suhu tinggi antara 450-600<sup>o</sup>C selama 1-3 jam tergantung suhu yang digunakan. Dengan tujuan untuk memisahkan Si terlarut dari campuran padatan abu layang dan NaOH (alkali). Kemudian diikuti dengan penambahan Al dari sumber lain untuk preparasi larutan gel sesuai rasio Si/Al yang diinginkan (Sudarno, 2008)

Dalam penelitian ini, konversi abu layang batubara menjadi zeolit sintesis, dilakukan secara hidrotermal melalui proses peleburan terlebih dahulu.

#### **2.4. Adsorpsi**

Adsorpsi merupakan peristiwa penyerapan suatu zat pada permukaan zat lain yang diikat secara kimia atau fisika. Adsorpsi ini dapat terjadi pada permukaan padatan atau cairan, dan ini terjadi pada satu atau banyak lapisan dari suatu molekul yang diserap atau dipertahankan oleh permukaan dengan bentuk ikatan tertentu. Zat yang diserap disebut adsorbat sedangkan zat yang menyerap disebut adsorben. Adsorpsi ini dapat terjadi antara zat padat dan zat cair, zat padat dan gas, zat cair dan zat cair atau gas dan zat cair (Castellan, 1982).

Ada dua macam adsorpsi yang dikenal yaitu adsorpsi fisika dan adsorpsi kimia. Pada adsorpsi fisika, adsorpsi disebabkan oleh gaya Vanderwaals yang ada pada permukaan adsorben. Pada adsorpsi kimia, terjadi reaksi antara zat yang diserap dan adsorben. Molekul adsorbat

melekat pada adsorben, akibatnya terjadi ikatan kimiawi, biasanya adalah ikatan kovalen (Alberty, 1983).

Kecepatan adsorpsi sangat dipengaruhi oleh beberapa faktor, antara lain :

1. Konsentrasi

Proses adsorpsi sangat sesuai untuk memisahkan bahan dengan konsentrasi yang rendah dari campuran yang mengandung bahan lain dengan konsentrasi tinggi.

2. Luas Permukaan

Proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat dan adsorben. Tumbukan efektif antara partikel akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan internal.

3. Suhu

Adsorpsi akan lebih cepat berlangsung pada suhu tinggi. Akan tetapi, pengaruh suhu adsorpsi zat cair tidak sebesar pada adsorpsi gas.

4. Ukuran partikel

Semakin kecil ukuran partikel yang diadsorpsi maka proses adsorpsinya akan berlangsung lebih cepat.

5. pH

pH mempunyai pengaruh dalam proses adsorpsi. pH optimum dari suatu proses adsorpsi ditetapkan melalui uji laboratorium.



## 6. Waktu kontak

Waktu untuk mencapai keadaan setimbang pada proses serapan ion logam oleh adsorben berkisar antara beberapa menit hingga beberapa jam.

## 2.5. Industri Penyamakan Kulit

Sejak zaman dahulu kulit binatang seperti sapi, kerbau, harimau, dan domba telah biasa digunakan untuk berbagai keperluan diantaranya sebagai bahan untuk membuat pakaian. Sebelum kulit binatang digunakan, harus disamak terlebih dahulu. Penyamakan adalah proses atau cara untuk memasak atau memproses kulit binatang agar menjadi berwarna, tahan lama dan halus.

Penyamakan dilakukan dengan cara menggarami dan mengeringkan kulit tersebut. Seiring dengan kemajuan teknologi penyamakan dilakukan dengan menggunakan bahan-bahan kimia serta dilakukan dalam skala industri. Salah satu bahan kimia yang lazim digunakan pada proses penyamakan kulit sekarang ini adalah dengan digunakannya garam krom. Penyamakan kulit dengan menggunakan garam krom biasa disebut dengan penyamakan kulit krom.

Proses penyamakan kulit mentah garaman (kulit yang telah diawetkan dengan cara dilumuri garam dapur) diawali dengan merendam dan mencuci kulit dengan air dalam suatu bejana sambil diaduk-aduk untuk menghilangkan kotoran, garam dan darah selama 17-48 jam. Tahap selanjutnya adalah menghilangkan bulu-bulunya, dengan menambahkan

kapur yang berbentuk pasta dan larutan natrium sulfat, dibiarkan selama 3-7 jam. Setelah 3-7 jam kulit tersebut dilumuri dengan pasta kapur dan larutan natrium sulfat, bulu-bulu yang ada pada kulit dihilangkan dengan menggunakan alat mekanis.

Kulit yang telah dihilangkan bulunya kemudian dilakukan tahap pengapuran yang akan melarutkan kulit ari, sisa-sisa bulu, dan bahan-bahan lainnya yang tidak diinginkan. Kulit lalu disimpan dalam bejana selama 24 jam. Kulit yang telah disimpan selama 24 jam kemudian dipindahkan ke proses buang daging (*fleshing*) di mana kulit tersebut ditekan dengan sebuah penggiling, lalu dibelah oleh pisau yang terpasang dekat alat penggiling tersebut.

Kulit yang telah melalui tahap *fleshing* kemudian dipindahkan ke dalam sebuah drum kayu yang berputar untuk dinetralisasi dengan air bersih, garam ammonium, enzim dan asam organik. Tahap selanjutnya adalah menambahkan emulsifier, bahan penghilang lemak, garam, asam format, dan asam sulfat untuk menurunkan pH menjadi 2,8-3,0.

Kulit kemudian disamak dengan menambahkan krom sulfat ( $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ ) dan natrium bikarbonat secara berurutan dan dicampur selama masing-masing 2 jam dan 6 jam. Kulit yang telah disamak kemudian disimpan selama 24 jam, lalu dilakukan pasca penyamakan. Tahap pasca penyamakan terdiri dari pembilasan dan proses penghilangan lemak. Setelah dilakukan tahap pasca penyamakan berarti kulit telah selesai disamak. Tergantung pada mutu dan pemakaian kulit yang diinginkan,

kulit mungkin harus disamak ulang, dinetralisasi dan dicuci setelah pasca penyamakan kulit mentah lalu diberi cat dasar, diminyaki agar kulit lemas, dicuci kemudian dikeringkan. (Johny Wahyuadi S,1996)

## 2.6. Limbah Penyamakan Kulit

Industri penyamakan kulit krom, selain menghasilkan produk juga menghasilkan limbah. Limbah adalah segala sesuatu yang merupakan sisa hasil buangan dari suatu kegiatan/produksi yang sudah tidak terpakai lagi (Nahadi, 2000).

Dilihat dari bahan baku, bahan penunjang yang digunakan dalam proses penyamakan kulit krom, maka limbah yang dihasilkan oleh industri penyamakan kulit secara garis besar dapat dibagi menjadi tiga yaitu:

1. Limbah cair
2. Limbah padat
3. Limbah gas

Karakterisasi limbah cair yang dihasilkan antara lain sebagai berikut :

1. Warna dan Bau

Air limbah yang keluar dari proses saking (perendaman) sampai dengan proses deliming bathing (penghilangan kapur) berwarna kuning, coklat, keruh, berbau anyir dan busuk. Bau busuk ini berasal dari pembusukan daging yang ikut dalam air limbah dan adanya gas hidrogen sulfat ( $H_2S$ ) yang berasal dari zat natrium sulfat. Gas ini timbul dalam suasana asam sehingga kadang-kadang disekitar pabrik tidak berbau busuk tetapi justru diluar lingkungan pabrik bau busuk

akan timbul, hal ini disebabkan karena pada lingkungan pabrik buangan tersebut masih bersifat basa dan diluar pabrik kemungkinan bercampur dengan air buangan dari sumber lain yang bersifat asam sehingga terjadi pembentukan gas hidrogen sulfida.

## 2. Padatan

Air buangan industri penyamakan kulit mengandung padatan terlarut dan tidak terlarut. Padatan tak terlarut berupa daging dan bulu yang dapat dipisahkan dengan penyaringan dan pengendapan.

Sedangkan padatan terlarut berupa padatan yang dapat melewati penyaringan asbes atau gelas antara lain : garam dapur (NaCl), surfaktan (zat yang dapat menurunkan tegangan permukaan misalnya sabun, detergent dan lain-lain), garam ammonium sulfat dan sebagainya

## 3. Oksigen Terlarut

Oksigen terlarut adalah oksigen yang larut dalam air. Oksigen yang larut dalam air dapat mencapai kejenuhan tergantung pada suhu air tersebut, makin tinggi suhu air makin berkurang tingkat kejenuhan oksigen didalamnya (Anonim, 1984).

Air yang mengalami polusi yang berat dari bahan-bahan seperti halnya air buangan kulit, maka mikroorganisme yang akan mencernanya memerlukan oksigen dalam jumlah yang sangat banyak untuk mengoksidasi bahan-bahan organik tersebut, hal ini dapat menyebabkan air kekurangan oksigen yang larut, akibatnya

kehidupan air akan mengalami gangguan. Umumnya kandungan oksigen terlarut didalam air buangan industri penyamakan kulit sangat rendah, bahkan biasa mencapai nol.

#### 4. Garam NaCl

Garam NaCl merupakan bahan terlarut yang banyak terdapat didalam air buangan terutama industri penyamakan kulit yang menggunakan bahan baku kulit garaman. Kulit garaman adalah kulit yang telah dilumuri garam terlebih dahulu sebelum dimasak.

Air buangan yang banyak mengandung garam NaCl dapat merugikan jika digunakan sebagai perairan untuk pertanian dan perikanan. Hal ini disebabkan karena menurunnya kemampuan akar untuk menyerap air, sehingga tanaman akan mati dan pengaruhnya terhadap ikan adalah dapat menyebabkan kematian karena ikan mengalami tekanan fisiologi.

#### 5. Limbah Logam Krom

Sesuai dengan bahan penyamak kulit yang dipakai yaitu krom sulfat, maka praktis air buangannya juga mengandung krom karena tidak semua bahan penyamak dapat masuk kedalam kulit. Krom valensi tiga ini tidak begitu berbahaya dibandingkan dengan krom valensi enam, akan tetapi krom valensi tiga bila bertemu dengan oksidator dalam kondisi yang memungkinkan akan berubah menjadi krom valensi enam.

Dari karakteristik diatas, kandungan polutan yang paling berbahaya yang terdapat pada limbah cair industri penyamakan kulit krom adalah ion krom (Johny Wahyuadi S,1996).

## 2.7. Logam Berat Cr (Krom)

Logam berat adalah polutan yang memberikan dampak signifikan bagi kesehatan makhluk hidup. Logam berat utama yang diteliti untuk diserap oleh abu terbang batubara adalah Pb, Ni, Cr, Cu, Cd, dan Hg. Penghilangan logam berat dari limbah cair melibatkan dua proses yaitu presipitasi dan adsorpsi. Proses presipitasi melibatkan kalsium hidroksida sedangkan proses adsorpsi melibatkan silika alumina. Kedua senyawa tersebut terkandung di dalam abu terbang batubara (Marinda putri, 2006)

Logam berat yang diserap pada percobaan ini adalah logam krom (Cr). Kromium dalam ilmu kimia dilambangkan Cr yang merupakan salah satu logam berat. Ditemukan pertama kali pada tahun 1797 oleh Vagueline. Kromium dengan nomor atom 24, memiliki konfigurasi elektron  $[_{18}\text{Ar}]3d^54s^1$  dan di dalam sistem periodik, krom menempati periode ke empat, golongan IVB. Oleh karena itu, krom mempunyai sifat resistensi terhadap senyawa kimia seperti korosi kecuali dalam suhu tinggi (Cotton and Wilkinson, 1989). Secara fisik, logam krom mempunyai ciri berwarna, rapuh, dan sangat tahan terhadap korosi. Krom mempunyai titik leleh  $1903^{\circ}\text{C}$ , sehingga logam ini banyak digunakan sebagai lapisan pelindung.

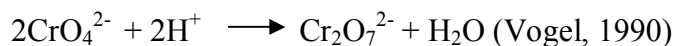
Berdasarkan pada sifat-sifat kimianya, logam krom pada persenyawaannya mempunyai bilangan oksidasi +2, +3, dan +6. Logam ini tidak dapat teroksidasi oleh udara yang lembab dan bahkan pada proses pemanasan cairan logam krom teroksidasi dalam jumlah yang sangat sedikit sekali. Logam krom berkonsentrasi tinggi dapat teroksidasi dan membentuk oksidanya yaitu  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , pada udara yang mengandung  $\text{CO}_2$  (Nahadi, 2000)

Dalam larutan air, krom membentuk tiga jenis ion yaitu : kation-kation krom (II), krom (III) dan anion kromat dalam keadaan oksidasi krom adalah +6. Ion krom (III) diturunkan dari krom (II) oksida ( $\text{CrO}$ ). Ion ini membentuk larutan yang berwarna biru. Ion krom (II) tidak stabil, karena merupakan zat pereduksi yang kuat bersifat basa. Ion ini bahkan menguraikan air perlahan-lahan dengan membentuk hidrogen. Oksigen dari amfoter dengan mudah mengoksidasikannya menjadi ion krom (III).

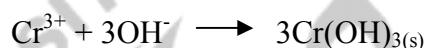
Dalam larutan, ion  $\text{Cr}^{3+}$  yang bersifat amfoter berwarna hijau atau lembayung. Dalam larutan hijau, terdapat kompleks pentaakuomonoklorokrom(III)  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_5\text{Cl}]^{2+}$  atau tetraakuodiklorokrom(III)  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_4\text{Cl}_2]^+$  sedangkan dalam larutan lembayung terdapat ion heksaakuokrom(III)  $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$  (Vogel, 1990)

Dalam kromat ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ) atau dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ), anion kromium adalah heksavalen dengan keadaan oksidasi +6 yang bersifat asam. Ion-ion ini diturunkan dari kromium trioksida ( $\text{CrO}_3$ ). Ion kromat berwarna kuning

sedangkan dikromat berwarna jingga. Kromat mudah diubah menjadi dikromat dengan penambahan asam



Dalam larutan netral atau basa ion kromat stabil, sedang jika diasamkan akan terdapat terutama ion-ion dikromat dan kromat merupakan zat pengoksidasi yang kuat. Dengan menambahkan natrium hidroksida, natrium karbonat dan ammonium sulfide, akan terbentuk endapan kromium (III) hidroksida.



(Vogel, 1990)

## 2.8. Keracunan Krom

Sebagai logam berat krom (Cr) termasuk logam yang memiliki daya racun tinggi. Daya yang dimiliki oleh logam krom (Cr) ditentukan oleh valensi ion-nya. Ion  $\text{Cr}^{6+}$  merupakan bentuk logam krom (Cr) yang paling banyak dipelajari sifat racunnya, bila dibandingkan dengan ion-ion  $\text{Cr}^{2+}$  dan  $\text{Cr}^{3+}$ . Sifat racun yang di bawa oleh logam ini juga dapat mengakibatkan terjadinya keracunan akut dan keracunan kronis.

Keracunan akut yang disebabkan oleh senyawa  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  pada manusia ditandai dengan kecenderungan terjadinya pembengkakan pada hati. Tingkat keracunan Cr pada manusia diukur melalui kadar atau kandungan Cr dalam urin. Dalam asam kromat yang sering digunakan



sebagai obat untuk kulit. Akan tetapi penggunaan tersebut sering kali mengakibatkan keracunan yang fatal.

Logam atau persenyawaan  $\text{Cr}^{3+}$  yang masuk ke dalam tubuh akan ikut dalam proses fisiologis atau metabolisme tubuh. Logam atau persenyawaan  $\text{Cr}^{3+}$  akan berinteraksi dengan bermacam-macam unsur biologis yang terdapat dalam tubuh. Hal ini dapat mengakibatkan terganggunya fungsi-fungsi tertentu yang bekerja dalam sistem metabolisme tubuh. Limfa menjadi jaringan yang paling banyak tertumpuk oleh ion  $\text{Cr}^{3+}$ .

Ion-ion  $\text{Cr}^{3+}$  yang masuk ke dalam tubuh akan bereaksi dengan protein dan secara lambat membentuk suatu kompleks yang sangat stabil, selain itu  $\text{Cr}^{3+}$  dapat mengkatalisis suksinat dalam enzim sitokrom reduktase, sehingga dapat mempengaruhi pertumbuhan dan beberapa reaksi biokimia lainnya dalam tubuh. Banyaknya logam  $\text{Cr}^{3+}$  dengan lambatnya proses penghapusan  $\text{Cr}^{3+}$  dari paru-paru, menjadi dasar dari suatu hipotesis bahwa  $\text{Cr}^{3+}$  merupakan salah satu bahan yang dapat menyebabkan timbulnya kanker paru-paru. Oleh karena itu  $\text{Cr}^{3+}$  digolongkan sebagai bahan karsinogen (Palar, 2004).

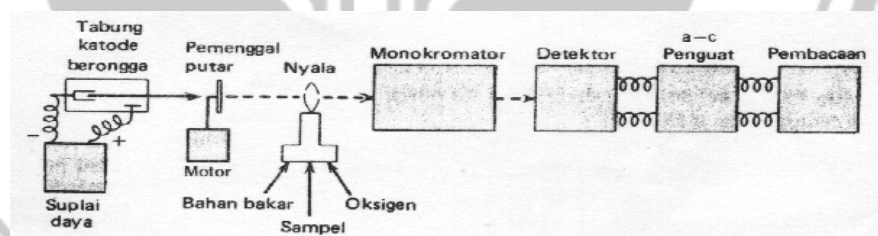
## 2.9. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom merupakan suatu cara analisis yang berdasar pada proses absorpsi tenaga radiasi oleh atom-atom. Harus ada atom dan ada sinar yang dapat mengadakan interaksi dengan atom tersebut.

Prinsipnya, bila ke dalam atom-atom netral dilewatkan seberkas sinar yang energinya sesuai maka akan terjadi interaksi antara atom-atom netral dengan sinar tersebut. Interaksi terjadi karena adanya transisi elektron pada atom-atom netral. Pada saat atom-atom netral menyerap sinar, akan terjadi perpindahan elektron dari suatu tingkat energi tertentu (ground state) ke tingkat energi yang lebih rendah (excited state).

Cuplikan yang diukur dalam SSA adalah berupa larutan, biasanya air sebagai pelarutnya. Larutan cuplikan tersebut mengalir dalam ruang pengkabutan, karena terhisap oleh aliran gas bahan bakar dan oksigen yang cepat. Berbeda dengan spektroskopi sinar tampak, metode ini tidak mempedulikan warna larutan, sedangkan larutan cuplikan diatomisasi dahulu (Hendayana, 1994).

Komponen SSA terdiri dari :



**Gambar Gambar 2.3 Gambar Alat SSA**

#### 1. Sumber Radiasi

Sumber yang dapat memberikan garis emisi yang tajam dari suatu unsur spesifik tertentu dikenal sebagai lampu pijar *hollow cathode*. Lampu ini mempunyai dua elektroda, dan diisi oleh gas mulia (Ne atau Ar) bertekanan rendah (1-5 Torr). Katoda berbentuk silinder dan terbuat dari unsur yang dianalisis. Dengan pemberian

tegangan (30–400 volt) pada arus tertentu (3-25 Ampere), logam mulia memijar dan atom-atom logam katodanya akan teruapkan, tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang seperti logam yang dianalisis. Panjang gelombang untuk mengukur absorbansi larutan Cr dalam 357,9 nm. Sekarang ini telah tersedia lampu *hollow cathode* yang terbuat dari bermacam-macam unsur, sehingga memudahkan pengerjaan karena tidak perlu menukar lampu. Misalkan : (Ca, Mg, Al), (Fe, Cu, Mn), (Cr, Co, Cu, Fe), dikenal sebagai *hollow cathode* multi unsur (Khopkar, 1984).

## 2. Unit Atomisasi

Pada unit ini unsur yang akan dianalisis yang semula ada dalam bentuk ion (dalam larutan) diubah menjadi atom-atom bebas. Atomisasi dapat dilakukan dengan nyala atau tanpa nyala (dengan tungku grafit, pembentukan hibrida, pembentukan uap dingin). Agar atomisasi dapat berjalan dengan sempurna maka suhu harus benar-benar terkendali. Ionisasi harus dihindari dan ini dapat terjadi pada suhu yang terlalu tinggi (Khopkar, 1984).

## 3. Monokromator

Monokromator berfungsi mengisolasi salah satu garis resonansi dari sekian banyak spektra yang dihasilkan oleh lampu katoda cekung. Monokromator akan menghasilkan berkas sinar monokromatik dari polikromatik. Dalam monokromator digunakan cermin, lensa, prisma, celah/ slit, dan filter.

#### 4. Detektor

Detektor berfungsi mengubah energi sinar menjadi energi listrik sehingga dapat terbaca oleh sistem pembacaan. Energi yang dihasilkan tersebut nantinya dapat menggerakkan jarum, mengeluarkan angka digital, menggerakkan pen pada rekorder, atau menampilkan angka pada monitor.

#### 5. Amplifier (penguat sinyal)

Amplifier berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.

#### 6. Pencatat (tampilan)

Rekorder atau pencatat dalam instrumen spektrofotometri serapan atom akan berfungsi untuk menampilkan bentuk sinyal listrik menjadi satuan yang dapat dibaca.

Dalam teknik analisis dengan spektroskopi serapan atom dijumpai dua jenis interferensi yaitu interferensi spektra dan interferensi kimia. Interferensi spektra terjadi bila spektra adsorpsi bahan pengganggu bertumpang tindih (*overlap*) atau terletak dekat sekali dengan spektra analat yang tidak mungkin dipisahkan dengan monokromator. Dalam spektroskopi adsorpsi atom sangat jarang terjadi interferensi yang disebabkan tumpang tindihnya garis emisi spektra karena garis emisi dari HCl sangat sempit. Interferensi spektra juga dihasilkan oleh adanya produk pembakaran yang mempunyai spektra adsorpsi lebar atau produk yang radiasi terpencar. Interferensi kimia lebih umum terjadi daripada

interferensi spektra. Proses yang menyebabkan interferensi kimia adalah pembentukan senyawa dengan volatilitas rendah, kesetimbangan disosiasi, dan ionisasi dalam nyala.

Kemungkinan terjadinya interferensi yang paling umum disebabkan oleh terbentuknya senyawa dengan volatilitas rendah sehingga laju atomisasi menjadi berkurang. Berkurangnya laju atomisasi menyebabkan hasil yang diperoleh menjadi rendah. Interferensi ini dapat diatasi dengan menggunakan nyala dengan suhu yang lebih tinggi, cara lain dengan penambahan releasing agent yaitu suatu kation yang mudah bereaksi dengan interferen sehingga dapat mencegah interaksi dengan analat. Sedangkan untuk mengatasi interferensi ionisasi dapat dilakukan dengan menggunakan suhu nyala yang lebih rendah serta penambahan logam alkali dengan potensial ionisasi yang rendah.

Kelebihan analisis unsur dengan SSA antara lain analisis dapat dilakukan dengan cepat, ketelitian tinggi sampai tingkat runtu (kemungkinan untuk menentukan konsentrasi semua unsur pada konsentrasi runtu), dan tidak memerlukan pemisahan (penentuan suatu unsur dapat dilakukan dengan kehadiran unsur lain, asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia) (Khopkar, 1984).

## **2.10. Spektrofotometri Infra-Red**

Spektrometri infra merah digunakan untuk penentuan struktur, khususnya senyawa dan juga untuk analisis kuantitatif. Spektrum infra

merah memberi puncak-puncak maksimal yang jelas sebaik puncak minimumnya. Spektrum absorpsi di buat dengan bilangan-bilangan gelombang pada suhu  $X$  dan persentase transmittan ( $T$ ) dan pada sumbu  $\gamma$  (Khopkar, 1984). Untuk dapat mengabsorpsi, molekul harus memiliki perubahan momen dipol sebagai akibat dari vibrasi. Berarti radiasi medan listrik yang berubah-ubah akan berinteraksi dengan molekul dan akan menyebabkan momen dipol sebagai akibat vibrasi. Berarti radiasi medan listrik yang berubah-ubah akan berinteraksi dengan molekul dan akan menyebabkan perubahan amplitudo salah satu gerakan molekul. Senyawa-senyawa seperti  $O_2$  dan  $N_2$  tidak memiliki perubahan momen dipol dalam vibrasi maupun rotasinya, sehingga tidak dapat mengabsorpsi sinar IR. Energi yang dibutuhkan untuk menyebabkan perubahan dalam tingkat rotasi adalah kecil, sesuai dengan radiasi  $< 100 \text{ cm}^{-1}$ . Transisi vibrasi dan rotasi berhubungan dengan daerah  $13000\text{-}675 \text{ cm}^{-1}$ . Molekul dalam padatan dan cairan berotasi secara terbatas sedangkan dalam gas tidak.

Komponen-komponen dalam spektrofotometer inframerah adalah :

1. Sumber radiasi Inframerah

Pada kebanyakan spektrofotometer inframerah sumber radiasi yang lazim digunakan adalah bahan yang sukar mencair.

2. Monokromator

Radiasi yang didispersikan oleh prisma tergantung pada indeks biasnya yang berubah dengan perubahan frekuensi radiasi. Dengan

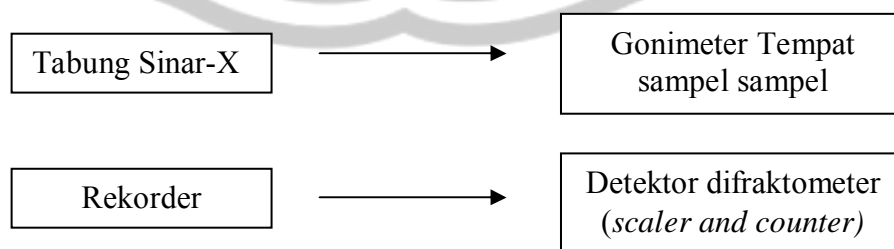
pemilihan bahan prisma yang tetap maka daya pisah akan ditingkatkan dalam spektrum.

### 3. Detektor

Ada 3 macam detektor yang digunakan pada spektrofotometer inframerah, yaitu bolometer, termokopel, dan sel pneumatic Golay. Sinar yang berasal dari celah keluar monokromator difokuskan pada suatu detektor yang berfungsi mendeteksi dan mengukur energi cahaya yang ditimbulkan oleh pengaruh pemanasannya (Sastrohamidjoyo, 1992).

## 2.11. Metode Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction)

Metode difraksi sinar- X lazim digunakan untuk menentukan struktur kristal tunggal berdasarkan pada pola difraksi dari interaksi antara analit dengan radiasi elektromagnetik sinar X pada panjang gelombang 0,5-2,5 Angstrom dan energi +107 eV. Dasar metode ini adalah adanya kekhasan jarak antar bidang kristal ( $d$ ) pada setiap kristal yang berbeda. Metode difraksi sinar X diaplikasikan dalam penentuan bentuk geometri dan ukuran kristal tunggal, penentuan kemurnian hasil sintesis, identifikasi kristal, pengindeksan bidang kristal, penentuan jumlah atom per sel satuan, deteksi senyawa baru, penentuan kemurnian hasil sintesis dan sebagainya.



**Gambar 2.4. Skema Alat Difraksi Sinar-X**

(Sumber: Wahyuni, 2003)

Sinar X diproduksi dengan menembakan seberkas elektron pada logam target dengan energi potensial yang tinggi, maka elektron pada kulit atom yang terdalam akan terlempar keluar sehingga terjadi kekosongan. Kekosongan ini akan diisi oleh elektron pada kulit yang lebih luar sambil memancarkan energi yang disebut sinar X. Logam target yang biasa digunakan adalah logam Cu yang menghasilkan radiasi  $K\alpha$  dan  $K\beta$ , akan tetapi  $K\beta$  dihilangkan dengan menghalangi radiasinya menggunakan suatu filter sesuai dengan logam target yang digunakan, misalnya nikel sehingga hanya satu radiasi yang lolos (radiasi monokromatis  $K\alpha$ ). Cara kerja logam filter yaitu menyerap sebagian radiasi  $K\alpha$  dan seluruh radiasi  $\beta$ , sehingga intensitas radiasi  $\alpha$  berkurang dan radiasi  $\beta$  tidak muncul lagi. Dengan demikian hanya radiasi  $\alpha$  yang terdifraksi oleh sampel. Sesungguhnya radiasi  $\alpha$  terdiri dari  $\alpha_1$  dan  $\alpha_2$  dimana intensitas radiasi  $\alpha_1 >$  radiasi  $\alpha_2$  dan radiasi  $\alpha_2$  tidak dapat dihilangkan oleh filter. Akibatnya sering ditemukan puncak difraksi yang tersplit meskipun hanya sedikit (Wahyuni, 2003).

Pola XRD memberikan data berupa jarak interplanar ( $d$  spacing), sudut difraksi ( $2\theta$ ), intensitas relatif ( $I/I_0$ ), indeks miller ( $hkl$ ), lebar puncak, parameter unit sel ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $a$ ,  $b$  dan  $g$ ). Analisis kualitatif maupun kuantitatif data tersebut memberikan informasi tentang kemurnian mineral, identifikasi jenis mineral dengan membandingkan data  $d$  yang diperoleh



dengan data d dari Joint Comitte of Powder Diffraction Standart (JCPDS)  
dan diperjelas dengan XRD Simulated Pattern (Udaibah, 2007).



## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1. Populasi dan Sampel**

Populasi adalah keseluruhan obyek penelitian (Arikunto, 1993). Populasi dalam penelitian ini adalah abu layang batubara di PLTU Suralaya dan limbah cair industri penyamakan kulit CV. SARI BANTENG MULYA Solo.

Sampel adalah sebagian atau wakil populasi yang diteliti (Arikunto, 1993). Sampel yang digunakan adalah cuplikan abu layang batubara PLTU Suralaya yang sudah ada di lab kimia UNNES dan cuplikan Ion logam Cr (krom) pada limbah cair industri penyamakan kulit CV. SARI BANTENG MULYA Solo.

#### **3.2. Variabel Penelitian**

Variabel adalah obyek penelitian atau apa yang menjadi perhatian dalam suatu penelitian. Variabel dalam penelitian ini meliputi variabel bebas, terikat, dan terkendali.

##### **3.2.1. Variabel Terikat**

Variabel Terikat yaitu variabel yang menjadikan titik pusat penelitian. Yang menjadi variabel terikat dalam penelitian ini adalah karakteristik struktur hasil zeolit sintesis, serta kemampuan adsorpsi zeolit sintesis terhadap ion logam Cr dalam limbah cair industri penyamakan

kulit. Karakteristik hasil zeolit sintesis secara hidrotermal melalui proses peleburan menggunakan X-RD dan IR sedangkan kemampuan adsorpsi dianalisa menggunakan AAS.

### **3.2.2. Variabel Bebas**

Variabel bebas yaitu variabel yang akan diselidiki pengaruhnya terhadap variabel terikat. Sesuai dengan tujuan penelitian yang ingin dicapai, maka variabel yang akan dipelajari pada penelitian ini adalah rasio massa NaOH/abu layang, penambahan NaAlO<sub>2</sub> sebagai adsorben logam Cr dalam limbah cair.

### **3.2.3. Variabel Terkendali**

Variabel terkendali adalah variabel yang nilainya tetap. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah jenis abu layang, ukuran abu layang, waktu dan temperatur sintesis

## **3.3. Alat dan Bahan**

### **3.3.1. Alat**

- a. Peralatan gelas
- b. Satu set alat refluks
- c. Ayakan 100 mesh
- d. Spatula
- e. Stainless-steel krusibel
- f. Furnace
- g. Autoclave stainless-steel 100 ml
- h. Oven pemanas merk Memmert

- i. *Magnetik stirrer*
- j. pH meter merk Hanna Instruments
- k. Neraca analitik merk Ohaus Explorer
- l. Kertas saring whatman
- m. Desikator
- n. Seperangkat alat spektrofotometer infra merah merk Perkin Elmer
- o. Seperangkat alat diffraktometer sinar-x
- p. Seperangkat AAS

### **3.3.2. Bahan**

- a. Abu layang batubara PLTU Suralaya Banten
- b. Limbah cair yang mengandung ion logam Cr pada industri penyamakan kulit
- c. Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaOH, NaAlO<sub>2</sub>, HCl, Cr(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O, dan air destilat

## **3.4. Cara Kerja Penelitian**

### **3.4.1. Perlakuan awal abu layang**

- a. Abu layang di saring dengan saringan 100 mesh
- b. Abu layang 100 mesh di refluks dengan larutan HCl 1 M selama 3 jam pada suhu 90°C.

### **3.4.2. Sintesis zeolit pada proses peleburan tanpa penambahan sumber Al**

- a. Abu layang batubara perlakuan awal dan NaOH dicampurkan dengan rasio tertentu seperti pada tabel 3 berikut :

**Tabel 3.1. Massa abu layang dan NaOH**

No	Abu layang (gr) dan NaOH (gr)		NaOH/FA
	Abu layang (gr)	NaOH (gr)	
1	30	30	1,0
2	27,27	32,73	1,2
3	26,1	33,9	1,3
4	25	35	1,4

- b. NaOH dengan berat masing-masing di atas di tambah 50 ml air di campur dengan abu layang sesuai berat di atas kemudian dipanaskan di atas api sampai air berkurang lalu dimasukkan ke dalam stainlesssteel krusibel dan dimasukkan furnace untuk dilakukan reaksi fusi pada suhu 600°C selama 120 menit.
- c. Kemudian didinginkan dalam desikator, digerus dan ditambah dengan air. penambahan 100 ml air tiap 10 gram abu layang
- d. Campuran diaduk dengan magnetik stirrer selama 24 jam
- e. Dihidrotermal dalam autoklaf pada temperatur 90°C selama 6 jam
- f. Fase padatan disaring dari fase cair dengan kertas saring whattman
- g. Produk padatan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat pencucian netral
- h. Dikeringkan dalam oven pada suhu 80°C selama 8 jam
- i. Padatan yang dihasilkan yaitu zeolit sintetis selanjutnya diuji secara kualitatif dengan spektroskopi infra merah (IR) untuk

mengetahui gugus fungsinya dan difraksi sinar X (XRD) untuk mengetahui jenis zeolit yang dihasilkan

(Ojha, *et al.*,  
2004)

### 3.4.3. Sintesis zeolit pada proses peleburan dengan penambahan sumber Al

- a. Zeolit pada rasio NaOH/Abu layang 1,3 setelah melalui proses peleburan diatas kemudian dilakukan penambahan sumber Al
- b. 2 gram Zeolit pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dicampur dengan 2,693 gram  $\text{NaAlO}_2$  (sumber Al) kemudian ditambah dengan air. penambahan 10 ml air tiap 1 gram abu layang
- c. Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 24 jam
- d. Dihidrotermal dalam autoklaf pada temperatur  $140^\circ\text{C}$  selama 6 jam
- e. Fase padatan disaring dari fase cair dengan kertas saring whattman
- f. Produk padatan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat pencucian 8-9
- g. Dikeringkan dalam oven pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 8 jam
- h. Produk zeolit sintesis yang dihasilkan kemudian di uji secara kuantitatif untuk mengetahui kemampuan adsorpsi logam Cr dalam limbah penyamakan kulit menggunakan AAS dan di uji

secara kualitatif dengan spektroskopi inframerah dan difraksi sinar X.

#### **3.4.4. Uji kemampuan adsorpsi zeolit sintesis sebagai adsorben ion logam Cr dalam limbah cair**

##### **3.4.4.1. Pembuatan Larutan Induk Cr 1000 ppm**

Memasukkan 0,3759 gram  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml, ditambah aquades sampai tanda batas.

##### **3.4.4.2. Penentuan Kurva Kalibrasi**

Membuat larutan standar ion logam Cr dengan konsentrasi 0; 1; 2; 3; 4; 5 dari larutan induk. Diukur adsorpsi dengan AAS, diolah dalam kurva persamaan regresi linier dan dibuat kurva kalibrasi antara adsorpsi (y) dengan konsentrasi ppm (x).

##### **3.4.4.3. Perlakuan Terhadap Limbah**

- a. 25 ml sampel limbah cair yang telah ditentukan konsentrasi ion logam Cr dengan AAS, dimasukkan ke dalam elenmeyer berisi 1 gram zeolit sintesis dengan pH netral. Abu layang awal diperlakukan sama. Agar diketahui perbedaan kemampuan adsorpsi abu layang awal dengan zeolit sintesis sebagai adsorben logam Cr.
- b. Elenmeyer dimasukkan ke dalam wather bath dan di goncang selama 4 jam dengan shaker mekanik.

- c. Padatan dipisahkan dengan penyaringan menggunakan kertas saring. Filtrat yang diperoleh di analisis untuk mengetahui konsentrasi ion logam Cr yang terserap.
- d. Perlakuan diulangi untuk Padatan hasil sintesis yang lain.

$$q \text{ (kemampuan adsorpsi)} = \frac{(C_0 - C_t)v}{100Q_w} \text{ (mg Cr/g zeolit)}$$

$C_0$  : Konsentrasi awal (mg/L)

$C_t$  : Konsentrasi akhir (mg/L)

$v$  : volume larutan Cr (ml)

$w$  : massa padatan (g)

(Nizam, 2007).

#### 3.4.4.4. Penentuan pH optimum adsorpsi ion logam Cr dalam limbah penyamakan kulit

- a. Memasukkan 0,5 gram adsorben masing-masing ke dalam 5 buah elenmeyer .
- b. Menambahkan 25 ml limbah dengan variasi pH 2, 4, 6, 8, 10 ke dalam 5 elenmeyer yang berisi adsorben
- c. Mengaduk campuran dengan shaker mekanik selama 4 jam
- d. Larutan disaring dan filtrat di ukur adsorbansinya dengan AAS

### 3.5. Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian berupa data spektra IR, difraktogram XRD, dan konsentrasi logam Cr(III) tersisa. Data spektra IR



dan Difraktogram XRD dianalisis dengan membandingkan data yang diperoleh setelah di sintesis dengan data penelitian sebelum disintesis. Data konsentrasi Cr(III) tersisa dari AAS dihitung dan dianalisis secara deskriptif untuk mengetahui kemampuan adsorpsi dari padatan hasil sintesis.

Keterangan data hasil penelitian dan kondisi sintesis sebagai berikut

ZS-1 : Kondisi sintesis rasio NaOH/Abu Layang = 30 gr/30 gr = 1,0

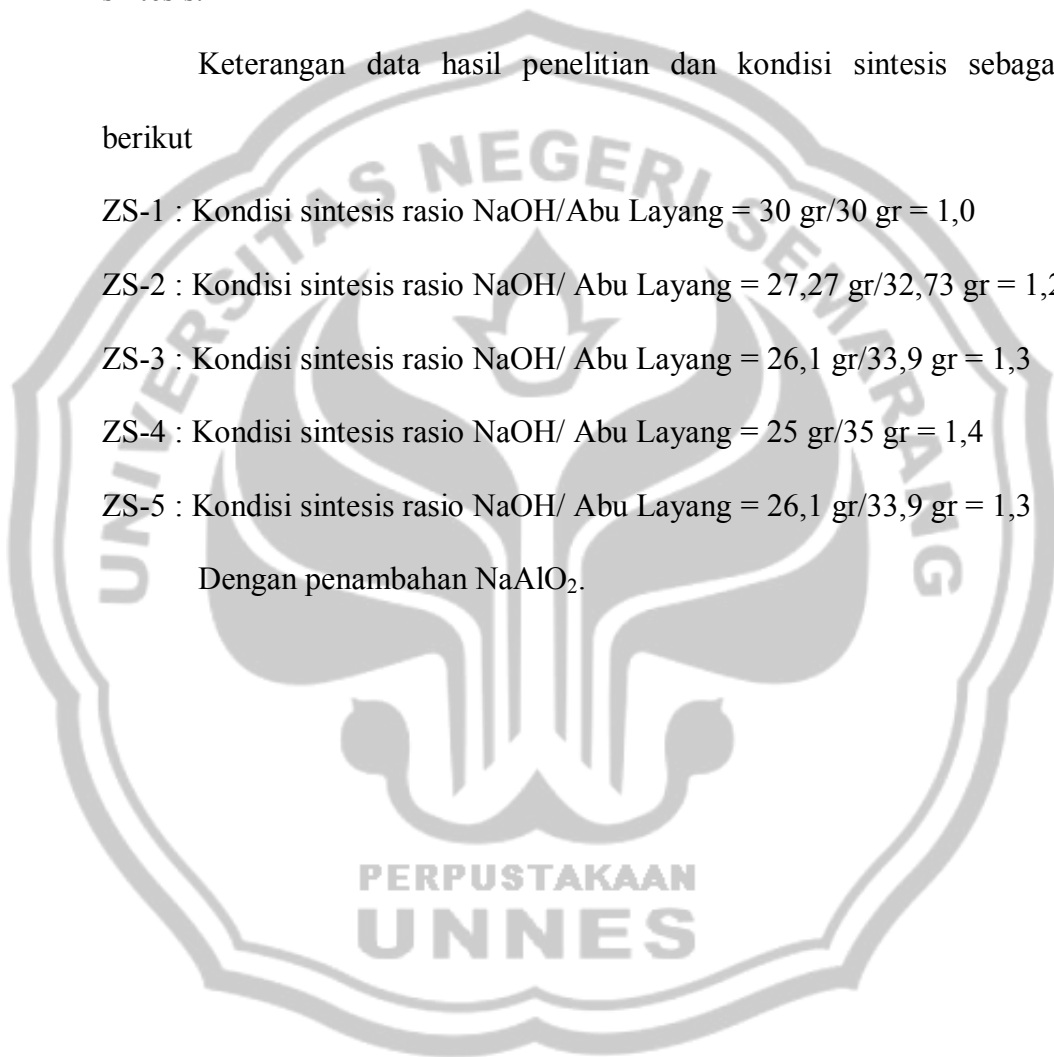
ZS-2 : Kondisi sintesis rasio NaOH/ Abu Layang = 27,27 gr/32,73 gr = 1,2

ZS-3 : Kondisi sintesis rasio NaOH/ Abu Layang = 26,1 gr/33,9 gr = 1,3

ZS-4 : Kondisi sintesis rasio NaOH/ Abu Layang = 25 gr/35 gr = 1,4

ZS-5 : Kondisi sintesis rasio NaOH/ Abu Layang = 26,1 gr/33,9 gr = 1,3

Dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$ .



## **BAB IV**

### **HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN**

Bab ini membahas mengenai data-data hasil penelitian yang meliputi kajian tentang pengaruh rasio NaOH/abu layang dalam sintesis zeolit dari abu layang batubara secara hidrotermal melalui proses peleburan, dilanjutkan karakterisasi zeolit hasil sintesis dan aplikasinya sebagai adsorben logam Cr dalam limbah penyamakan kulit. Sintesis zeolit dari abu layang batubara dengan perlakuan awal di saring dengan saringan 100 mesh dilanjutkan refluks HCl 1 M selama 3 jam pada suhu 90<sup>0</sup>C. Sintesis zeolit dengan variasi rasio NaOH/Abu Layang 1,0 ; 1,2 ; 1,3 ; 1,4 di furnace pada suhu 600<sup>0</sup>C selama 120 menit, kemudian dihidrotermal pada suhu 90<sup>0</sup>C selama 6 jam. Hasil optimal pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dilakukan penambahan NaAlO<sub>2</sub> dengan rasio Si/Al = 1,5, kemudian dihidrotermal pada suhu 140<sup>0</sup>C selama 6 jam. Karakterisasi padatan kristal hasil sintesis meliputi uji kualitatif dengan menggunakan IR dan X-ray, serta uji kuantitatif dengan menggunakan AAS untuk mengetahui kemampuan zeolit sintesis sebagai adsorben logam Cr dalam limbah penyamakan kulit.

#### **4.1. Karakterisasi Sampel**

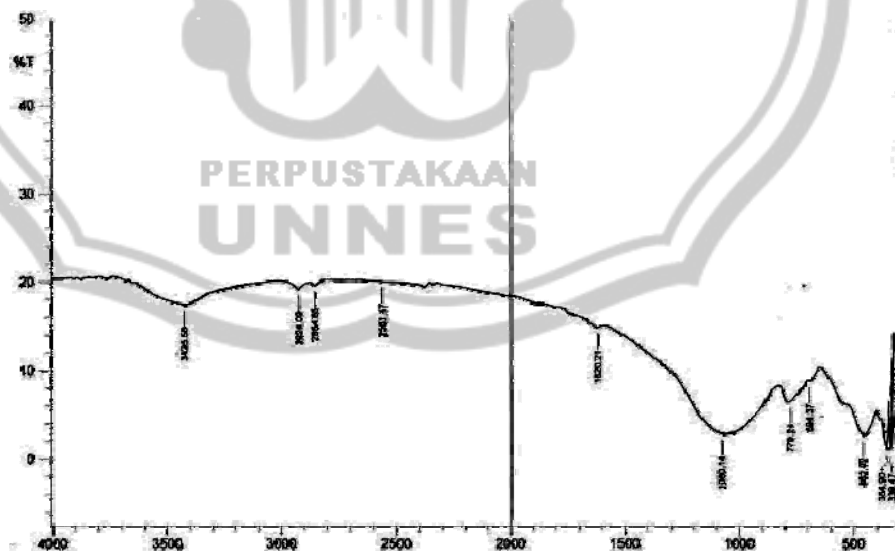
##### **4.1.1. Abu Layang Batubara PLTU Suralaya**

Dua kandungan utama pada abulayang Suralaya yaitu SiO<sub>2</sub> sebesar 62,98 %, dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 26,73 (Jumaeri dkk, 2008). Kondisi silika dan

alumina dalam abu layang cukup besar yang memungkinkan digunakan sebagai adsorben yang potensial. Dengan besarnya kadar kedua komponen tersebut dalam abu layang berarti banyak pusat-pusat aktif dari permukaan padatan yang dapat berinteraksi dengan adsorbat, misalnya ion logam (Jumaeri, 1995). Proses adsorpsi dapat berlangsung secara efektif apabila ada kesesuaian sifat muatan ion antara adsorben dengan adsorbat. Bila sisi aktif bersifat basa atau berupa anion maka adsorpsi maksimal terjadi pada spesies adsorbat yang bersifat asam atau kation, demikian juga sebaliknya.

#### 4.1.1.1. Analisis Spektroskopi Infra Merah Abu Layang

Analisis infra merah dilakukan untuk penentuan gugus aktif di padatan sintesis. Analisis kualitatif dengan menggunakan spektroskopi infra merah dilakukan pada bilangan gelombang 4000-500  $\text{cm}^{-1}$  menggunakan pelet KBr. Spektra infra merah abu layang batubara dan padatan hasil sintesis dapat dilihat dalam Gambar 4.1



Gambar 4.1. Spektra Infra Merah Abu Layang Batubara

Spektrum infra merah abu layang menunjukkan serapan pada daerah 3425,58  $\text{cm}^{-1}$ ; 2924,09  $\text{cm}^{-1}$ ; 1620,21  $\text{cm}^{-1}$ ; 1080,14  $\text{cm}^{-1}$ ; 779,24  $\text{cm}^{-1}$ ; 694,37  $\text{cm}^{-1}$ ; 462,92  $\text{cm}^{-1}$ ; 354,90  $\text{cm}^{-1}$  dan 339,47  $\text{cm}^{-1}$ .

**Tabel 4.1. Interpretasi Spektrum Infra Merah Abu Layang**

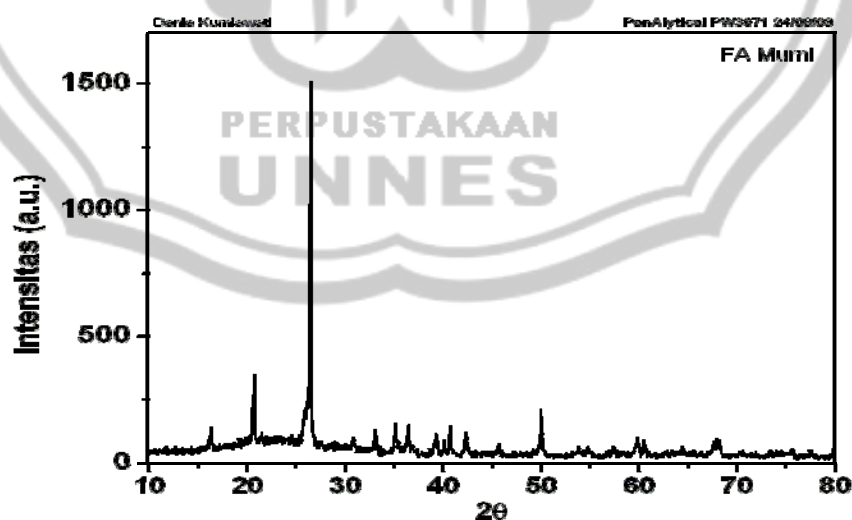
No	Frekuensi daerah serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )		Gugus fungsional (tipe vibrasi)
	Hasil analisis	Interpretasi	
1	3425,58	3500-3200	Vibrasi rentang -OH bebas (Sastrohamidjojo, 1992: 36)
2.	2924,09	2923.9	serapan vibrasi ulur simetri -CH-(CH <sub>2</sub> ) (Kurnia,2006)
3.	1620,21	1639,4	Serapan rentangan -NH (amina primer dan sekunder) (Kurnia, 2006)
4.	1080,14	2550-1560	Gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H (Sastrohamidjojo, 1992:105)
		1624	Vibrasi rentang dan tekuk dari molekul H <sub>2</sub> O (Dwi, 2000)
		1090-1030	Vibrasi renggang Si-O-Si (Helmut G, 2002 dalam Rahmi, 2006)
		1100 – 980	Regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral (Ribeiro,1984)
		1250 – 950	Renggangan asimetri tetrahedral luar(Ribeiro,1984)
5.	779,24	1078,1	Serapan vibrasi rentang asimetri TO <sub>4</sub> (T=Si atau Al)
6.	694,37	900-700	Gugus S-O, Vibrasi S-O (Sastrohamidjojo, 1992: 105)
7.	462,92	720 – 650	Symetric stretch (Hadi Nur, 2001)
8.	354,90	420-500	Ikatan T-O tetrahedral luar (Ribeiro,1984)
		300-420	Pembukaan pori (Ribeiro,1984)
		339,47	

Pita serapan abu layang pada 3425,58  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ikatan O-H, sedangkan pada 2924,09  $\text{cm}^{-1}$  merupakan serapan vibrasi ulur simetri -CH-(CH<sub>2</sub>-) dan pita serapan pada 1620,21  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus aril-SH dalam abu layang. Adanya gugus yang mengandung vibrasi rentangan Si-O-Si pada abu layang ditunjukkan oleh pita serapan pada bilangan gelombang 1080,14  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan Vibrasi

S–O ditunjukkan oleh pita serapan  $779,24\text{ cm}^{-1}$ . Pita serapan pada  $694,37\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya *Symmetric stretch* dan ikatan T-O tetrahedral luar ditunjukkan oleh pita serapan pada  $462,92\text{ cm}^{-1}$ , sedangkan pita serapan  $354,90\text{ cm}^{-1}$  dan  $339,47\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya pembukaan pori. interpretasi spektrum inframerah abu layang dapat di lihat pada Tabel 4.1 diatas.

#### 4.1.1.2. Analisis Difraksi Sinar-X Abu Layang

Pola difraksi sinar –X (XRD) dari sampel abu layang dan material padatan sintesis diperoleh dengan menggunakan difraktometer XRD-6000, merk Shimadzu. Kondisi operasi melibatkan radiasi Cu pada 40.0 kV 30 mA. Sampel discan dari  $2\theta$  30–700. Data yang diperoleh berupa jarak antar bidang, intensitas dan sudut ( $2\theta$ ) yang kemudian dicocokkan dengan data pola difraksi sinar-X JCPDS (Joint Comitte of Powder Diffraction Standart). Difraktogram dari abu layang batubara dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Difraktogram Abu Layang Batubara PLTU Suralaya

Hasil difraksi sinar X abu layang batubara memperlihatkan 3 puncak utama, yaitu pada sudut  $2\theta$   $26.6197^\circ$ ;  $2\theta$   $20.8330^\circ$ ;  $2\theta$   $50,1406^\circ$ ;  $2\theta$   $40,8426^\circ$ ;  $2\theta$   $35,2402^\circ$ . Menurut JCPDS no. 832465 puncak pada sudut  $2\theta$  :  $26.6197^\circ$ , Menurut JCPDS no. 830539 puncak pada sudut  $2\theta$  :  $20.8330^\circ$  dan menurut JCPDS no. 791906 puncak pada sudut  $2\theta$   $50,1406^\circ$  merupakan puncak untuk mineral kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ). Sedangkan JCPDS no. 240072 menunjukkan bahwa puncak pada  $2\theta$   $40,8426^\circ$  merupakan puncak mineral hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) dan JCPDS no. 731389 menunjukkan puncak pada sudut  $2\theta$   $35,2402^\circ$  adalah mullite, aluminium silikat. Difraktogram abu layang tersebut menunjukkan bahwa  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  berada pada fase Kristal sedangkan aluminium silika ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) berada pada fase amorf.

#### 4.1.2. Limbah Penyamakan Kulit

Karakterisasi limbah cair buangan industri CV. SARI BANTENG MULYA Solo adalah sebagai berikut :

**Tabel 4.2 Karakterisasi Limbah cair CV. SARI BANTENG MULYA**

Solo

No.	Karakteristik	Pengamatan
1.	Fisik	
	a. Warna	Bening
	b. Bau	Memiliki bau khas
	c. Fase	Cair tanpa endapan
2.	Kimia	
	a. pH	Asam dengan pH = 2 (pH stick)
	b. Konsentrasi Cr	21,429 ppm

a. pH

pH atau derajat keasaman dari limbah penyamakan kulit CV. SARI BANTENG MULYA Solo awal diukur dengan pH stick yaitu 2. Hal ini berarti pH limbah penyamakan kulit berada pada suasana asam, karena pada proses penyamakan di CV. SARI BANTENG MULYA Solo menggunakan larutan  $H_2SO_4$  yang merupakan asam kuat sehingga limbah yang dihasilkan dalam suasana asam.

b. Kandungan Cr

Kandungan ion logam Cr dalam limbah penyamakan kulit CV. SARI BANTENG MULYA Solo sebesar 21,428 ppm. Limbah ini dihasilkan pada proses pembilasan sehingga limbah yang dihasilkan tidak terlalu besar tetapi jika dibuang langsung ke lingkungan akan menimbulkan pencemaran lingkungan karena melebihi ambang batas.

## 4.2. Uji Kualitatif Zeolit Sintesis

Uji kualitatif bertujuan untuk memperoleh informasi perubahan struktur mikro dan kristalin yang terjadi selama proses sintesis. atau hasil penelitian lain yang dilakukan, sehingga senyawa yang terdapat dalam sampel dapat diidentifikasi.

### 4.2.1. Analisis Spektroskopi Infra Merah (IR) Zeolit Sintesis

Pengamatan dilakukan untuk mengetahui perubahan struktur yang terjadi setelah proses sintesis zeolit pada abu layang dengan perlakuan awal refluks HCl 1 M yang dilanjutkan peleburan alkali menggunakan NaOH dengan variasi rasio NaOH/ abu layang 1,0 ; 1,2 ; 1,3 ; 1,4 pada suhu  $600^{\circ}C$  selama 120 menit. Kemudian di aduk menggunakan magnetic

stirrer selama 24 jam dan diproses hidrotermal pada temperature 90°C selama 6 jam.

Serapan yang khas yang lain untuk zeolit adalah adanya cincin rangkap (580-610  $\text{cm}^{-1}$ ) yang merupakan vibrasi eksternal dalam cincin ganda beranggotakan enam (D6R) atau empat cincin (D4R). Serapan-serapan diatas 1300  $\text{cm}^{-1}$  bukan merupakan serapan karakteristik dari zeolit (Hamdan,1992 dikutip dari Sriyanti dan Taslimah, 2003). Ojha, *et al.*, (2004) meringkas gambaran umum spektra IR dari zeolit seperti pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3. Gambaran Umum Spektra IR Dari Zeolit**

Mode Vibrasi	Bilangan Gelombang $\text{cm}^{-1}$
Internal tetrahedral	
Asymetric stretch	1250-950
Symetric stretch	720-650
T-O bend	420-500
External linkage	
Double ring	650-500
Pore opening	300-420
Symetric stretch	750-820
Asymetric stretch	1050-1150

Spektrum infra merah padatan hasil sintesis rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1) memperlihatkan pita serapan sebagai berikut, serapan pada daerah 3425,58  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentang OH bebas, gugus –OH, 2368,59  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H, 2276  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentang Si-H untuk substituent trihalida, 2183,42  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ikatan –OSi-H, 1651,07  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H, serapan rentangan –NH, 1002,98  $\text{cm}^{-1}$



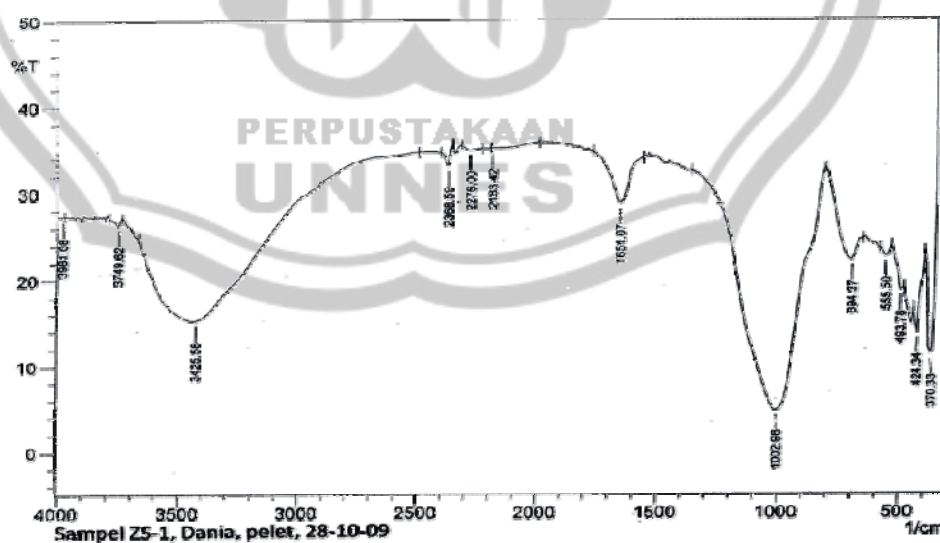
menunjukkan regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral,  $694,37 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan lentur Ar-H, C=C-H (luar bidang),  $555,5 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan rentangan asimetri  $\text{TO}_4$ ,  $493,78 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan T-O tetrahedral luar,  $424,34 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan Adanya ikatan Si-O,  $370,33 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya pembukaan pori.

Spektrum infra merah padatan hasil sintesis rasio NaOH/abu layang 1,2 (ZS-2) memperlihatkan pita serapan sebagai berikut, pada daerah  $3448,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan rentangan asimetri -NH, vibrasi renggang ikatan O-H,  $2368,59 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H,  $2276 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentang Si-H untuk substituent trihalida,  $1651,07 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH,  $1002,98 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral,  $694,37 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan lentur Ar-H, C=C-H (luar bidang),  $432,05 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Si-O, ikatan T-O tetrahedral luar,  $331,76 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya pembukaan pori.

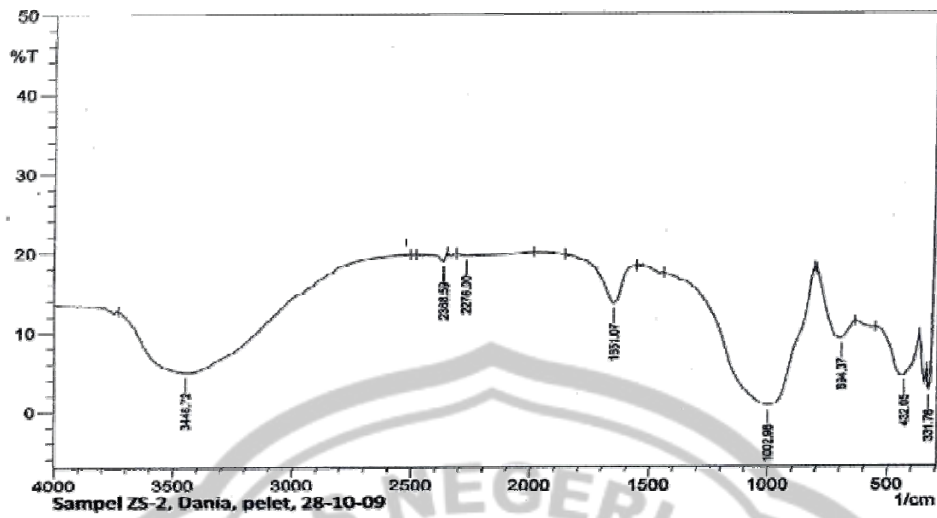
Spektrum infra merah padatan hasil sintesis rasio NaOH/abu layang 1,3 (ZS-3) menunjukkan serapan pada daerah  $3448,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan rentangan asimetri -NH, vibrasi renggang ikatan O-H,  $2368,59 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H,  $2167,99 \text{ cm}^{-1}$  vibrasi ikatan -OSi-H,  $1651,07 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH,  $995,27 \text{ cm}^{-1}$  Regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral,  $663,51 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan lentur Ar-H, C=C-H (luar bidang),  $462,92 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan

serapan vibrasi tekuk ikatan Si-O dari lapisan silika,  $354,9 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya pembukaan pori.

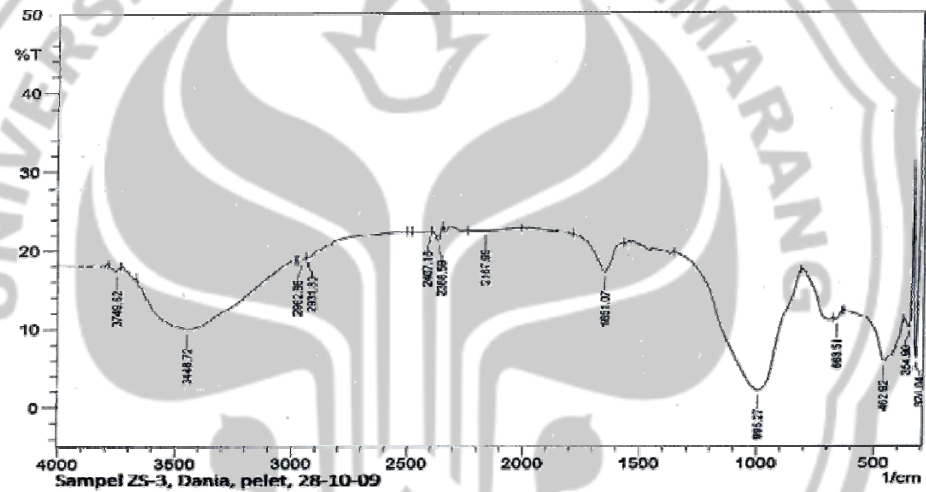
Spektrum infra merah padatan hasil sintesis rasio NaOH/abu layang 1,4 (ZS-4) menunjukkan serapan pada daerah  $3448,72 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan rentangan asimetri -NH, vibrasi renggang ikatan O-H,  $2368,59 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H,  $2276 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi rentang Si-H untuk substituent trihalida,  $2137,13 \text{ cm}^{-1}$  vibrasi ikatan -OSi-H,  $1651,07 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus aril-SH,  $1002,98 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral,  $702,09 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus S-O, Vibrasi S-O,  $555,5 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan rentangan asimetri  $\text{TO}_4$ ,  $462,92 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan serapan vibrasi tekuk ikatan Si-O dari lapisan silika,  $432,05 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Si-O, ikatan T-O tetrahedral luar,  $370,33 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya pembukaan pori. Spektra Infra Merah dari ZS-1, ZS-2, ZS-3, dan ZS-4 ditunjukkan pada gambar 4.3, 4.4, 4.5, 4.6



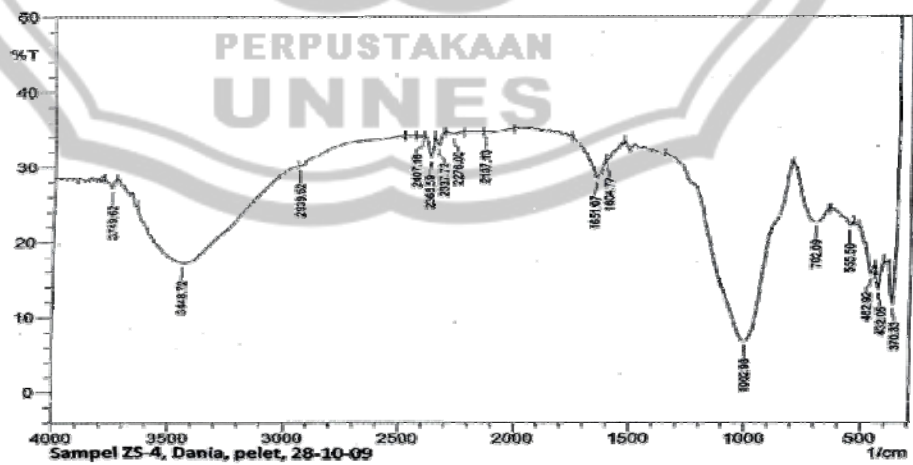
Gambar 4.3. Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1)



Gambar 4.4. Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,2 (ZS-2)

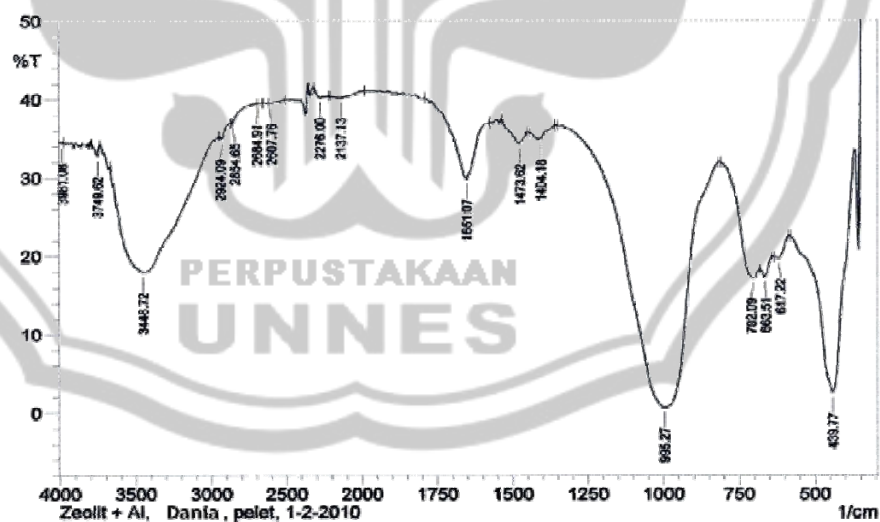


Gambar 4.5. Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,3 (ZS-3)



Gambar 4.6. Spektra Infra Merah rasio NaOH/abu layang 1,4 (ZS-4)

Selanjutnya pada kondisi optimum rasio NaOH/abu layang 1,3 di tambah NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5) agar dapat diketahui pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub>. Spektrum padatan hasil sintesis ZS-5 menunjukkan serapan pada daerah 3448,72 cm<sup>-1</sup> menunjukkan serapan rentangan asimetri -NH, vibrasi renggang ikatan O-H, 2276 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi rentang Si-H untuk substituent trihalida, 1651,07 cm<sup>-1</sup> menunjukkan gugus aril-SH, 1473,62 cm<sup>-1</sup> dan 1404,18 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya lentur (CH)<sub>3</sub>-CH, 995,27 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral, 702,09 cm<sup>-1</sup> menunjukkan gugus S-O, Vibrasi S-O, 617,22 cm<sup>-1</sup> dan 663,51 cm<sup>-1</sup> menunjukkan lentur Ar-H, C=C-H (luar bidang), 439,77 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya ikatan T-O tetrahedral luar. Spektra Infra Merah dari rasio NaOH/abu layang 1,3 di tambah NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5) ditunjukkan pada gambar 4.4



**Gambar 4.7. Spektra Infra Merah dari rasio NaOH/abu layang 1,3 di tambah NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5)**

Menurut Ojha, et al, (2004) adanya serapan di daerah 650-500 cm<sup>-1</sup> pada spektra IR padatan sintesis menunjukkan adanya Double ring External

Linkage yang merupakan karakteristik dari zeolit dan serapan pada daerah ini tidak ditemukan pada spektra IR abu layang. Spektra IR abu layang dengan padatan sintesis terdapat perbedaan yaitu pada daerah spektra  $3425,58 \text{ cm}^{-1}$ , daerah spektra ini menunjukkan ikatan O-H molekul  $\text{H}_2\text{O}$  bebas untuk abu layang dan ikatan O-H molekul  $\text{H}_2\text{O}$  terikat untuk padatan sintesis. Jika bentuk spektra sempit dan intensitas rendah maka ikatan O-H molekul  $\text{H}_2\text{O}$  bebas, sedangkan bentuk spektra lebar dan intensitas kuat menunjukkan ikatan O-H molekul  $\text{H}_2\text{O}$  terikat (Wahyudi, 2007). Interpretasi spektrum infra merah padatan hasil sintesis dilihat pada Tabel 4.4.

**Tabel 4.4. Interpretasi Spektrum Infra Merah Zeolit Sintetis**

No	Frekuensi daerah serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )		Gugus fungsional (tipe vibrasi)
	Hasil analisis	Interpretasi	
1	3425,58 (ZS-1)	3650-3200	Gugus –OH (Sastrohamidjojo, 1992: 13)
	3448,72 (ZS-2,	3500-3200	Vibrasi rentang –OH bebas (Sastrohamidjojo, 1992: 36)
	ZS-3, ZS-4,	3436,9	Vibrasi rentang dan tekuk dari molekul $\text{H}_2\text{O}$ (Dwi, 2000)
	ZS-5)	3448,5	Pita renggangan –OH (Prowida, 2003)
		3448,5	Serapan rentangan asimetri –NH (Kurnia, 2006)
2		3440,8	Vibrasi renggang ikatan O-H (Wijaya, 2002)
	2276 (ZS-1, ZS-2,	2923.9	serapan vibrasi ulur simetri –CH-(–CH <sub>2</sub> -)
	ZS-4, ZS-5)	2120-2230	vibrasi ikatan –OSi-H (helmut G,2002)
	2183,42 (ZS-1)		dalam rahmi, 2006)
	2167,99 (ZS-3)	2235-2285	vibrasi rentang Si-H unk substituent trihalida
3	2137,13 (ZS-4)		(john. A. Dean, 1998 dlm Rahmi, 2006)
	2368,59 (ZS-1,	1639,4	Serapan rentangan –NH (amina primer dan
4	ZS-2, ZS-3, ZS-4)		sekunder) (Kurnia, 2006)
	1651,07 (ZS-1,	2550-1560	Gugus aril-SH, vibrasi rentangan S-H
	ZS-2, ZS-3, ZS-4,		(Sastrohamidjojo, 1992:105)
5	ZS-5)	1624	Vibrasi rentang dan tekuk dari molekul $\text{H}_2\text{O}$ (Dwi, 2000)
	1404,18 (ZS-5)	1300-1475	Lentur (CH) <sub>3</sub> -CH (Creswell, 1972)
6	1473,62 (ZS-5)		
	1002,98 (ZS-1,	1100 – 980	Regangan asimetri Al dalam situs tetrahedral ZS-2, ZS-4)
			(Ribeiro,1984)
7	995,27 (ZS-3,	1250 – 950	Renggangan asimetri tetrahedral luar (Ribeiro,1984)
	ZS-5)	920 - 914	Gugus Al-O pada silika alumina (Wijaya, Karna, 2002)
8	702,09 (ZS-4,	900-700	Gugus S-O, Vibrasi S-O (Sastrohamidjojo, 1992: 105)
	ZS-5)	750,3	Serapan vibrasi rentang simetri TO <sub>4</sub> (T=Si atau Al)(Dwi, 2000)

7	694,37 (ZS-1, ZS-2) 617,22 (ZS-5) 663,51 (ZS-3, ZS-5)	100-650 720 - 650	Lentur Ar-H, C=C-H (luar bidang) Symetric stretch (Hadi Nur, 2001)
8	555,5 (ZS-1, ZS-2)	570-500 ~560 650-500 580	Serapan rentangan asimetri TO4 (Dwi,2000) Serapan vibrasi cincin ganda (Dwi, 2000) Struktur dengan dua cincin (Zeolit A, faujasit, kabasit, gmelinit, erionit) (Ribeiro,1984) Vibrasi tetrahedral 2 cincin lingkaran luar dalam struktur framework. (Ko dan Ahn, 1998)
9	493,78 (ZS-1) 462,92 (ZS-3,ZS-4) 424,34 (ZS-1) 439,77 (ZS-5)	434,0 445 470, 6 420-500	Adanya ikatan Si-O (Prowida, 2003) Serapan vibrasi tekuk T-O (T= Si atau Al) (Dwi, 2000) Serapan vibrasi tekuk ikatan Si-O dari lapisan silika (Wijaya, 2002)
10	370,33 (ZS-1,ZS-4) 354,9 (ZS-3) 331,76 (ZS-2)	300-420	Ikatan T-O tetrahedral luar (Ribeiro,1984) Pembukaan pori (Ribeiro,1984)

#### 4.2.2. Analisis Difraksi Sinar X (XRD) Zeolit Sintesis

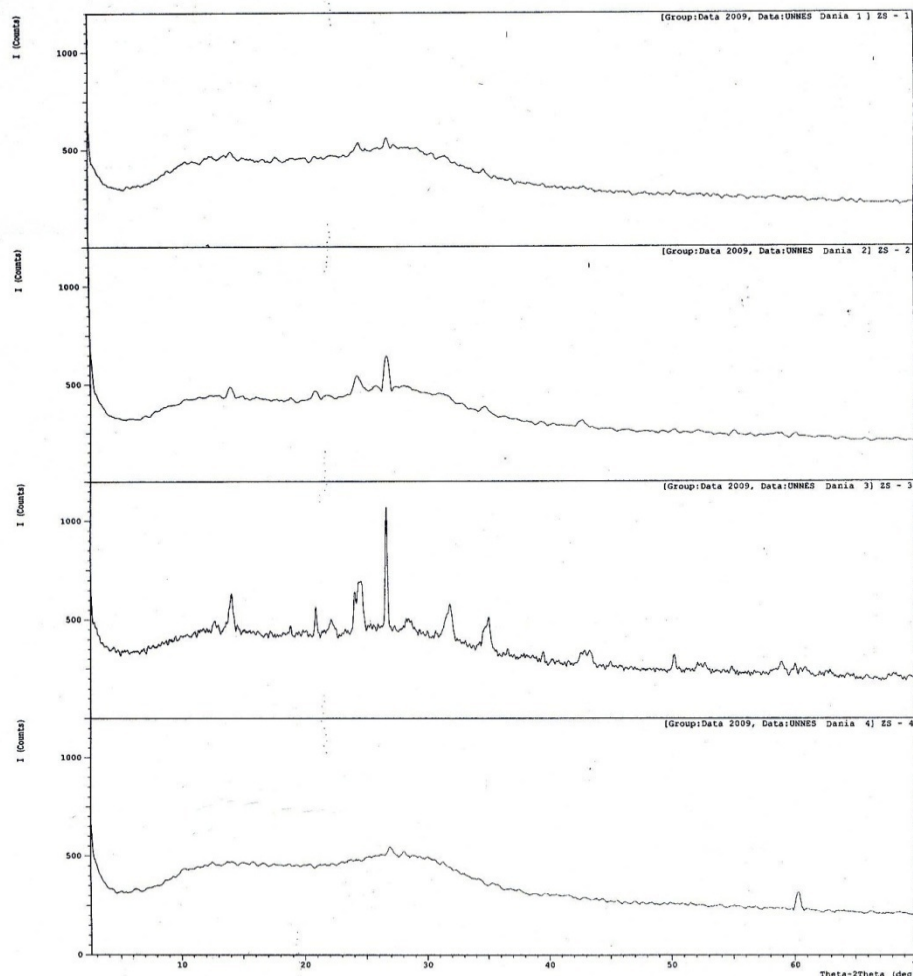
Difraktogram padatan hasil sintesis pada kondisi rasio NaOH/ abu layang 1,0 (ZS-1) menunjukkan 3 puncak tertinggi yaitu pada sudut  $2\theta$  26,8200 ;  $2\theta$  24,5400 dan  $2\theta$  27,4000. Pada puncak-puncak  $2\theta$  26,8200 ;  $2\theta$  27,4000 menunjukkan adanya mineral kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) (JCPDS: 832469), (JCPDS: 830548), sedangkan pada puncak  $2\theta$  24,5400 menunjukkan adanya mineral hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), (JCPDS: 020919)

Padatan hasil sintesis pada kondisi rasio NaOH/abu layang 1,2 (ZS-2) mempunyai 3 puncak difraktogram tertinggi yaitu pada sudut  $2\theta$  26,7540;  $2\theta$  24,3200 dan  $2\theta$  28,4600. Pada puncak-puncak  $2\theta$  26,7540 ;  $2\theta$  28,4600 menunjukkan adanya mineral kuarsa ( $\text{SiO}_2$ ) (JCPDS: 820511), (JCPDS: 791915), sedangkan pada puncak  $2\theta$  24,3200 menunjukkan adanya mineral hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), (JCPDS: 011053)

Padatan hasil sintesis pada kondisi rasio NaOH/abu layang 1,3 (ZS-3) memperlihatkan puncak-puncak tajam dengan harga  $2\theta$  26,6890 ;

2 $\theta$  24,3800 ; 2 $\theta$  24,6200 ; 2 $\theta$  24,0600 ; 2 $\theta$  31,9000 ; 2 $\theta$  14,0800 dan 2 $\theta$  35,0800. Pada puncak 2 $\theta$  26,6890 menunjukkan adanya mineral kuarsa (SiO<sub>2</sub>) (JCPDS: 78-2315), pada puncak-puncak 2 $\theta$  24,3800 ; 2 $\theta$  24,6200 ; 2 $\theta$  24,0600 menunjukkan adanya mineral hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), (JCPDS: 240072), (JCPDS: 240072), (JCPDS: 240072), pada puncak 2 $\theta$  31,9000 menunjukkan adanya mineral magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (JCPDS: 760955), pada puncak 2 $\theta$  14,0800 terbentuk zeolit A (JCPDS: 430142) dan pada puncak 2 $\theta$  35,0800 menunjukkan adanya mineral mulitte (aluminium silikat, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.4SiO<sub>2</sub>2H<sub>2</sub>O) (JCPDS: 010613).

Padatan hasil sintesis pada kondisi rasio NaOH/abu layang 1,4 (ZS-4) mempunyai 3 puncak difraktogram tertinggi yaitu pada sudut 2 $\theta$  26,8600 ; 2 $\theta$  28,0200 dan 2 $\theta$  28,7400. Pada puncak-puncak 2 $\theta$  26,8600 ; 2 $\theta$  28,0200 ; 2 $\theta$  28,7400 menunjukkan adanya mineral kuarsa (SiO<sub>2</sub>) (JCPDS: 832469), (JCPDS: 791913), (JCPDS: 791915). Difraktogram padatan hasil sintesis pada rasio NaOH/abu layang 1,0 ; 1,2 ; 1,3 ; 1,4 ditunjukkan pada Gambar 4.8

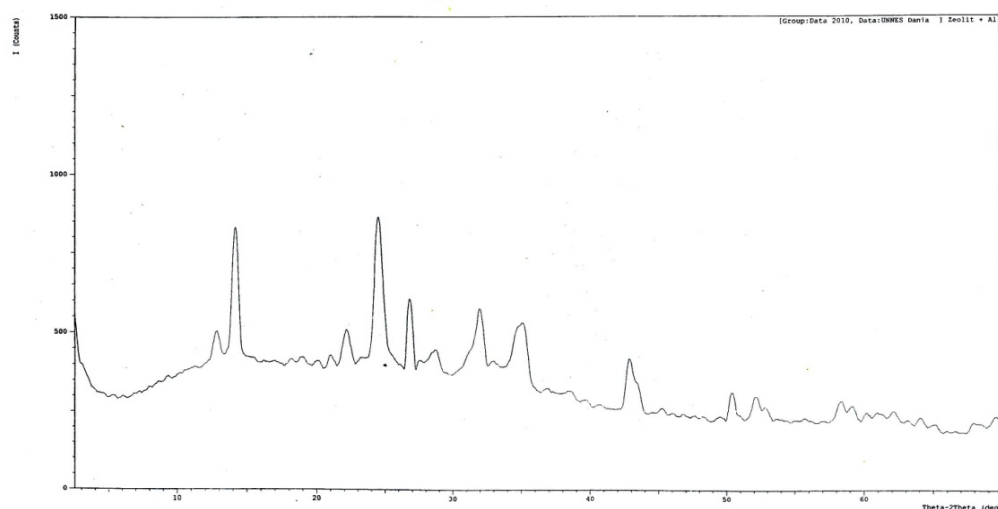


**Gambar 4.8. Difraktogram padatan hasil sintesis ZS-2, ZS-2, ZS-3, ZS-4**

Puncak utama abu layang sebelum di sintesis dan sesudah di sintesis didominasi dengan mineral kuarsa yang merupakan komponen utama abu layang. Pada ZS-1, ZS-2, ZS-3, ZS-4 terjadi penurunan intensitas pada puncak kuarsa. Hal ini menunjukkan terjadinya penambahan fase kristalin menjadi amorf. Pada ZS-3 terbentuk zeolit A pada puncak  $2\theta$  14,0800 (JCPDS: 430142).



Pada kondisi optimum rasio NaOH/abu layang 1,3 selanjutnya di tambah NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5) agar dapat diketahui pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub>. Padatan hasil sintesis ZS-5 memperlihatkan puncak-puncak tajam dengan harga  $2\theta$  24,5506 ;  $2\theta$  14,1409 ;  $2\theta$  26,8443 ;  $2\theta$  31,9452 ;  $2\theta$  34,9066 ;  $2\theta$  42,8600. Pada puncak  $2\theta$  26,8443 menunjukkan adanya mineral kuarsa (SiO<sub>2</sub>) (JCPDS: 820511), pada puncak-puncak  $2\theta$  24,5506 ;  $2\theta$  34,9066 menunjukkan adanya mineral hematite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (JCPDS: 020919), (JCPDS: 011053), pada puncak  $2\theta$  31,9452 menunjukkan adanya mineral magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) (JCPDS: 760955), pada puncak  $2\theta$  42,8600 menunjukkan adanya mineral mullite (aluminium silikat, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.4SiO<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O). Difraktogram padatan hasil sintesis pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5) ditunjukkan pada gambar 4.9



**Gambar 4.9. Difraktogram padatan hasil sintesis pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5)**

Pada ZS-5 terjadi penurunan intensitas puncak kuarsa dari fase kristal menjadi amorf. Pada ZS-5 zeolit A yang terbentuk pada puncak 2 $\theta$  14,1409 (JCPDS: 430142) intensitasnya semakin tinggi.

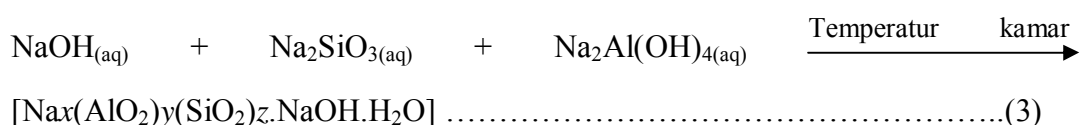
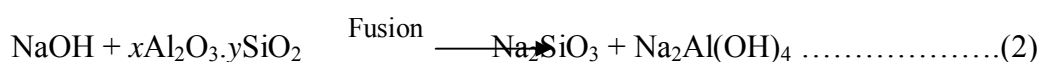
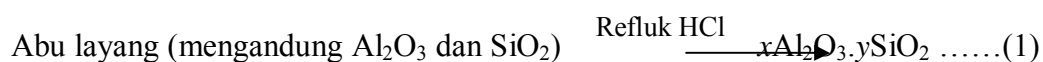
### 4.3. Uji Kuantitatif Zeolit Sintesis

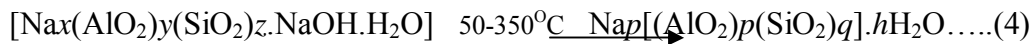
#### 4.3.1. Pengaruh Rasio NaOH/Abu layang terhadap penurunan logam

##### Cr

Sintesis zeolit dari abu layang batubara dimulai dengan perlakuan awal di saring dengan saringan 100 mesh dan refluks dengan HCl 1M selama 3 jam pada suhu 90<sup>0</sup>C. Pemilihan kondisi perlakuan awal ini didasarkan pada penelitian terdahulu yang dilakukan Wahyudi (2007) yang bertujuan meningkatkan aktivitas dalam pembentukan zeolit. Perlakuan asam membantu dealuminasi abu layang dan menghilangkan besi oksida yang ada. Dengan demikian meningkatkan aktivitas, stabilitas termal dan keasaman zeolit, yang semuanya membantu aplikasinya sebagai katalis yang lebih baik. (Ojha, *et al.*, 2004)

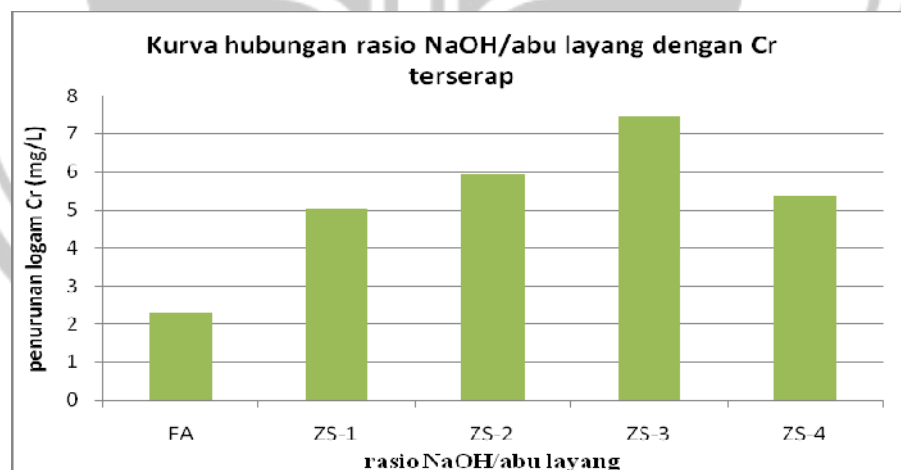
Abu layang setelah direfluks HCl kemudian difurnace dengan NaOH dengan variasi rasio NaOH/Abu Layang 1,0 ; 1,2 ; 1,3 ; 1,4 selama 120 menit pada suhu 600<sup>0</sup>C. Dari langkah kerja ini dapat dituliskan reaksi sintesis zeolit dari abu layang batubara, sebagai berikut :





(Ojha, *et al.*, 2004)

Fungsi NaOH yang ditambahkan bertindak sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk garam silikat dan aluminat yang dapat larut, yang lebih lanjut berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal. Pada struktur zeolit terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al sehingga dibutuhkan kation-kation pendukung diluar rangka untuk menetralkannya. Kation  $Na^+$  juga berperan penting dalam pembentukan zeolit. (Ojha, *et al.*, 2004). Adanya proses peleburan campuran alkali abu layang mempercepat pembentukan natrium aluminat dan silikat yang sangat aktif, yang mudah larut dalam air dan meningkatkan pembentukan zeolit. Kurva hubungan rasio NaOH/abu layang dapat dilihat pada gambar 4.10 dibawah ini



**Gambar 4.10. Kurva hubungan rasio NaOH/abu layang dengan penurunan logam Cr**

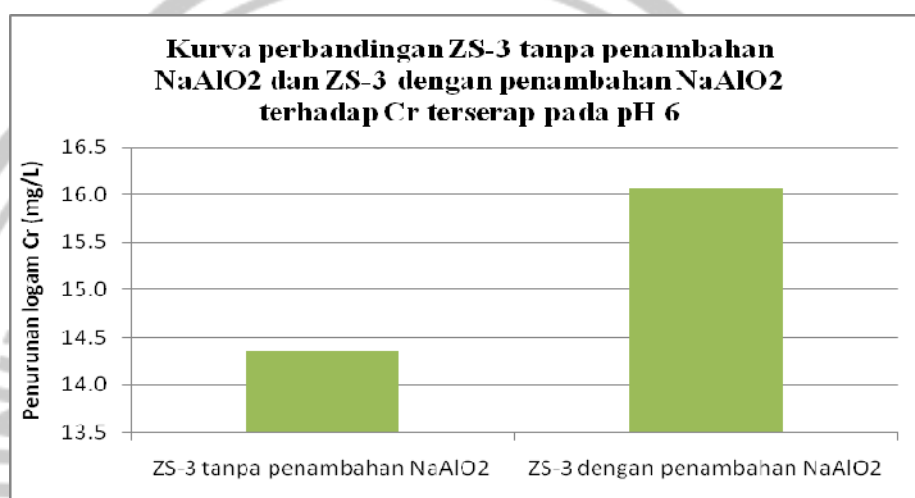
Pada gambar diatas rasio NaOH/abu layang 1,0 penurunan logam Cr sebesar 5.045 mg/L, rasio NaOH/abu layang 1,2 penurunan logam Cr

sebesar 5.955 mg/L, rasio NaOH/abu layang 1,3 penurunan logam Cr sebesar 7.477 mg/L, rasio NaOH/abu layang 1,4 penurunan logam Cr sebesar 5.386 mg/L. Pada kurva di atas zeolit sintesis bertambah dengan bertambahnya rasio NaOH/abu layang sampai mencapai puncak pada rasio 1,3 setelah itu menunjukkan penurunan. Pada rasio NaOH/abu layang 1,0 dan 1,2 Cr yang terserap kurang maksimal karena kemungkinan NaOH yang ditambahkan kurang maksimal sehingga belum terbentuk zeolit. Pada rasio NaOH/abu layang 1,4 Cr yang terserap kurang maksimal karena rasio NaOH/abu layang yang semakin tinggi seharusnya pada proses hidrotermal suhu yang dipakai juga semakin tinggi. Menurut Keka Ojha, Fungsi NaOH yang ditambahkan bertindak sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk garam silikat dan aluminat yang dapat larut, yang lebih lanjut berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal. Sehingga suhu selama proses hidrotermal sangat berpengaruh pada pembentukan zeolit sintesis.

Sedangkan pada rasio NaOH/abu layang 1,3 merupakan kondisi optimum untuk mengadsorpsi, karena terbentuk karakteristik mirip zeolit A dan terjadi penurunan intensitas puncak kuarsa dari fase kristal menjadi amorf. Menurut Sudarno fase amorf lebih mudah larut dibanding fase kristalnya, semakin banyak fase amorf maka semakin banyak Si dan Al yang terlarut sehingga zeolit yang terbentuk semakin banyak, oleh karena itu luas permukaannya semakin besar. Jadi lebih efektif untuk mengadsorpsi.

#### 4.3.2. Pengaruh penambahan $\text{NaAlO}_2$ terhadap penurunan logam Cr

Penambahan  $\text{NaAlO}_2$  dilakukan pada rasio  $\text{NaOH}$ /abu layang 1,3 yang paling optimum sehingga dapat diketahui efektifitas penambahan  $\text{NaAlO}_2$ . Kurva perbandingan ZS-3 tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$  dan ZS-3 dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$  terhadap kemampuan Cr yang terserap pada pH 6 dapat dilihat pada gambar 4.11



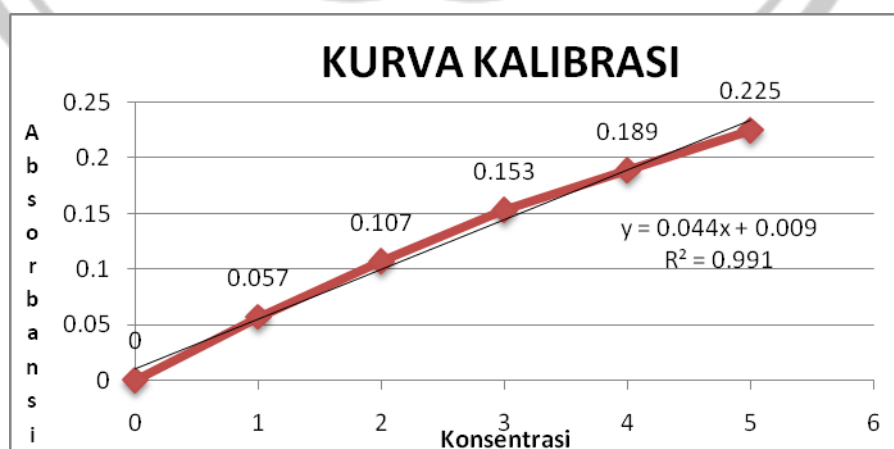
**Gambar 4.11. Kurva perbandingan ZS-3 tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$  dan ZS-3 dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$  terhadap penurunan logam Cr pada pH 6**

Berdasarkan gambar diatas, rasio  $\text{NaOH}$ /abu layang 1,3 tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$  (ZS-3) penurunan logam Cr sebanyak 14.364 mg/L, sedangkan pada rasio  $\text{NaOH}$ /abu layang 1,3 dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$  penurunan logam Cr sebesar 16.068 mg/L. Sehingga dapat disimpulkan pada rasio  $\text{NaOH}$ /abu layang 1,3 dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$  (ZS-5) menunjukkan penurunan logam Cr lebih banyak dari rasio  $\text{NaOH}$ /abu layang 1,3 tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$  (ZS-5). Dikarenakan adsorben yang digunakan untuk mengadsorpsi logam Cr memiliki luas permukaan yang

lebih besar. Pada ZS-3 dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$  hasil difaktogram memperlihatkan karakteristik mirip zeolit A yang intensitasnya lebih tinggi dibanding tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$ . Dan pada ZS-3 dengan penambahan  $\text{NaAlO}_2$  penurunan intensitas kuarsa menjadi amorf lebih tajam dibanding ZS-3 tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$ . Menurut Sudarno, pada fase amorf Si, Al yang terlarut semakin banyak, sehingga pembentukan zeolit pada proses hidrotermal semakin banyak dan luas permukaan menjadi semakin besar

#### 4.3.3. Pengaruh pH

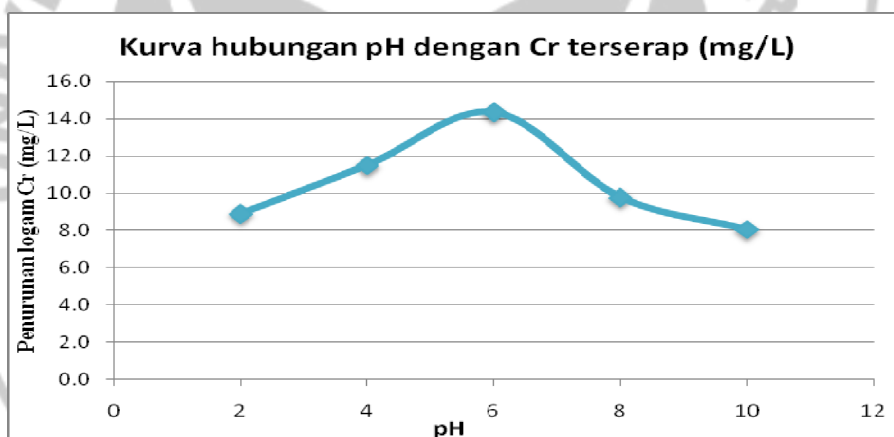
Sebelum mengukur absorbansi larutan sampel, terlebih dahulu dilakukan pengukuran absorbansi dari larutan standar Cr untuk mendapatkan kurva kalibrasi. Pengukuran terhadap larutan standar Cr dibuat dengan variasi konsentrasi 0; 1; 2; 3; 4; 5 mg/L dan diperoleh data absorbansi pada lampiran. Selanjutnya dari data yang diperoleh dapat dibuat grafik linier kurva kalibrasi seperti ditunjukkan pada Gambar 4.12.



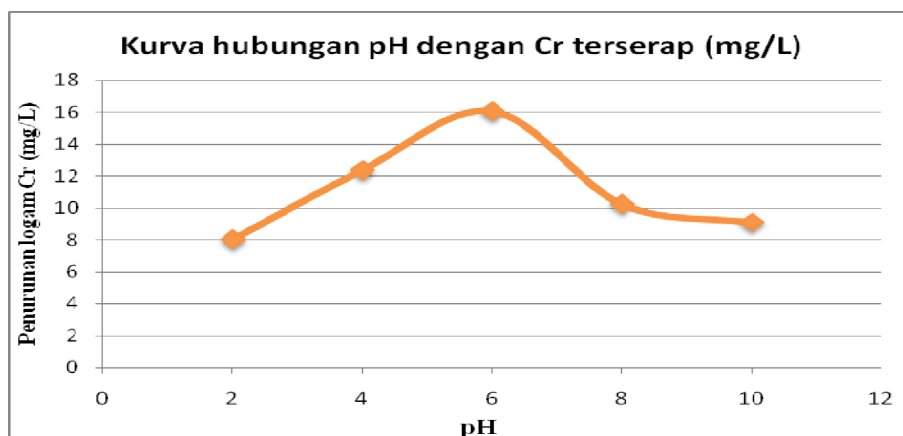
Gambar 4.12. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cr

Pengaruh pH optimum dilakukan dengan mencampurkan 25 ml limbah cair yang mengandung logam Cr dengan 0,5 gram adsorben selama 4 jam. Variasi pH yang dipakai adalah 2, 4, 6, 8, dan 10, untuk membuat variasi pH tersebut dilakukan dengan menggunakan larutan buffer pH pada limbah cair.

Data absorbansi sampel yang diperoleh dari hasil analisis menggunakan AAS kemudian diplotkan dalam kurva kalibrasi larutan standar Cr untuk menentukan konsentrasi logam Cr yang tersisa. Dari hasil adsorbansi diplotkan ke dalam kurva kalibrasi. Hasil yang diperoleh hubungan antara Cr terserap dengan pH dibuat kurva seperti di bawah ini :

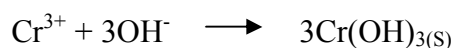


**Gambar 4.13. Kurva Hubungan pH dengan penurunan logam Cr (mg/L) pada zeolit sintesis rasio 1,3 tanpa penambahan  $\text{NaAlO}_2$  (ZS-3)**



**Gambar 4.14. Kurva Hubungan pH dengan penurunan logam Cr (mg/L) pada zeolit sintesis rasio 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5)**

Gambar 4.13 dan 4.14 menunjukkan bahwa adsorpsi krom (Cr) terbesar terjadi pada pH 6. pH mempunyai pengaruh yang sangat besar dalam proses adsorpsi yaitu dalam larutan asam sampai pH netral jumlah ion yang teradsorpsi semakin meningkat. Akibat adanya pH yang semakin tinggi permukaan adsorben bermuatan negatif, sementara logam Cr berbentuk kation sehingga adsorpsi berjalan efektif. Untuk logam Cr pH optimum dalam proses adsorpsi yaitu pada pH 4-6, karena pada pH yang tinggi Cr(III) akan mengendap. Menurut Benefield dalam Tri Joko, Cr(OH)<sub>3</sub> adalah senyawa yang bersifat amfoter akan melarut dengan minimum pada pH 7,5-10, dan kelarutan kromium melalui proses reduksi dan netralisasi pada pH 8,5-9,0. Reaksi pengendapannya :



Faktor lain yang mempengaruhi dalam proses adsorpsi adalah konsentrasi awal larutan Cr(III). Najiyana (2006) menyebutkan bahwa adsorpsi logam Cr(III) dalam air semakin meningkat dengan naiknya konsentrasi awal



larutan. Sedangkan setelah kondisi optimum tercapai adsorben yang jenuh tidak dapat mengadsorpsi ion logam lagi.



## BAB V

### SIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. Simpulan

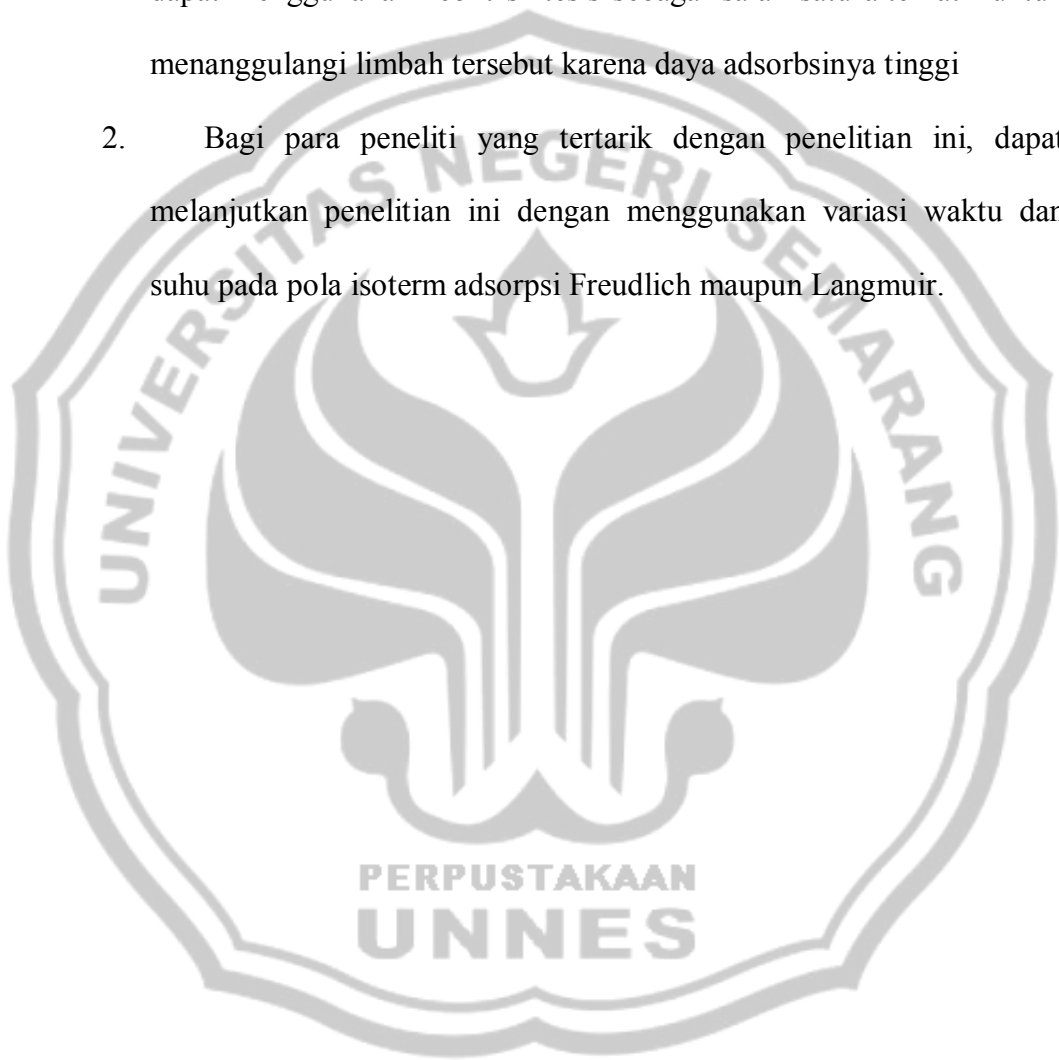
Dari hasil penelitian dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Rasio NaOH/abu layang dapat mempengaruhi zeolit sintesis dalam penurunan logam Cr limbah penyamakan kulit. Penurunan maksimal diperoleh pada rasio NaOH/abu layang 1,3 yaitu sebesar 14.364 mg/L.
2. Pengaruh penambahan NaAlO<sub>2</sub> pada zeolit sintesis lebih efektif dibanding tanpa penambahan NaAlO<sub>2</sub> karena dapat meningkatkan penurunan logam Cr limbah penyamakan kulit yaitu sebesar 16.068 mg/L
3. Rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> dan tanpa penambahan NaAlO<sub>2</sub> mempunyai karakteristik mirip zeolit A. Rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> lebih terbentuk kristal zeolit dengan di ikuti penurunan intensitas kuarsa yang lebih tajam dibanding rasio NaOH/abu layang 1,3 tanpa penambahan NaAlO<sub>2</sub>.
4. Kemampuan adsorpsi maksimal zeolit sintesis yang dihasilkan terhadap logam Cr dalam limbah penyamakan kulit yaitu pada rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> pada pH 6 yaitu sebesar 0.8034 mg/g

## 5.2. Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, maka penulis dapat memberi saran antara lain :

1. Bagi industri yang menghasilkan limbah berupa logam berat Cr, dapat menggunakan zeolit sintesis sebagai salah satu alternatif untuk menanggulangi limbah tersebut karena daya adsorbsinya tinggi
2. Bagi para peneliti yang tertarik dengan penelitian ini, dapat melanjutkan penelitian ini dengan menggunakan variasi waktu dan suhu pada pola isoterm adsorpsi Freudlich maupun Langmuir.



## DAFTAR PUSTAKA

- Alberty, R.A dan Daniel, F. 1983. *Kimia Fisika* . Jakarta : Erlangga.
- Anonim. 1984. *Teknologi Pengolahan Air Buangan Industri Penyamakan Kulit Krom Dalam Rangka Penanggulangan Pencemaran Lingkungan*. Semarang : BPPI
- Arikunto, Suharsimi. 1993. *Prosedur Penelitian*. Jakarta: Bina Aksara.
- Barrer, R.M. 1982. *Zeolite as Clay and Adsorbent*. New York: Academic Press.
- Bell, R. G., 2001, *What are zeolites?*. URL:( <http://www.bza.org/zeolites.html>. 22 Desember 2008)
- Budhyantoro, A. 2005. *Konversi Abu Layang Batubara sebagai Material Pengemban Ion logam Ni dan Uji Ketahanan Struktur Padatan terhadap Panas*. Jurnal Ilmu Dasar Vol. 6, No. 1, 2005, 24-32. Surabaya : Departemen MIPA Universitas Surabaya.
- Castellan, Gibert W. 1982. *Physical Chemistry third Edition*, Massachusetts. Addison-Wesley Publishing Company.
- Cotton dan Walkinson. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Diterjemahkan oleh Sahati Suharto. Jakarta : Universitas Indonesia Press
- Creswell, C.J, Runguist, O.A dan Campbell, M.M. 1972. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Diterjemahkan oleh Kosasih P dan Iwang Soediro. Bandung : ITB 1982
- Diantariani, N.P, Sudiarta I.W, dan Elantiani, N. K. 2008. *Proses Biosorpsi dan Desorpsi Ion Cr(VI) pada Biosorben Rumpun Laut Eucheuma Spinosum*. Jurnal Kimia 2(1), Januari 2008: 45-52.
- Gates, B. C. 1992. *Catalytic Chemistry*, John Wiley and Sons Inc. Singapore, pp
- Hadi, N. 2001. *Direct Synthesis of NaA Zeolite From Rice Husk and Carbonaceous Rice Husk Ash*. Catalysis Research Center, Hokkaido University Sapporo 060-0811. Japan

- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolite, Synthesis, Characterization and Modification*. Malaysia : Universiy Technology of Malaysia (UTM).
- Hendayana, Sumar. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Jakarta : Erlangga.
- Johny W. 1996. *Teknologi Pengendalian Dampak Lingkungan Industri Penyamakan Kulit*. Jakarta : Badan Pengendalian Dampak Lingkungan
- Jumaeri. 1995. *Studi Tentang Pemanfaatan Abu Layang Sebagai Adsorben Zat Warna Dalam Larutan Air*. Thesis. Yogyakarta : Program Pasca Sarjana UGM
- Jumaeri, Susilaningsih, E dan Latifah. 2000. *Penggunaan Abu Layang Batubara untuk Penurunan Tingkat Kesadahan Air*. Laporan Penelitian. Semarang: Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
- Jumaeri, Astuti, P, Sulistyaningsih, T, dan Latifah. 2008. *Sintesis Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal dan Aplikasinya Sebagai Penukar Ion dalam Proses Pengolahan Air*. Laporan Penelitian Hibah Bersaing. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA UNNES
- Khopkar, S.M. 1984. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Bombay : Analytical Laboratory Departement of Chemistry Indian Institute of Technologi Bombay.
- Ko, yang sig wha seung ahn. 1998. *Syntesis and Characterization of Zeolit L* Bull. Korean Chem. Soc. 1999, vol 20, no 2
- Kurnia, Tuti. 2006. *Aktivasi Zeolit Alam dengan Asam Klorida (HCl) untuk Adsorben Ion Logam Zn (II) dalam Limbah Cair Galvanis*. Skripsi. Semarang: UNNES
- Laperche, Valerie and Bigham, Jerry M. 2002. *Quantitative, Chemical and Mineralogical Characterization of Fuel Gas Desulfurization By-Products*. JEQ 31
- Marinda, Putri. 2008. *Abu Terbang Batubara sebagai Adsorben*. ([www.majarimagazine.com](http://www.majarimagazine.com). 22 Desember 2008)
- Mattigold, S.V., D. Rai, LE. Eary, and C.C. Ainsworth. 1990. *Geochemical factors controlling the mobilization of inorganic constituents from*

- fossil fuel combustion residues : I. review of the major elements.* J. Environ. Qual.
- Mulyono HAM. 2001. *Kamus Kimia untuk Siswa dan Mahasiswa Sains dan Teknologi.* Bandung : PT Ganesindo
- Nahadi. 2000. *Biotransformasi Kromium oleh bakteri Esterichia Coli.* Yogyakarta : Prosiding Seminar Nasional Kimia VIII.
- Najiyana, K. 2006. *Kapasitas Adsorpsi Bentonit Terhadap Logam Cr(III) Pada Kondisi Optimum. Skripsi.* Semarang: Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
- Nizam, A, malek, dan Yusof, A.M. 2007. *Removal of Cr(III) from aqueous solutions using zeolit NaY prepared from rice husk ash.* The Malaysian Journal of Analytical Sciences, Vol 11, No 1 : 76-83.
- Ojha, K., Narayan C P, and Amar N S. 2004. *Zeolit from Fly Ash: Synthesis and Characterization.* Bull. Mater. Sci., Vol. 27, No. 6, Desember 2004, pp. 555-564. Indian Academy of Sciences.
- Page, J. F'Le. 1987. *Applied Heterogenous Catalysis. Design Manufacture Use Of Solid Catalysis.* Technip. Paris
- Palar, H. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat.* Jakarta : Rineka Cipta
- Prijatama, Herry. 1993. *Abu Terbang dan Pemanfaatannya.* Makalah Seminar Nasional Batubara Indonesia. UGM Yogyakarta 7-8 September 1983.
- Prowida, Pranoto dan Eddy Heraldly. 2003. *Karakteristik dan Aktivasi Alofan dengan HCl sebagai Adsorben Limbah Ion logam Berat Zn.* Jurnal Kimia Lingkungan Vol. 5. No. 1. Surakarta : UNS
- Putra, S.E. 2003. *Zeolit Sebagai Mineral Serba Guna, Universitas Lampung.* <http://www.chem-is-try.org>. 12 Februari 2009.
- Rahmi, Lilis A. 2006. *Pemanfaatan Abu Layang Batubara untuk Stabilisasi Ion Logam Besi (Fe<sup>3+</sup>) dan Seng (Zn<sup>2+</sup>) dalam Limbah Cair Buangan Industri.* Skripsi. Semarang: FMIPA UNNES
- Ribeiro F R., Alirio E. R., L. Deane Rollmann, and Claude Naccache. 1984. *Zeolite : Science and Technology.* Alcabideche : NATO ASI.

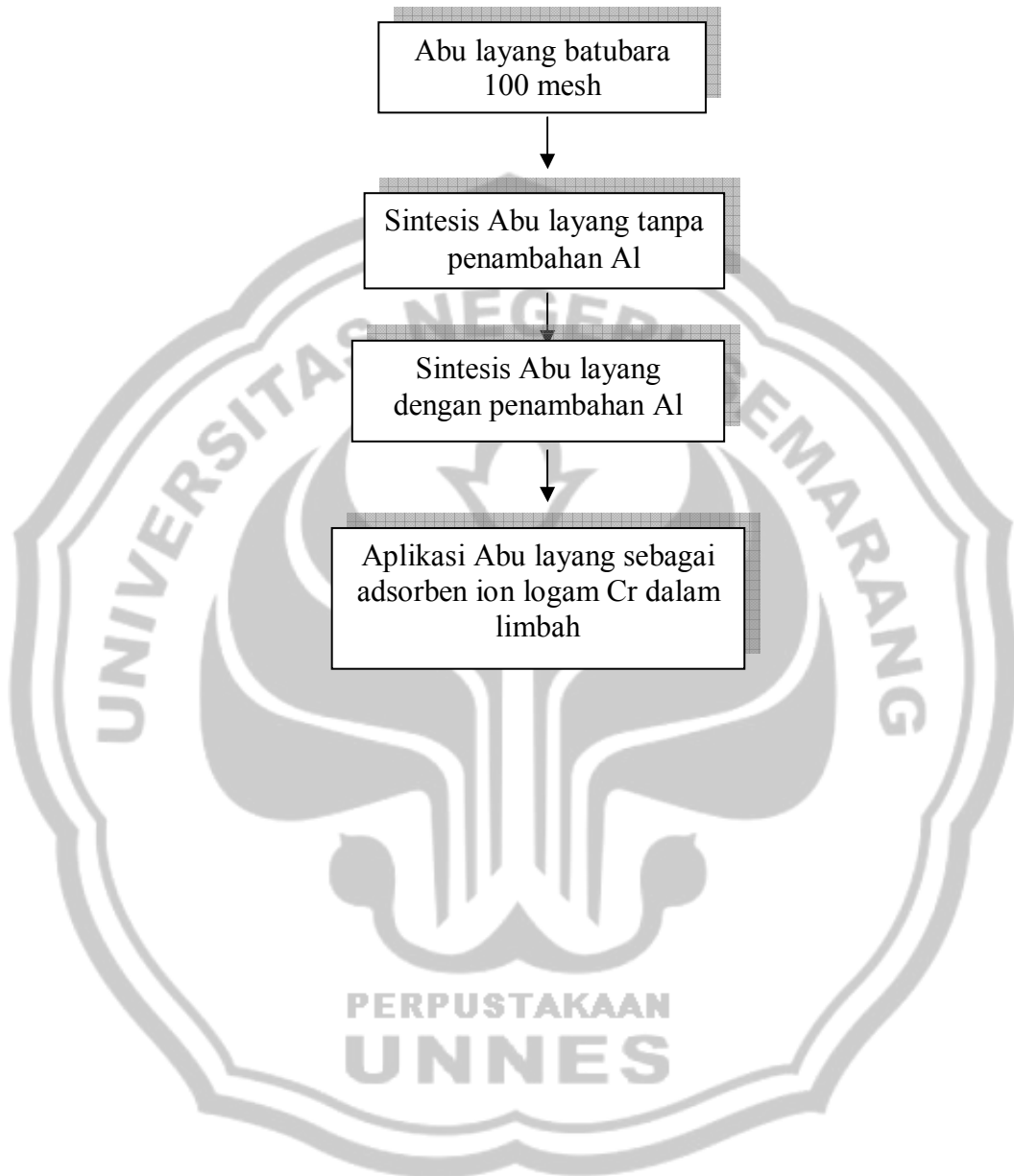
- Rodhie, Saputra. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*.  
<http://www.warmada.staff.ugm.ac.id/articles/rodhie-zeolit>. 7 januari 2009.
- Satrohamidjojo, Hardjono. 1992. *Spektroskopi Infra Merah*. Yogyakarta : Liberty.
- Schubert, Ulrich and Husing, Nicola. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of Germany. WILEY-VCH.
- Sudarno. 2008. *Pengaruh komposisi NaOH pada konversi abu layang batubara Paiton menjadi zolit A : Sintesis dan Karakterisasi*. Jurnal Penelitian Jurusan Kimia FMIPA. ITS 2008
- Sukardjo. 1984. *Kimia Anorganik*. Yogyakarta : Bina Aksara.
- Susilowati, Dwi, Yateman Aryanto dan Sutarno. 2000. *Pemanfaatan Abu Layang Sebagai Bahan Dasar Sintesis Zeolit dengan Metode Reaksi Hidrotermal Melalui Refluks HCl Sebagai Perlakuan Awal*. Prosiding Seminar Nasional Kimia VIII, 7 September. Yogyakarta
- Sutarno, Arryanto, Y. Dan Budhyantoro, A. 2004. *Sintesis Faujasit dari Abu Layang Batubara: Pengaruh Refluks dan Penggerusan Abu Layang Batubara Terhadap Kristalinitas Faujasit*. Jurnal Matematika dan Sains. Vol.9 No.3, Hal 285-290.
- Tri, Joko. 2003. *Penurunan Kromium (Cr) Dalam Limbah Cair Proses Penyamakan Kulit Menggunakan senyawa Alkali  $Ca(OH)_2$ , NaOH dan  $Na_2CO_3$  (Studi Kasus Di PT Tri Mulyo Kencana Mas Semarang)*. Jurnal Program Magister Kesehatan Lingkungan. UNDIP 2003
- Udaibah, W. 2007. *Preparasi, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Katalis  $Cr_2O_3$ -Zeolit dan Co-Zeolit Sebagai Katalitik Konverter Reduksi Nox*. Skripsi. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
- Ulfah, E.M, Yasnur, F.A, dan Istadi. 2006. *Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Responce Surface Methodology*. Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis,1(3),2006, 26-32.

- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimakro Terjemahan Setiono A dan Pudjaatmaka Hdyana*. Jakarta : PT Kalman Media Pustaka.
- Wahyudi, R.N. 2007. *Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Dari Abu Layang Batubara Dengan alkali Hidrotermal dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Ion Logam Besi(Fe) dan Seng (Zn) Dalam Limbah Cair*. Skripsi. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
- Wahyuni, Endang Tri. 2003. *Metode Difraksi Sinar-X*. Hand Out. Yogyakarta : Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia Universitas Gajah Mada.
- Wijaya, Karna., Iqmal Tahir, dan Ahmad Baikuni. 2002. *Sintesis Lempung Terpilar  $Cr_2O_3$  dan Pemanfaatannya sebagai Inang Senyawa pnitroanilin*. Indonesian Journal of Chemistry. Yogyakarta: Kimia FMIPA UGM
- Wongwiwattana, J. 2002. *Synthesis and Kinetic Study of Zeolite Na-A From Kaolin*. Thesis. Thailand. Suranaree University of Technology



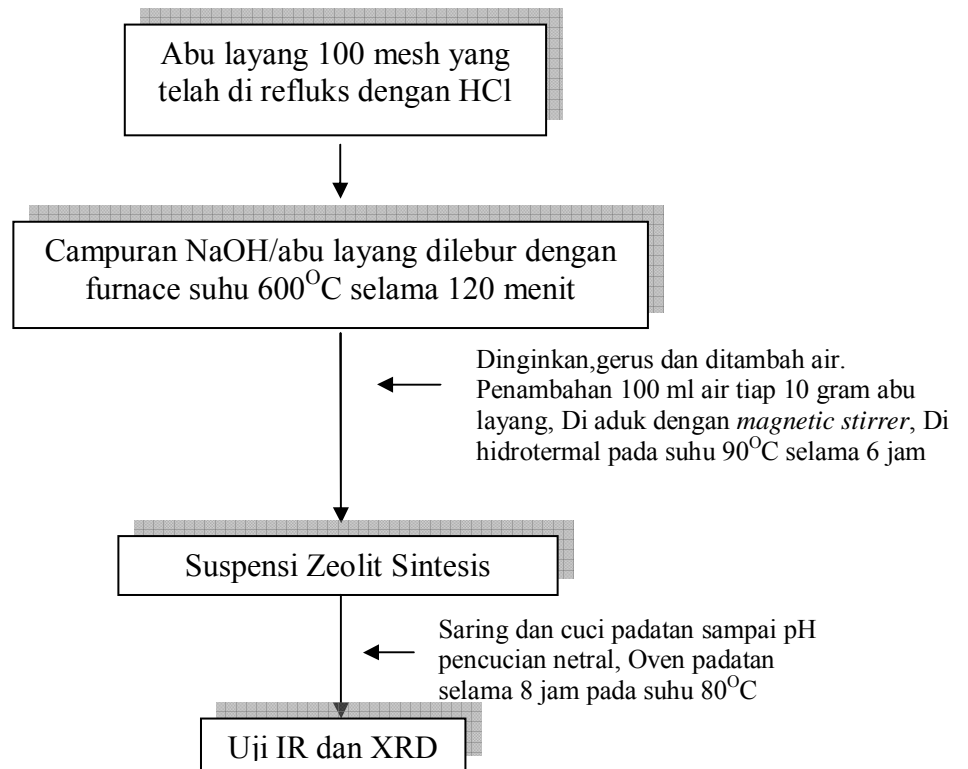
## Lampiran I

### Diagram Alir Prosedur Penelitian Secara Keseluruhan



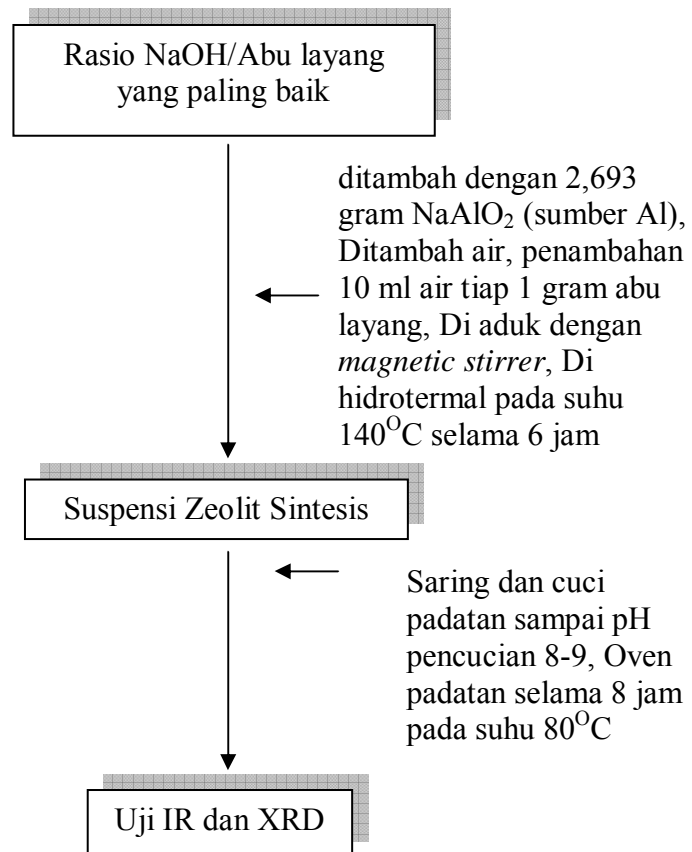
## Lampiran 2

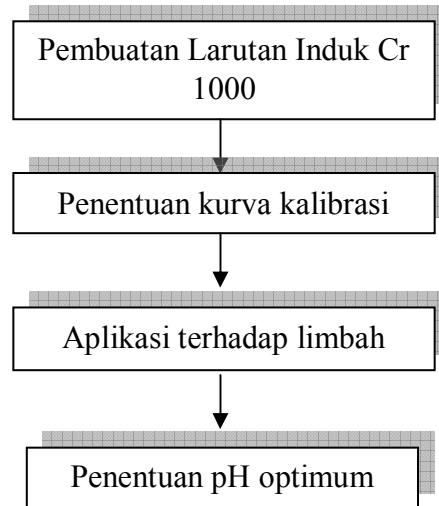
## Sintesis Abu layang tanpa penambahan Al



## Lampiran 3

## Sintesis Abu layang dengan penambahan Al



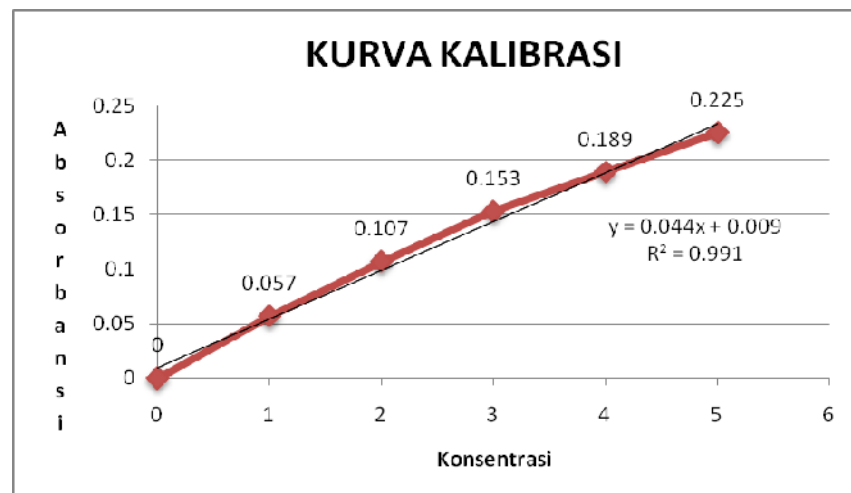
**Lampiran 4****Uji kemampuan adsorpsi zeolit sintesis sebagai adsorben ion logam Cr dalam limbah cair**

## Lampiran 5

### Data Adsorbansi Standar Cr Untuk Penentuan Kura Kalibrasi

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
1	0,057
2	0,107
3	0,153
4	0,189
5	0,225

### Kurva Kalibrasi Standar Cr



## Lampiran 6

### Data Perhitungan Penentuan Kemampuan Adsorpsi Ion Logam Cr Dalam Limbah Penyamakan Kulit Oleh Adsorben (25 ml; 1 gram; waktu kontak; 4 jam; konsentrasi awal 21,428 mg/L)

#### 1. pH 2

Sampel	Konsentrasi Akhir (Ct) (mg/L)	Kemampuan Adsorpsi (q)	Presentase Adsorpsi (%)
FA	18.159	0.0574	11.22
ZS-1	15.409	0.1261	24.67
ZS-2	14.500	0.1489	29.11
ZS-3	12.977	0.1869	36.56
ZS-4	15.068	0.1347	26.33

#### 2. Variasi pH

##### pada ZS-3

pH	Konsentrasi Akhir (Ct) (mg/L)	Kemampuan Adsorpsi (q)	Presentase Adsorpsi (%)
2	12.977	0.1869	43.47
4	8.955	0.5750	56.22
6	6.091	0.7182	70.22
8	10.682	0.4886	47.78
10	12.409	0.4023	39.33

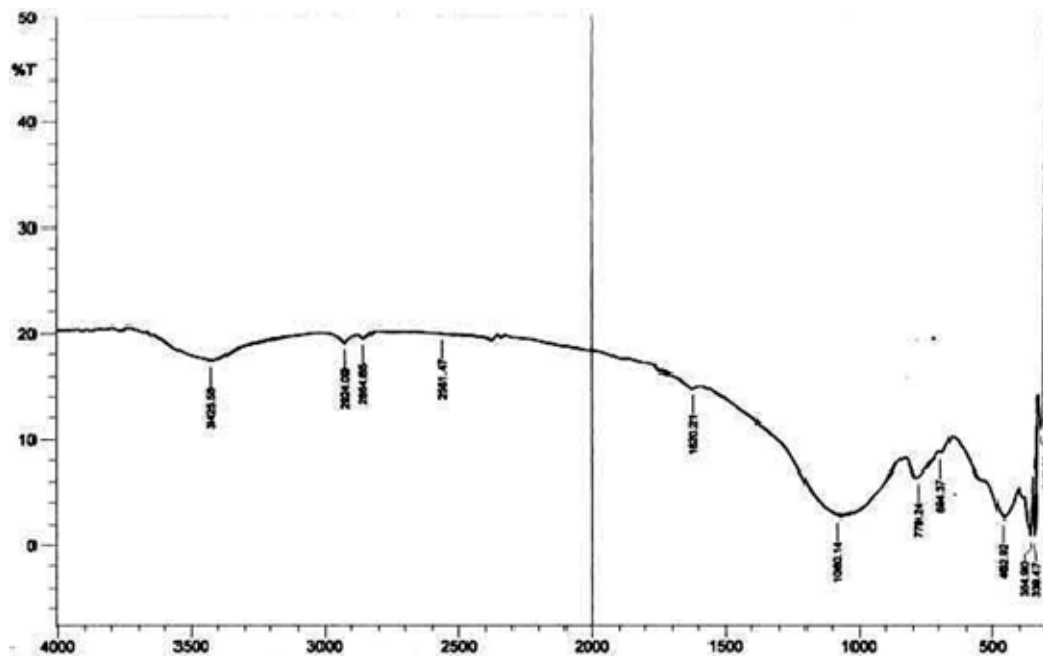
#### 3. Variasi pH

##### pada ZS-3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub>

pH	Konsentrasi Akhir (Ct) (mg/L)	Kemampuan Adsorpsi (q)	Presentase Adsorpsi (%)
2	12.432	0.4011	39.22
4	8.091	0.6182	60.44
6	4.386	0.8034	78.56
8	10.205	0.5125	50.11
10	11.364	0.4545	44.44

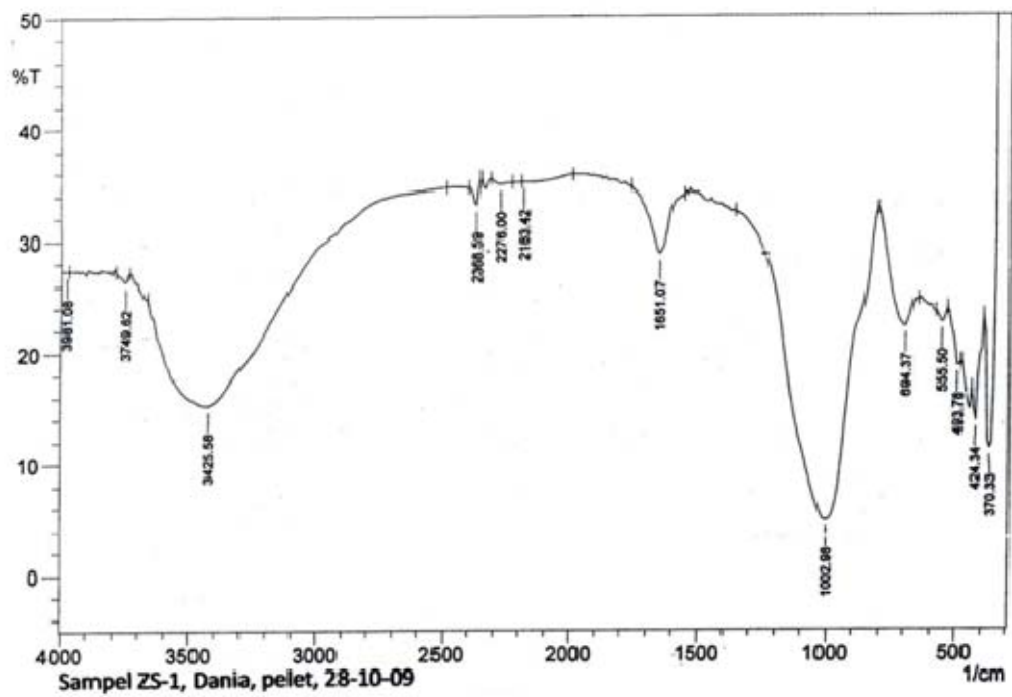
## Lampiran 7

### Spektra Infra Merah (IR) Abu Layang Suralaya



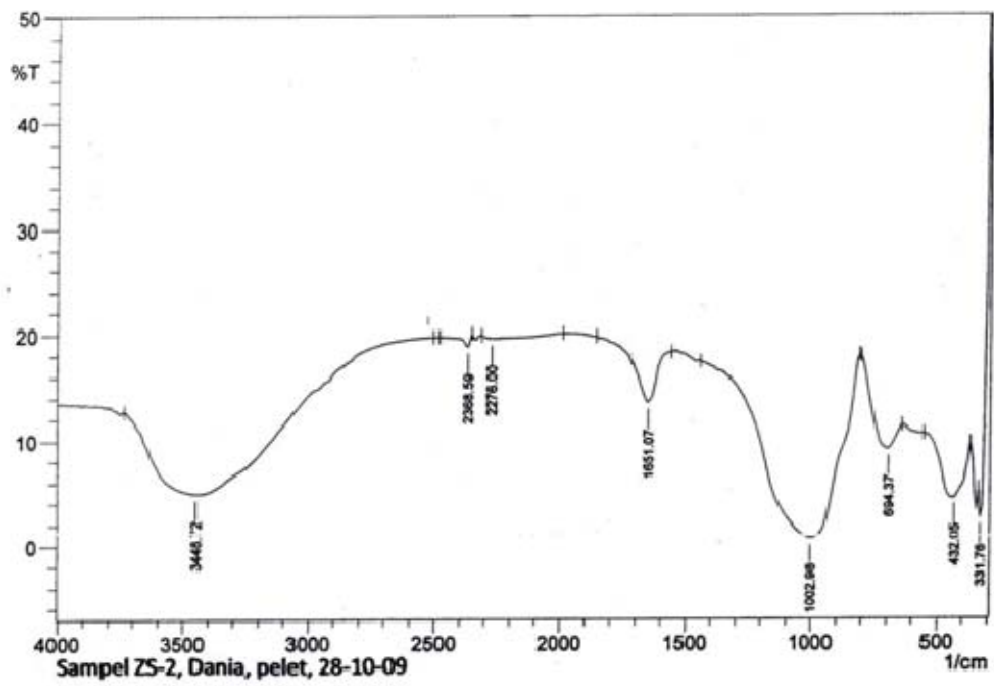
## Lampiran 8

### Spektra Infra Merah (IR) Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,0 (ZS-1)

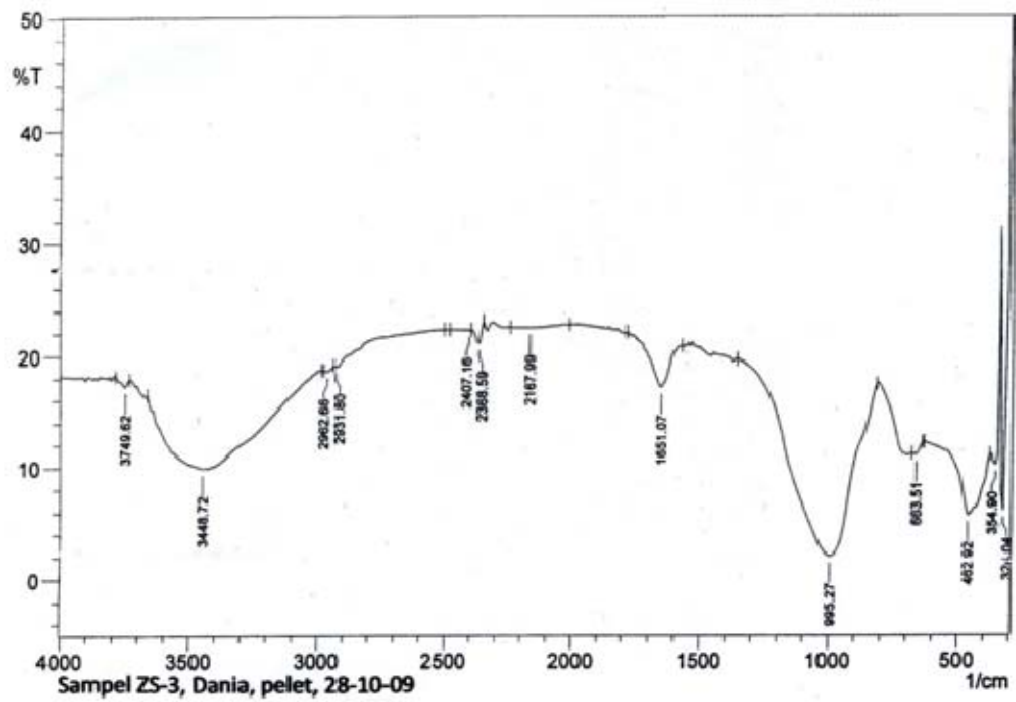






**Lampiran 9****Spektra Infra Merah (IR) Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,2  
(ZS-2)**

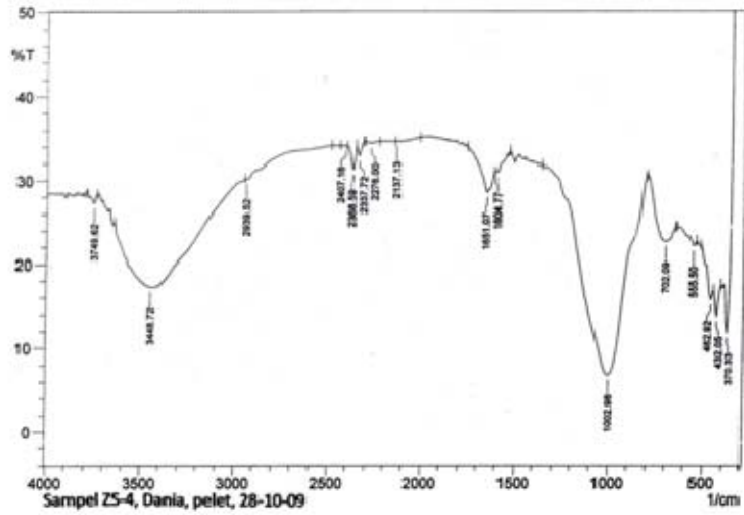


**Lampiran 10****Spektra Infra Merah (IR) Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,3****(ZS-3)**



## Lampiran 11

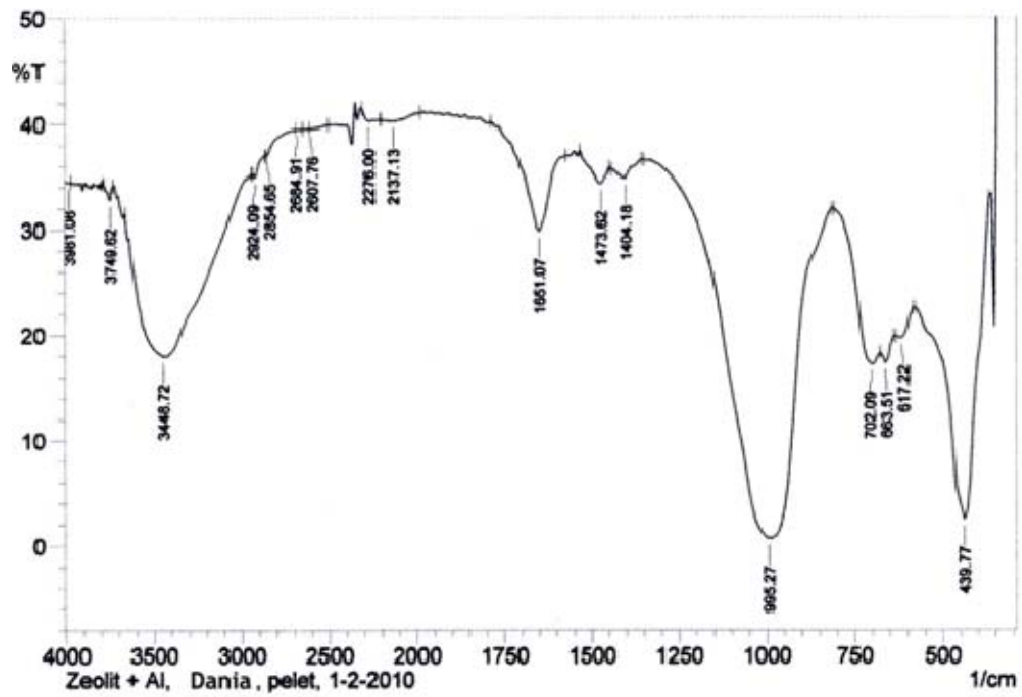
### Spektra Infra Merah (IR) Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,4 (ZS-4)





## Lampiran 12

### Spektra Infra Merah (IR) Sintesis Abu Layang Rasio NaOH/Abu Layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5)

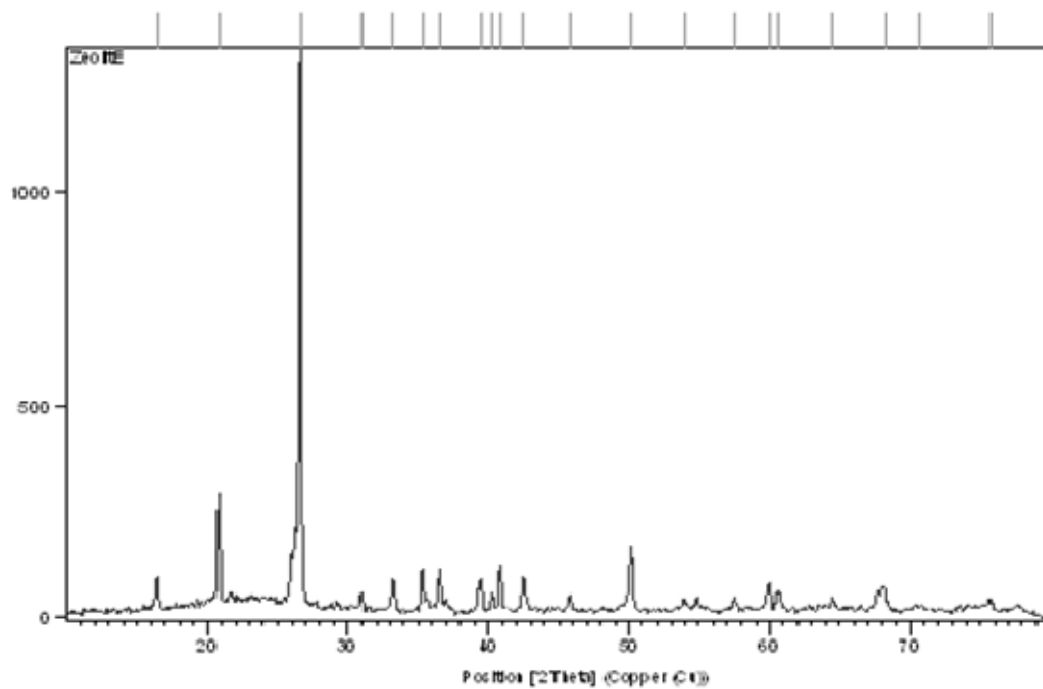






### Lampiran 13

#### Difraktogram Abu layang PLTU Suralaya



#### Pattern List

Visible	Ref.Code	Score	Compound Name
Displ.[°2Th]	Scale	Fac.	Chem. Formula
*	01-070-3755	80	Quartz
0.000	0.990	Si O2	
*	01-074-4145	49	Aluminum silicon o..
0.000	0.119	Al4.64 Si1.36 O9.68	

**Lampiran 14****Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1)**

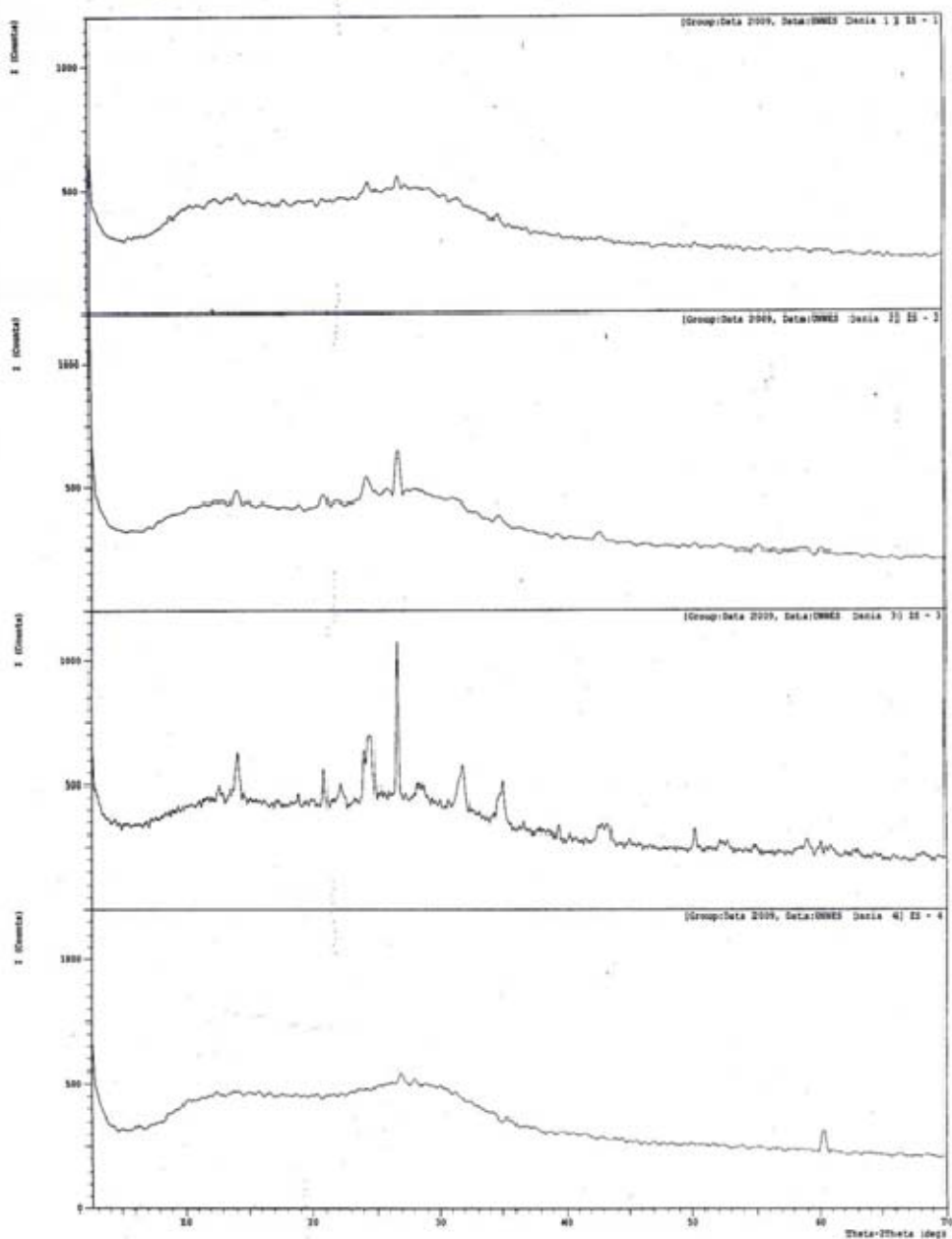
**Lampiran 15****Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,2 (ZS-2)**

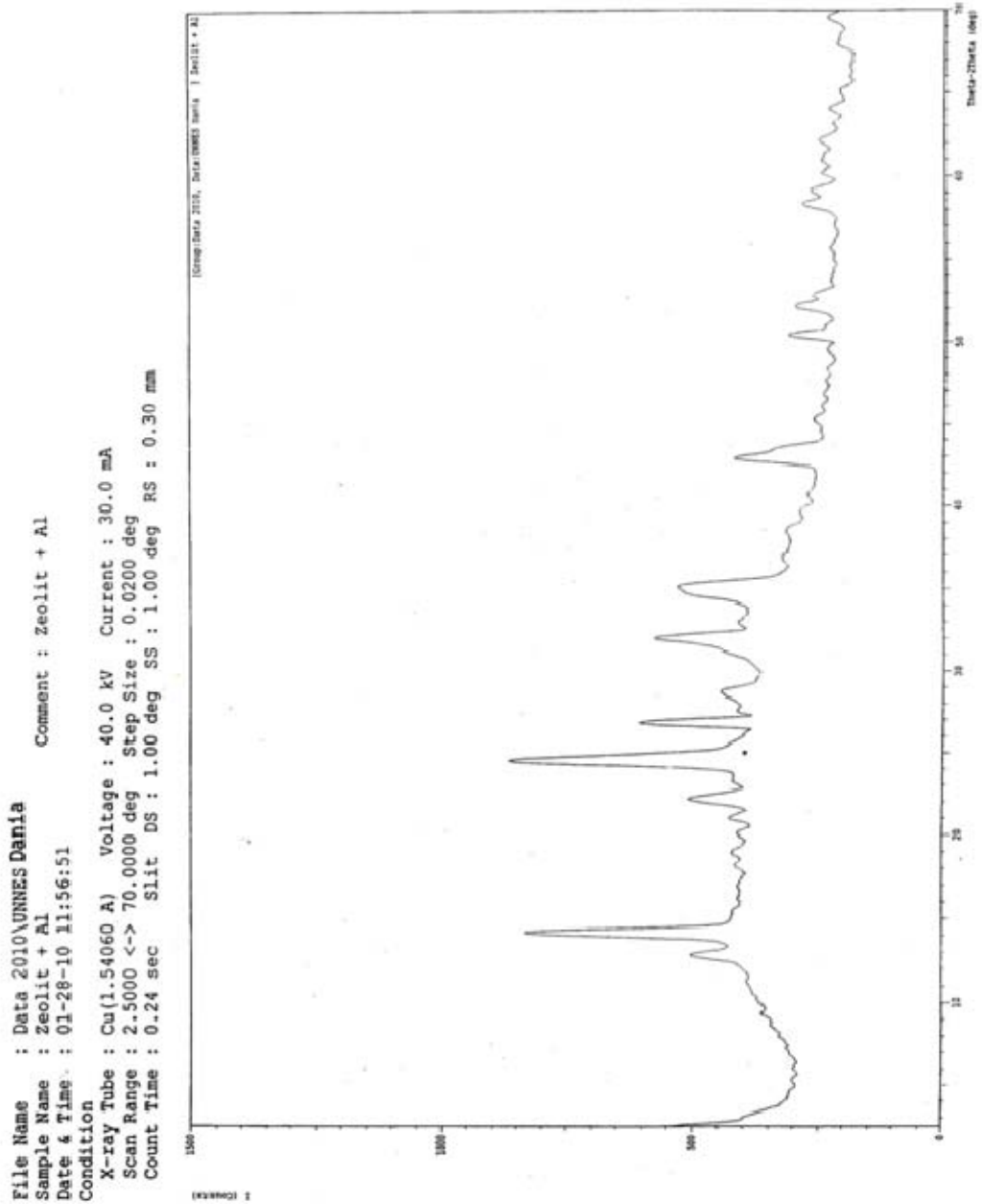
**Lampiran 16****Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,3 (ZS-3)**

**Lampiran 17****Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,4 (ZS-4)**

## Lampiran 18

Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,0 (ZS-1), 1,2 (ZS-2), 1,3 (ZS-3), 1,4 (ZS-4)



**Lampiran 19****Difraktogram Sintesis Abu layang dengan Rasio NaOH/abu layang 1,3 dengan penambahan NaAlO<sub>2</sub> (ZS-5)**



**Lampiran 20**  
**Hasil Pengujian AAS dari Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UNDIP**

**Lampiran 21****Perhitungan Rasio NaOH/Abu layang yang ditambahkan**  
Jumlah NaOH dan Abu layang yang di campurkan 60 gram

- Untuk rasio NaOH/abu layang 1,0

$$1,0 = \frac{10}{10} = \frac{\text{NaOH}}{\text{Abu layang}}$$

$$\text{NaOH} = \frac{10}{20} \times 60 \text{ gram} = 30 \text{ gram}$$

$$\text{Abu layang} = \frac{10}{20} \times 60 \text{ gram} = 30 \text{ gram}$$

- Untuk rasio NaOH/abu layang 1,2

$$1,2 = \frac{12}{10} = \frac{\text{NaOH}}{\text{Abu layang}}$$

$$\text{NaOH} = \frac{12}{22} \times 60 \text{ gram} = 32,73 \text{ gram}$$

$$\text{Abu layang} = \frac{10}{22} \times 60 \text{ gram} = 27,27 \text{ gram}$$

- Untuk rasio NaOH/abu layang 1,3

$$1,3 = \frac{13}{10} = \frac{\text{NaOH}}{\text{Abu layang}}$$

$$\text{NaOH} = \frac{13}{23} \times 60 \text{ gram} = 33,9 \text{ gram}$$

$$\text{Abu layang} = \frac{10}{23} \times 60 \text{ gram} = 26,1 \text{ gram}$$

- Untuk rasio NaOH/abu layang 1,4

$$1,4 = \frac{14}{10} = \frac{\text{NaOH}}{\text{Abu layang}}$$

$$\text{NaOH} = \frac{14}{23} \times 60 \text{ gram} = 35 \text{ gram}$$

$$\text{Abu layang} = \frac{10}{23} \times 60 \text{ gram} = 25 \text{ gram}$$

**Lampiran 22****Perhitungan Jumlah NaAlO<sub>2</sub> yang ditambahkan**

kandungan utama pada abulayang Suralaya yaitu SiO<sub>2</sub> sebesar 62,98 %, dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

sebesar 26,73 (Jumaeri dkk, 2008)

- Si dalam SiO<sub>2</sub> =  $\frac{28}{60} \times 62,98 \% = 29,4$

$$\text{Al dalam Al}_2\text{O}_3 = \frac{54}{102} \times 26,73 \% = 14,15$$

$$\text{Si: Al} = 29,4 : 14,15 = 2 : 1$$

- ZS-3 + NaAlO<sub>2</sub>

ZS-3 dicampurkan = 2 gram

$$\text{Si dalam 2 gram ZS-3} = \frac{2}{3} \times 2 \text{ gram} = 1,33$$

$$\text{Al dalam 2 gram ZS-3} = \frac{1}{3} \times 2 \text{ gram} = 0,67$$

- Al yang ditambahkan agar rasio Si/Al = 1,5 jika Si = 1,33

$$\text{Maka, Al} = \frac{2}{3} \times 1,33 = 0,8867$$

- NaAlO<sub>2</sub> yang ditambahkan

$$\frac{\text{BM}}{\text{Ar Al}} \times 0,8867 = \frac{82}{27} \times 0,8867 = 2,693 \text{ gram}$$

**Lampiran 23****Pembuatan Larutan Induk Cr 1000 dalam 50 ml  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$** 

$$1000 \text{ ppm} = \frac{1 \text{ gram}}{1000 \text{ ml}}$$

$$\frac{1}{1000} = \frac{X}{50 \text{ ml}}$$

$$X = \frac{50}{1000} = 0,05$$

$$\begin{aligned} \text{Gram } \text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} &= \frac{\text{Mr } \text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}}{\text{Ar Cr}} \times 0,05 \text{ gram} \\ &= \frac{391}{52} \times 0,05 \text{ gram} \\ &= 0,3759 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jadi, 0,3759 gram  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml, kemudian ditambah aquades sampai tanda batas.

**Lampiran 24**  
**Foto-Foto Penelitian**



Gambar 1. Abu layang Batubara Suralaya 100 mesh



Gambar 2. Tempat pelarutan Abu layang dan NaOH



Gambar 3. Proses Furnace Abu Layang/NaOH



Gambar 4. Hasil Furnace Abu Layang/NaOH sebelum dan setelah di haluskan



Gambar 5. Proses *stirrer* Abu Layang



Gambar 6. Proses Hidrotermal Abu Layang/NaOH



Gambar 7. Proses Penetralan pH



Gambar 8. Hasil Zeolit Sintesis



Gambar 9. Proses Adsorpsi Zeolit Sintesis pada Limbah di *shaker* selama 4 jam



Gambar 10. Sampel siap di uji AAS