

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Perlakuan Awal dan Karakteristik Abu Batubara

Abu batubara yang digunakan untuk penelitian ini terdiri dari 2 jenis, yaitu abu batubara hasil pembakaran di boiler tungku *pulverized* (Abu 1) dan abu batubara dari hasil pembakaran di boiler tungku jenis *chain grate* (Abu 2). Abu 1 mempunyai karakteristik ukuran yang hampir seragam dan sudah sangat halus dengan diameter sekitar 200 mesh (74 μm) sehingga tidak perlu dilakukan proses penghancuran. Abu 2 mempunyai ukuran yang relatif besar dengan rentang diameter yang besar. Hasil proses grinding Abu 2 yang dilakukan cukup efektif dimana pada awalnya fraksi terbesar abu (21,05%) mempunyai ukuran lebih dari 2 mm, sedangkan setelah dilakukan penghancuran menunjukkan bahwa fraksi terbesar abu (45,45%) mempunyai ukuran $- 0,355 \text{ mm} + 0,2 \text{ mm}$ atau rata-rata mempunyai diameter 0,2775 mm seperti disajikan di Tabel 4.1.

Pengurangan pengotor abu dari fraksi magnetik (Fe_2O_3) dengan metode pemisahan dengan magnet menunjukkan fraksi magnetik yang terpisahkan untuk abu 1 sebesar 3,53 % sedangkan untuk Abu 2 sebesar 6,62 %. Pemisahan magnet ini telah menurunkan fraksi massa Fe_2O_3 untuk kedua jenis abu seperti terlihat di Tabel 4.2. Tetapi nilai penurunannya tidak sebesar persentase fraksi massa magnetik yang terpisahkan. Sebagai contoh pada Abu 2, fraksi magnetik yang terpisahkan sebesar 6,62 % sedangkan penurunan komposisi Fe_2O_3 di Abu 2 setelah perlakuan awal cukup kecil hanya 0,4% karena abu masih mengandung Fe_2O_3 sebesar 3,9%. Hal ini diperkirakan karena fraksi magnetik yang terpisahkan atau tertarik magnet tidak hanya senyawa Fe_2O_3 saja tetapi juga senyawa lain

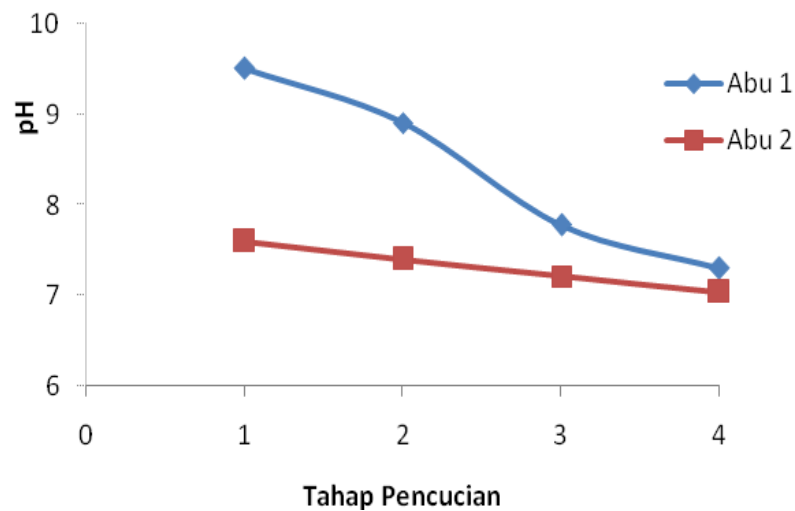
yang menyatu dengan fraksi Fe_2O_3 . Percobaan pendahuluan yang dilakukan Shcherban (1996) juga mendapatkan hasil yang hampir sama yaitu menghasilkan fraksi tertarik magnet (2,12 – 5 %) dengan kandungan Fe_2O_3 sebesar 60-62 % sedangkan abu batubara masih mengandung 2,6 - 3,6 % Fe_2O_3 .

Tabel 4.1 Distribusi Ukuran Partikel Abu 2

Ukuran Ayakan	Persen Berat Abu (%)	
	Sebelum Grinding	Setelah Grinding
+ 2 mm	21,05	0,051
- 2 mm + 1,4 mm	9,79	0,12
- 1,4 mm + 1 mm	10,95	0,6
- 1 mm + 0,63 mm	14,56	16,73
- 0,63 mm + 0,355 mm	13,21	4,44
- 0,355 mm + 0,2 mm	12,45	45,45
- 0,2 mm + 0,112 mm	10,59	30,36
- 0,112 mm + 0,05 mm	7,4	2,24

Proses pencucian abu selama 4 tahap pencucian telah menurunkan kandungan senyawa CaO , Na_2O , dan K_2O karena bereaksi dengan air membentuk senyawa basanya yaitu $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH , dan KOH . Nilai kelarutan senyawa tersebut dalam air cukup tinggi, seperti $\text{Ca}(\text{OH})_2$ mempunyai kelarutan 2.390 mg/L, NaOH sebesar 370.000 mg/L, dan KOH mempunyai kelarutan 103 mg/L. Proses pencucian menyebabkan larutan pencucian akan mempunyai kondisi basa dan berangsur mendekati netral pada saat pencucian keempat seperti terlihat di Gambar 4.1. Landman (2003) menyebutkan bahwa komponen Ca^{2+} , K^+ , dan Na^+ merupakan konstituen terlarut yang ditemukan dalam suspensi abu batubara dalam air yang memberikan nilai pH ke arah basa. Nilai pH awal pada pencucian Abu 1 cukup besar (pH= 9,51) dibandingkan dengan nilai pH di Abu 2 (pH= 7,6).

Hal ini karena difusi pelarut air ke Abu 1 yang berukuran kecil (200 mesh) akan lebih mudah dan cepat sehingga proses pelarutan dan reaksi senyawa-senyawa oksida akan lebih mudah terjadi di abu yang ukurannya kecil dibandingkan dengan Abu 2 yang mempunyai ukuran lebih besar.



Gambar 4.1 Penurunan pH Selama Tahap Pencucian Abu

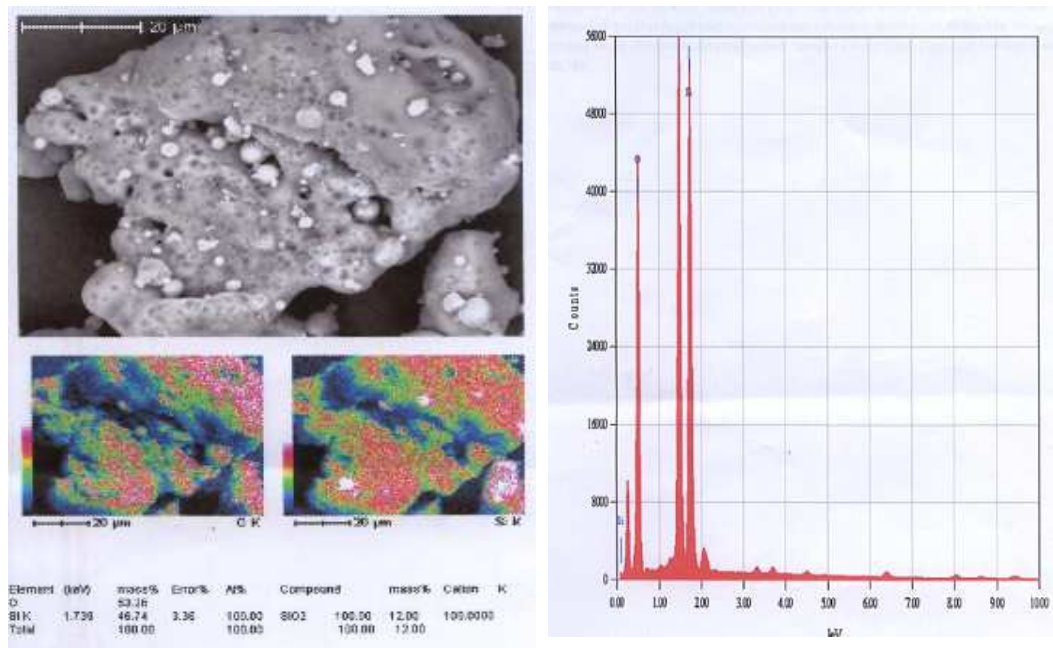
Komposisi kimia Abu 1 dan Abu 2 disajikan di Tabel 4.2. Parameter kimia yang sangat membedakan antara Abu 1 dan Abu 2 adalah kandungan karbon atau LOI (*loss on ignition*). LOI merupakan karbon yang tidak terbakar pada saat terjadi proses pembakaran di tungku boiler. Batubara yang biasanya digunakan untuk pembakaran di boiler tungku chain grate mempunyai ukuran yang besar antara 1- 5 cm sehingga pada saat pembakaran masih ada batubara yang tidak terbakar yang ditunjukkan dengan nilai LOI yang besar (35,42%). Pembakaran di boiler tungku *pulverized* menggunakan batubara serbuk dengan ukuran sekitar 150 mesh (0,104 mm) sehingga karbon yang terkandung hampir semuanya terbakar dan nilai LOI abu rendah yaitu 3,66%.

Analisis struktur padatan silika dalam abu batubara menunjukkan bahwa Abu 1 mempunyai silika dengan struktur *amorphous* jauh lebih besar (95,3 %) dibandingkan yang struktur kristal (4,7 %). Sedangkan Abu 2 mengandung silika dengan struktur kristal sebanyak 51,85 % dan sisanya *amorphous* sebanyak 48,15 %. Silika berbentuk *amorphous* mempunyai kereaktifan kimia yang tinggi dibandingkan dalam bentuk kristalnya sehingga lebih mudah bereaksi dengan senyawa lain untuk proses pemungutan. Hasil analisis struktur padatan Abu 1 tersebut berbeda dengan yang diperoleh Bruce (2004) yang meneliti komposisi campuran *fly ash* dan *bottom ash* dari PLTU Wisconsin *Electric Coal Combustion* menunjukkan kadar *amorphous* silika 20-60 % sedangkan *crystalline* silika 0-10 %. Shcherban (1996) mendapatkan kandungan *glassy phase* (SiO_2 dan campuran) yang merupakan senyawa berbentuk *amorphous* sebesar 48 – 51 %.

Tabel 4.2 Komposisi Kimia Abu Batubara

No	Parameter	Kadar basis kering (% berat)			
		Abu1		Abu 2	
		Sebelum perlakuan awal	Setelah perlakuan awal	Sebelum perlakuan awal	Setelah perlakuan awal
1	SiO_2	56,3	56,9	40,1	40,22
2	Al_2O_3	25,2	23,3	16,11	15,95
3	Fe_2O_3	6,38	3,1	4,3	3,9
4	CaO	1,77	1,4	1,43	1,38
5	MgO	1,24	0,86	0,8	0,7
6	Na_2O	0,58	0,78	0,36	0,33
7	TiO_2	0,25	1,87	0,1	0,11
8	K_2O	1,12	0,89	1,34	1,3
9	Carbon/LOI	3,66	2,71	35,55	35,42

Hasil analisis struktur padatan menggunakan peralatan SEM JEOL JSM6360LA dengan metode *X Ray Mapping* untuk Abu 1 disajikan di Gambar 4.2. Gambar diambil dengan perbesaran 150 kali. Silika dalam Abu 1 berbentuk *amorphous* seperti terlihat dalam partikel yang terdeteksi merupakan partikel dengan permukaan berpori yang merupakan ciri dari struktur *amorphous*.



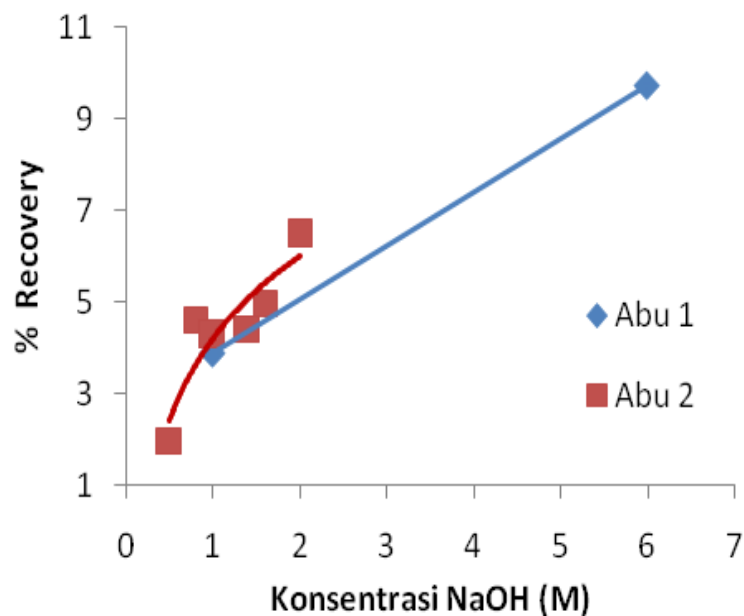
Gambar 4.2 Analisis SEM Abu 1

4.2 Pengaruh Konsentrasi Molar NaOH

Proses pemungutan silika dilakukan dengan mereaksikan abu batubara dengan larutan NaOH. Percobaan pemungutan silika dari Abu 1 dengan larutan NaOH dilakukan dengan 2 jenis konsentrasi NaOH yaitu 1 M dan 6 M. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa proses pemungutan dengan NaOH 6 M akan menghasilkan persen pemungutan silika yang lebih besar dibandingkan dengan larutan NaOH 1 M. Konsentrasi NaOH yang lebih pekat akan mampu mendorong terjadinya proses reaksi antara silika dengan NaOH. Fenomena yang sama

ditunjukkan pada saat percobaan menggunakan Abu 2 seperti disajikan di Gambar 4.3. Konsentrasi larutan NaOH juga akan mempengaruhi pH campuran reaksi. Kalapathy U (2002) menyatakan bahwa nilai kelarutan silika amorf rendah pada kondisi pH kurang dari 10 dan akan meningkat pada pH lebih dari 10. Semakin tinggi kelarutan silika dalam larutan NaOH akan semakin mempermudah reaksi antara silika dengan NaOH.

Pada saat menggunakan larutan NaOH 4 M sebanyak 100,6 mL yang dicampur dengan 120 g Abu 2 untuk mendapatkan rasio molar NaOH terhadap SiO_2 sebesar 0,5 dihasilkan suatu campuran reaksi yang pekat (bentuk *slurry*). Padatan Abu 2 yang berukuran besar mempunyai pori yang banyak dan bersifat menyerap air, sehingga pada saat dicampur dengan larutan NaOH akan terjadi proses penyerapan fasa cair ke padatan abu. Kondisi ini menyebabkan fasa campuran reaksi menjadi berbentuk *slurry* sehingga tidak memungkinkan dilakukan pengadukan dan pemisahan filtrat hasil reaksi. Hal ini juga terjadi pada saat percobaan dengan NaOH 5M.



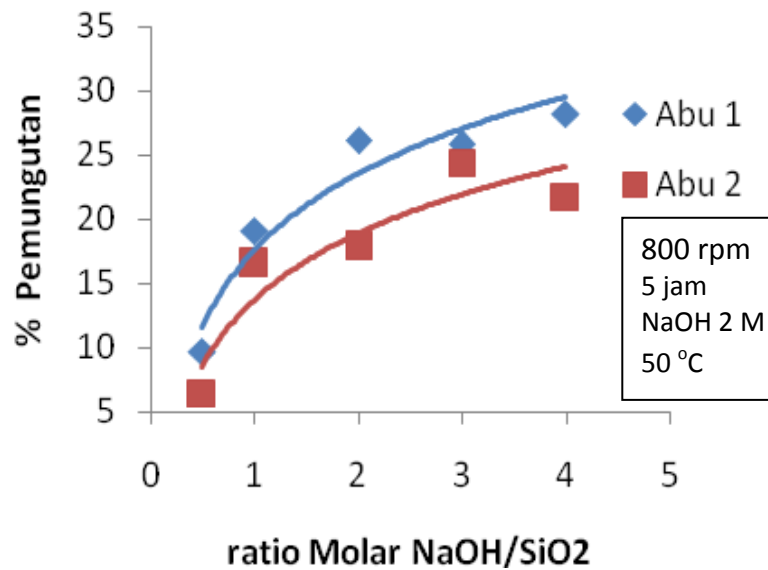
Gambar 4.3 Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Pemungutan Silika

Perubahan campuran reaksi menjadi bentuk slurry ini tidak terjadi dalam Abu 1 yang mempunyai ukuran sangat kecil sehingga hanya sedikit fasa cair yang menyerap dalam padatan abu. Berdasarkan percobaan yang dilakukan untuk Abu 1 didapatkan bahwa volume filtrat yang dihasilkan rata-rata berkurang 10 % dari volume cairan reaktan awal, sedangkan dalam percobaan Abu 2 pengurangan volume filtrat bisa mencapai rata-rata 30 % sehingga campuran reaktan menjadi sangat pekat. Berdasarkan percobaan variasi konsentrasi molar NaOH didapatkan bahwa konsentrasi NaOH yang optimum untuk Abu 1 sebesar 6 M sedangkan untuk Abu 2 sebesar 2 M.

4.3 Pengaruh Rasio Molar NaOH/SiO₂

Dalam reaksi pembentukan 1 mol natrium silikat secara teoritis menurut persamaan stoikiometri reaksi dibutuhkan 2 mol NaOH. Tetapi reaksi kimia dilaksanakan pada kondisi salah satu reaktan berlebih untuk meningkatkan laju difusi NaOH dari *bulk* cairan ke dalam pori abu dan menghasilkan tumbukan reaksi antara reaktan yang lebih besar. Percobaan variasi rasio molar reaktan dilakukan untuk mendapatkan rasio reaktan yang optimum pada kondisi variabel waktu reaksi, kecepatan pengadukan, suhu, dan ukuran abu yang konstan. Percobaan dilakukan pada kondisi konsentrasi molar NaOH tetap tetapi volume larutan NaOH yang digunakan berubah untuk mencapai ratio molar yang ditentukan. Oleh karena itu dalam percobaan ini volume total campuran reaksi untuk setiap percobaan tidak sama. Berdasarkan Gambar 4.4, setiap kenaikan rasio molar reaktan, baik untuk Abu 1 maupun Abu 2, akan meningkatkan persen pemungutan silika dan kenaikan ini akan cenderung konstan mencapai nilai persen pemungutan sekitar 26 % pada nilai rasio molar 4. Kenaikan rasio molar selanjutnya tidak akan meningkatkan persen pemungutan karena reaksi kimia juga tergantung dari jumlah mol kedua reaktan.

Pengaruh variasi rasio molar NaOH/SiO₂ dalam pemungutan silika dari abu sekam padi sudah dipelajari oleh Foletto (2006). Percobaan dilaksanakan dengan mereaksikan abu sekam padi dengan larutan NaOH encer dengan rasio molar reaktan NaOH/SiO₂ sebesar 1, 2, 3, dan 4.

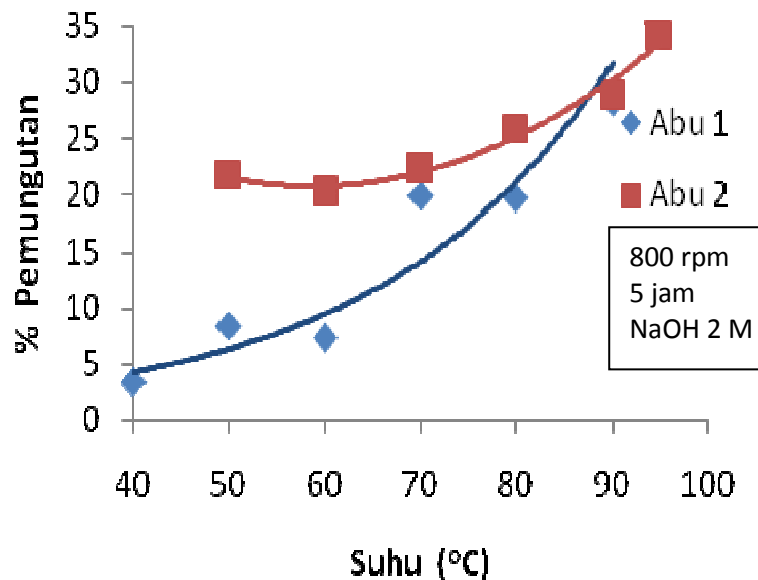


Gambar 4.4 Pengaruh Rasio Molar NaOH/SiO₂ Terhadap Pemungutan Silika

Hasil yang dicapai Foletto menunjukkan bahwa rasio molar reaktan hampir tidak mempengaruhi persen pemungutan silika dan persen konversi silika yang tinggi antara 50 – 92 %. Hasil penelitian Folleto ini berbeda dengan penelitian pemungutan silika dari abu batubara ini baik dari pengaruh rasio molar reaktan maupun tingkat konversi silika yang dicapai. Karakteristik abu sekam padi mempunyai komposisi silika sangat tinggi (lebih dari 94 %), kandungan logam yang kecil, dan struktur padatan amorf yang berpori banyak. Karakteristik tersebut menjadikan reaksi NaOH dengan silika dari abu sekam padi relatif mudah dan cepat sehingga tidak diperlukan NaOH berlebih untuk meningkatkan reaksi silika dengan NaOH.

4.4 Pengaruh Suhu Reaksi

Pengaruh suhu reaksi dalam pemungutan silika disajikan dalam Gambar 4.5. Percobaan dengan dua jenis abu batubara menunjukkan bahwa pada rentang suhu 40 – 95 °C, semakin tinggi suhu reaksi akan diperoleh persen pemungutan silika yang semakin banyak dan akan semakin besar jika suhu terus dinaikkan. Persen pemungutan maksimal yang bisa diperoleh dari Abu 1 pada suhu 90 °C sebesar 28,23 % sedangkan pada Abu 2 dengan suhu 95 °C sebesar 34,06 %. Percobaan dilakukan pada suhu maksimal 95 °C karena dalam kondisi percobaan dengan tekanan 1 atmosfer tidak mungkin bisa dicapai suhu reaksi di atas 95 °C. Kenaikan suhu reaksi akan meningkatkan laju difusi pelarut NaOH ke dalam pori padatan abu dan meningkatkan konstanta kecepatan reaksi sesuai dengan persamaan Arrhenius yang selanjutnya akan meningkatkan jumlah reaktan yang bereaksi.



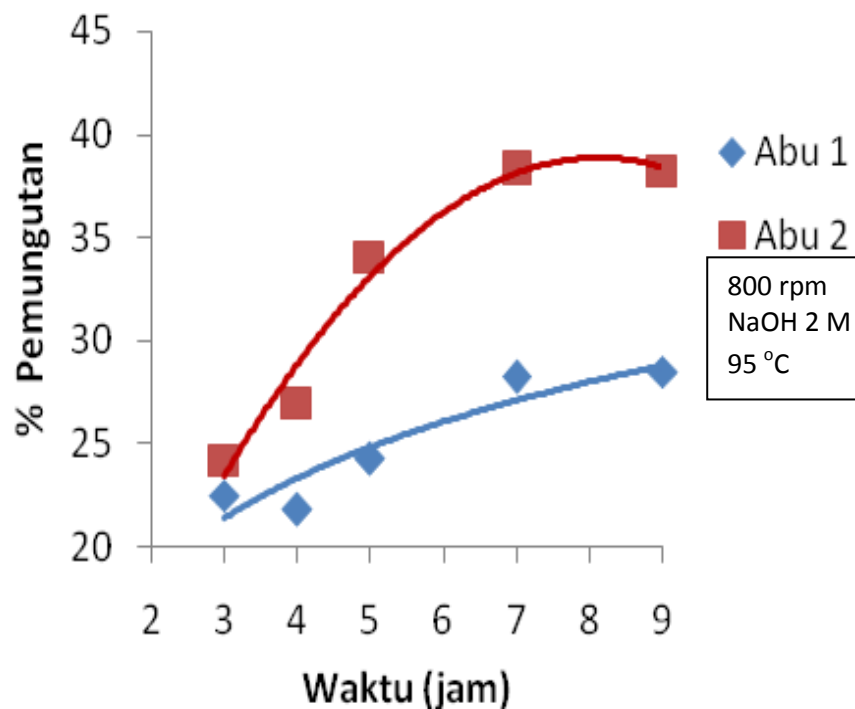
Gambar 4.5 Pengaruh Suhu Reaksi Terhadap Pemungutan Silika

Dalam percobaan dengan variasi suhu diperoleh persen pemungutan silika untuk Abu 2 selalu lebih besar dibandingkan jika menggunakan reaktan Abu 1. Hal ini membuktikan bahwa reaksi silika di Abu 2 lebih mudah berlangsung karena struktur padatan yang lebih porus dan Abu 2 dihasilkan dari pembakaran boiler dengan suhu 600 °C yang jauh lebih rendah dari Abu 1 sehingga menghasilkan abu dengan kereaktifan kimia yang lebih besar sehingga mudah bereaksi.

4.5 Pengaruh Waktu Reaksi

Percobaan pengaruh waktu reaksi dilakukan dengan memvariasikan waktu reaksi yaitu; 3, 4, 5, 7, dan 9 jam. Pengaruh waktu reaksi terhadap persen pemungutan silika disajikan dalam Gambar 4.6. Kenaikan waktu reaksi dari 3 ke 4 jam tidak banyak mempengaruhi reaksi pemungutan silika. Pada rentang kenaikan dari 4 ke 7 jam reaksi didapatkan kenaikan persen pemungutan yang cukup signifikan. Pada waktu reaksi 7 jam akan diperoleh persen pemungutan Abu 1 sebesar 28,23 % dan Abu 2 sebesar 38,29 %. Pada saat waktu reaksi dinaikkan menjadi 9 jam, kenaikan persen pemungutan tidak signifikan dan hampir konstan, sehingga waktu optimum yang diperoleh adalah 7 jam baik untuk Abu 1 dan Abu 2. Persen pemungutan silika dari Abu 2 lebih tinggi dibandingkan dengan Abu 1 untuk semua kondisi waktu reaksi seperti yang terjadi pada percobaan dengan variasi suhu reaksi (Gambar 4.5).

Waktu reaksi yang dibutuhkan untuk pemungutan silika dari abu batubara lebih lama dibandingkan dari bahan baku abu sekam atau tanah liat. Selain itu nilai pemungutan silika yang didapatkan juga lebih rendah. Foletto (2006) melakukan pemungutan silika dari abu sekam selama 30 menit untuk menghasilkan konversi silika antara 50 -92 %.



Gambar 4.6 Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Pemungutan Silika

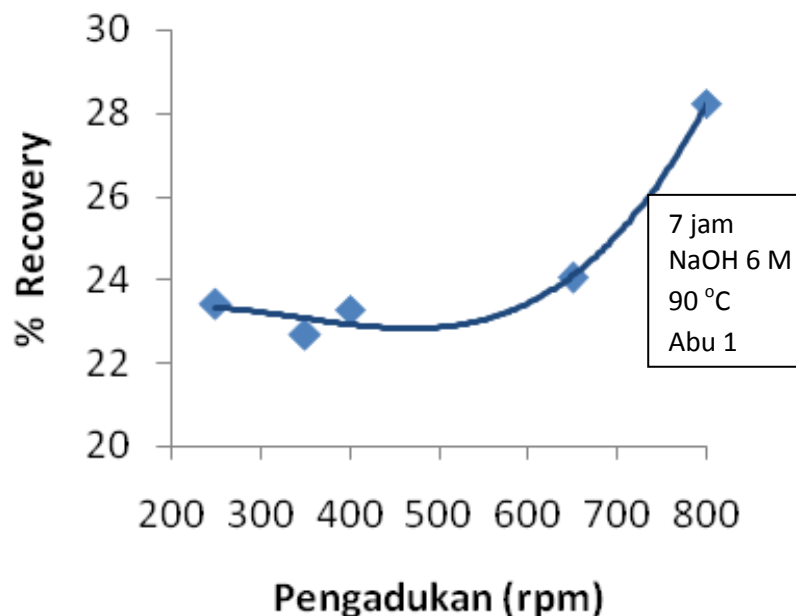
Park Kyun Young (1997) melakukan penelitian pemungutan silika dari residu pengambilan alumina dari tanah liat yang mengandung silika sebesar 79,58%. Pemungutan silika yang dihasilkan dari proses reaksi selama 1 jam pada suhu 60 °C mencapai 80%.

Shcherban (1995) melakukan analisis mineralogi terhadap abu batubara dari PLTU Ekibastuz, dimana sebanyak lebih dari 50 % merupakan senyawa *mullite* dan *quartz* yang mempunyai kelarutan rendah dalam larutan alkali (Tabel 2.3). Sedangkan fraksi *glassy phase* yang berbentuk amorf dengan kadar sekitar 48 – 51 % mempunyai kelarutan tinggi lebih dari 50 % dalam waktu 5 jam. Adanya senyawa *mullite* dan *quartz* dalam abu batubara ini diduga menjadi penyebab pemungutan silika yang rendah dalam setiap percobaan.

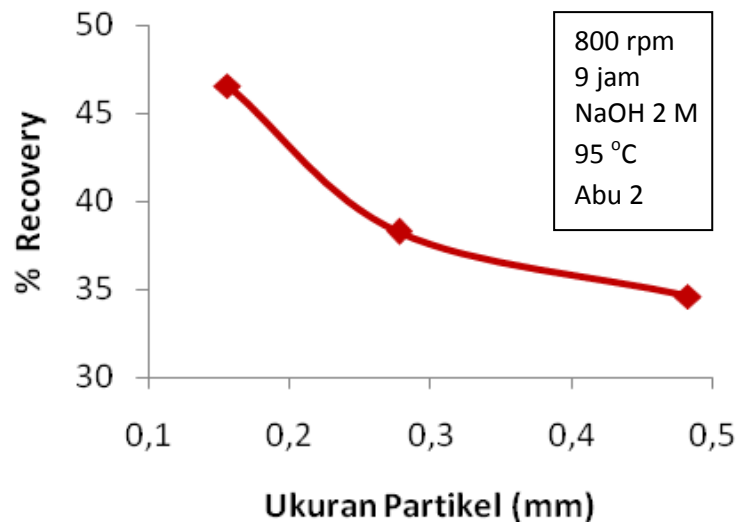
4.6 Pengaruh Pengadukan dan Ukuran Partikel Abu

Reaksi NaOH dengan silika yang terkandung dalam abu batubara merupakan reaksi kimia heterogen yang melibatkan fasa cair dan fasa padat. Reaksi tersebut juga merupakan reaksi ionik yang berlangsung cepat. Proses pemungutan silika tersebut melibatkan proses fisika berupa difusi pelarut ke dalam pori padatan dan proses kimia berupa reaksi kimia. Karena jenis reaksi antara silika dan alkali merupakan reaksi ionik yang biasanya berlangsung cepat maka diperkirakan laju proses reaksi secara keseluruhan tidak dipengaruhi oleh kecepatan reaksi kimia. Laju difusi massa pelarut antara lain dipengaruhi oleh kecepatan pengadukan dan ukuran partikel abu.

Percobaan dengan variasi pengadukan dilakukan untuk Abu 1, sedangkan variasi diameter partikel dilakukan untuk Abu 2 yang hasilnya disajikan di Gambar 4.7 dan 4.8.



Gambar 4.7 Pengaruh Pengadukan Terhadap Pemungutan Silika



Gambar 4.8 Pengaruh Ukuran Partikel Terhadap Pemungutan Silika

Percobaan dengan pengadukan antara 250 – 650 rpm tidak menghasilkan kenaikan pemungutan silika secara signifikan tetapi pada saat pengadukan dipercepat menjadi 800 rpm terlihat nilai persen pemungutan silika meningkat tajam mencapai 28,23 %. Pengadukan akan mempercepat laju difusi massa NaOH ke pori padatan batubara dan memperbesar potensi tumbukan antar reaktan sebagai syarat terjadinya reaksi. Semakin kecil ukuran partikel abu akan menghasilkan pemungutan silika yang besar, dan pada ukuran Abu 2 sebesar $-0,2 + 0,112$ mm (0,156 mm) didapatkan pemungutan silika yang terbesar yaitu sebanyak 46,57 %.

Subagyo (1991) menyatakan bahwa pengaruh diameter partikel dan kecepatan pengadukan bisa dijadikan cara untuk menentukan dominasi pengaruh laju difusi (rejim dinamis) dan laju reaksi kimia (rejim kimia) terhadap laju reaksi secara keseluruhan seperti terlihat di Gambar 2.3. Hasil percobaan menunjukkan bahwa nilai pemungutan silika sangat tergantung kepada ukuran partikel abu dan kecepatan pengadukan. Oleh karena itu bisa disimpulkan bahwa reaksi secara keseluruhan berada dalam rejim dinamis atau bisa dikatakan laju

difusi massa akan menjadi faktor pengendali dalam reaksi kimia secara keseluruhan.

4.7 Pembentukan Endapan SiO₂

Percobaan pemungutan silika dari Abu 1 menghasilkan filtrat jernih sesuai dengan sifat larutan natrium silikat yang berwarna jernih. Filtrat hasil percobaan pada kondisi optimum ($t = 7$ jam, pengadukan = 800 rpm, suhu = 90 °C, NaOH 6 M dan rasio NaOH/SiO₂ = 4) selanjutnya ditambahkan H₂SO₄ 6 N sampai kondisi pH netral. Pada kondisi pH netral akan terbentuk gel silika yang dipisahkan dengan filtrasi vakum dan dikeringkan. Contoh filtrat yang dinetralkan dengan asam sulfat sebanyak 26 mL menghasilkan endapan kering berwarna putih sebanyak 1,6 g. Hasil analisis menunjukkan kadar silika dalam endapan kering sebanyak 38,06 %.

Reaksi silika di Abu 2 dengan larutan NaOH menghasilkan filtrat berwarna coklat kehitaman. Warna coklat kehitaman berasal dari senyawa terlarut karena tidak bisa dihilangkan dengan cara pengendapan. Komponen yang menyebabkan warna coklat kehitaman di filtrat tersebut diperkirakan berasal dari asam-asam organik di batubara yang tidak terbakar yang ditunjukkan dengan tingginya nilai LOI (35,42 %). Kondisi ini telah mengganggu proses penetralan filtrat dengan asam sulfat karena tidak dihasilkan endapan silika berwarna putih.

Reaksi silika yang terkandung di Abu 2 dengan NaOH telah menghasilkan persen pemungutan silika dalam larutan filtrat yang tinggi dibandingkan reaksi dengan Abu 1 hampir dalam semua kondisi operasi yang diteliti. Tetapi filtrat natrium silikat yang dihasilkan terindikasi terkontaminasi oleh asam-asam organik sehingga kondisi larutan tidak jernih tapi berwarna kecoklatan yang sulit untuk dihilangkan dengan pengendapan biasa.