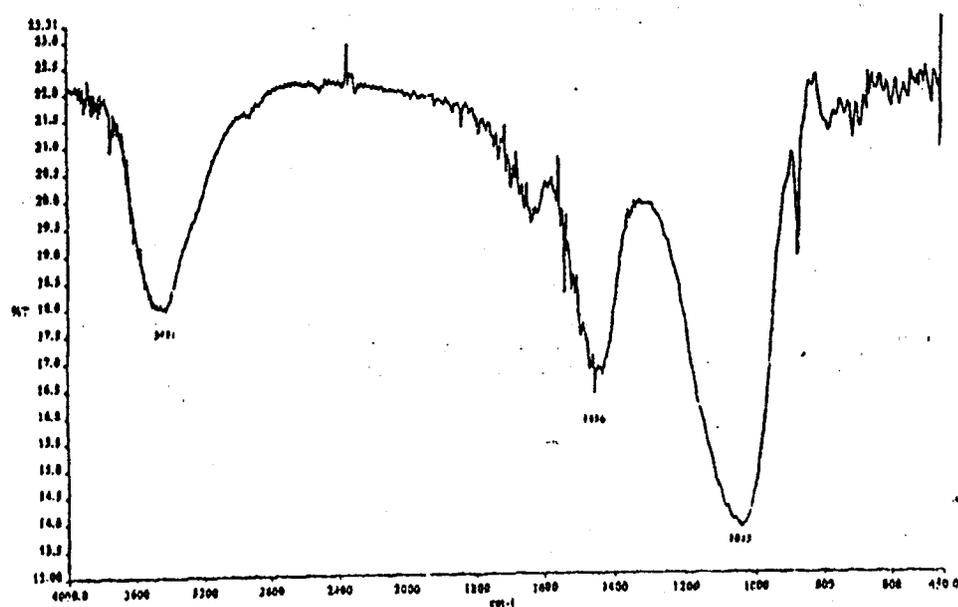


## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

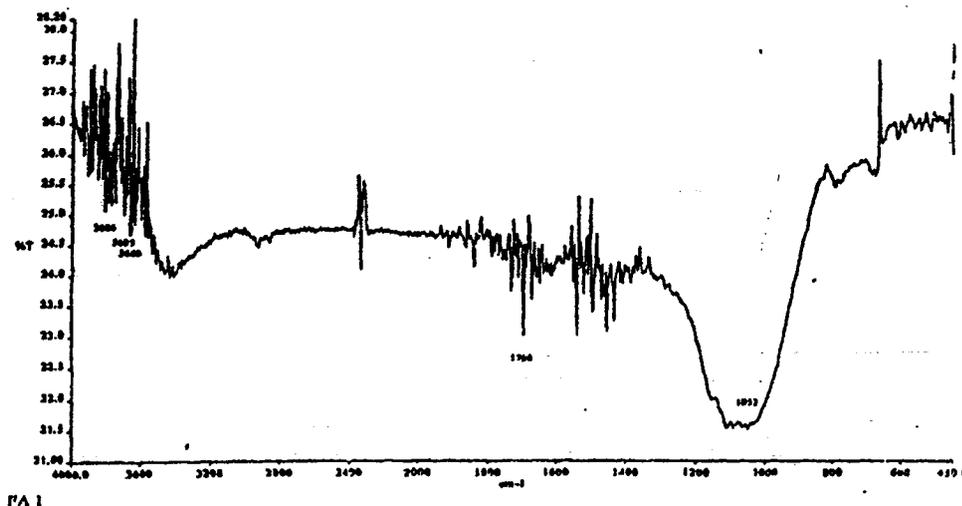
### 4.1 Hasil Penelitian

Dalam bab ini akan diuraikan tentang hasil penelitian yang telah dilakukan. Hasil penelitian diuraikan berupa gambar yang meliputi hasil sintesis dan analisis kimia. Pembahasan hasil penelitian dalam bab ini membahas hasil sintesis zeolit dengan menggunakan metoda peleburan berupa data yang dihasilkan dari pengukuran dengan alat Spektroskopi Inframerah (IR) jenis FT-IR Perkin Elmer Spektrum One.



FA2

Gambar 11. Spektrogram abu layang sebelum kalsinasi



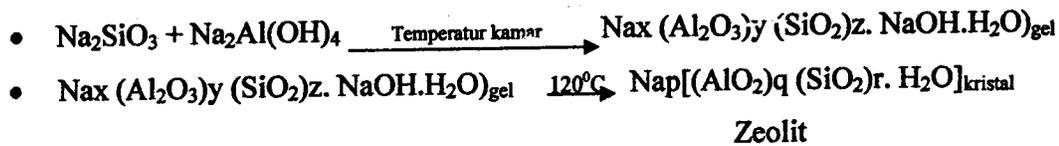
Gambar 12. Spektrogram abu layang setelah kalsinasi pada suhu 800°C

#### 4.2 Pembahasan

Abu layang merupakan hasil pembakaran bahan bakar batu bara pada Pembangkit Listrik Tenaga Uap (PLTU), yang menggunakan sistem *fluidized bed sistem* yaitu suatu sistem dimana udara ditiup dari bawah dengan menggunakan blower sehingga benda padat di atasnya menjadi berbentuk fluida melalui pemanasan pada temperatur 300°C. Sistem ini kurang efisien karena batu bara yang terbakar kurang sempurna sehingga masih ada karbon yang tertinggal sebanyak 4-6%. Dengan demikian abu layang perlu untuk diaktivasi terlebih dahulu pada suhu 800 °C untuk mengubah karbon yang tidak habis terbakar pada *fluidized bed sistem* dan menghilangkan senyawa-senyawa volatil lain yang teradsorpsi pada permukaan abu layang (Ojha dkk; 2004). Pada gambar 12 memperlihatkan spektrogram abu layang sebelum dikalsinasi masih ditemukan adanya gugus hidroksil antara O-H dari air pada 3421 cm<sup>-1</sup>. Pita serapan pada 1043 cm<sup>-1</sup> merupakan bilangan gelombang dari Si-O atau Al-O, sedangkan pada spektrogram abu setelah dikalsinasi (gambar 12) tidak ditemukan lagi adanya gugus hidroksil, yang ditemukan adalah pita serapan dari Si-O yaitu pada 1052 cm<sup>-1</sup>.

Karena abu layang memiliki kandungan senyawa alumina yang sangat kecil, oleh sebab itu perlu ditambahkan larutan aluminat pada saat proses sintesis zeolit dari campuran basa NaOH (kaustik soda) dengan aluminium hidroksida [Al(OH)<sub>3</sub>] (Akbar, 1997).

Reaksi pembentukan zeolit (Ojha dkk ; 2004) :

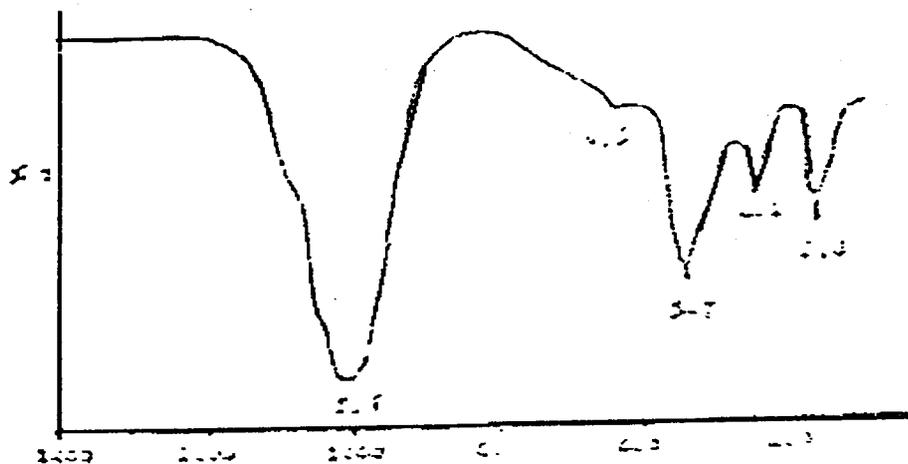


### 4.3. Karakterisasi Zeolit Hasil Sintesis

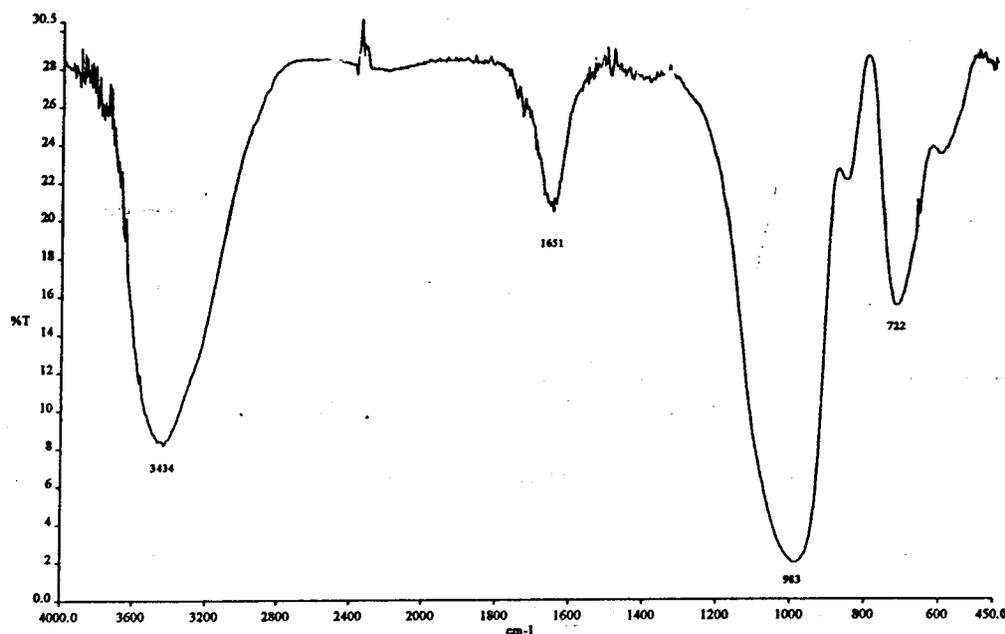
#### 4.3.1. Karakterisasi dengan Spektroskopi IR

Spektroskopi inframerah adalah metoda yang sangat mudah dan cepat untuk mengkarakterisasi struktur zeolit yang memberikan informasi tentang keberadaan satuan pembangun tetrahedral. Tujuan mengkarakterisasi zeolit hasil sintesis dengan spektroskopi inframerah yaitu untuk mengetahui gugus fungsi zeolit yang terbentuk.

Untuk menentukan jenis zeolit yang diperoleh, maka dilakukan dengan cara membandingkan spektrogram zeolit A standar dengan spektrogram hasil zeolit sintesis yang diperoleh pada penelitian ini. Pola spektrogram inframerah zeolit A standar (Flanigen, 1971) disajikan pada gambar 13.



Gambar 13. Spektrogram zeolit 4A standar (Flanigen, 1971)



Gambar 14. Spektogram zeolit hasil sintesis

Peleburan abu layang 25 gram dengan 20 gram NaOH dengan campuran alumina 250 ml muncul mpat spektogram yaitu masing-masing pada bilangan 983 cm menyatakan adanya rentang asimetri ikatan O-Si-O atau O-Al-O tetrahedral, pada 722 cm<sup>-1</sup> dan 718 cm<sup>-1</sup> merupakan bilangan rentang simetri ikatan O-Si-O atau O-Al-O tetrahedral internal, 451 dan 462 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi serapan ikatan tekuk TiO<sub>4</sub> (Gambar 13).

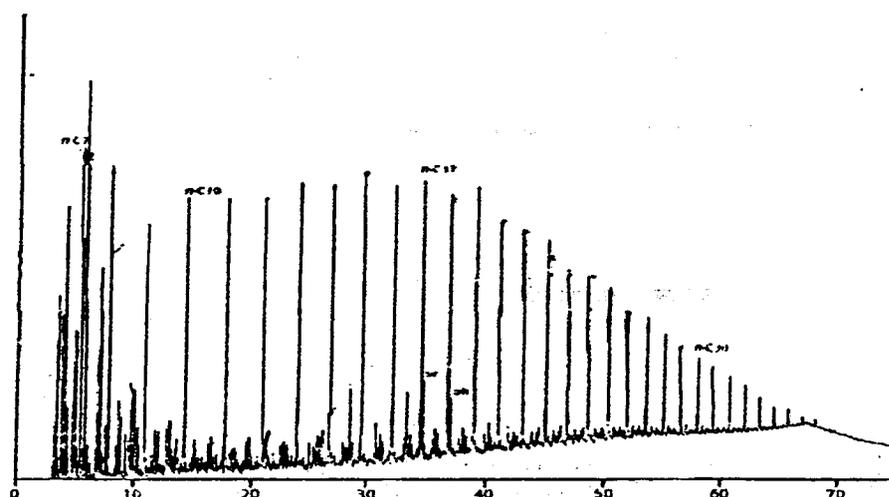
#### 4.4 Aplikasi

Pada penelitian ini dilakukan aplikasi yang bertujuan untuk mengetahui seberapa besar efektivitas zeolit A hasil sintesis sebagai penyaring beberapa kelas molekul hidrokarbon minyak bumi. Zeolit memiliki bentuk dan ukuran pori tertentu yang seragam, begitu pula halnya dengan zeolit A. Atas dasar iniih zeolit A dimanfaatkan sebagai penapis molekul yang mampu memisahkan secara selektif kelas-kelas senyawa hidrokarbon dari minyak bumi berdasarkan tipe molekular sieve dan ukuran rongga.

##### 4.4.1 *Whole oil chromatogram*

Sampel minyak diekstrak dengan menggunakan diklorometana untuk mendapatkan minyak mentah dari sampel tersebut. Rasio untuk mengekstrak sampel dengan diklorometana yaitu 1,5 yang artinya 3 ml pelarut diklorometan dan 2 g

sampel. Sampel yang diekstrak dikocok selama 30 detik. Kalau minyaknya ada berarti warna larutan berubah menjadi kuning kehitaman. Sampel yang ada minyaknya dicentrifuge selama 15 menit. Dilakukan dua kali pengekstrakan dan hasilnya kemudian digabungkan. Kemudian diuapkan pelarutnya dengan pemanasan. Kalau pelarut organiknya sudah menguap sampel bisa dianalisis dengan kromatografi gas (GC). Maka diperoleh kromatogram *whole oil* seperti pada gambar 15.



Gambar 15. *whole oil* chromatogram

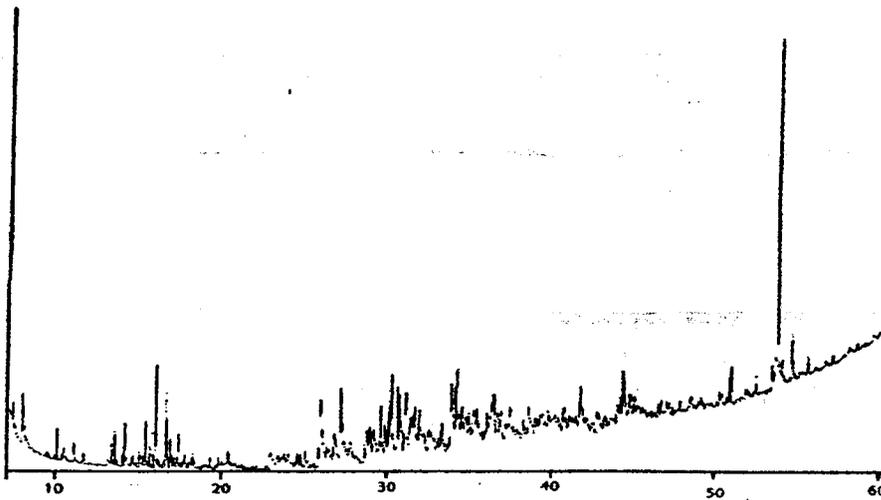
Pada gambar 15 menampilkan kromatogram *whole oil* yang mengandung fraksi aromatik, saturat, dan residu. Fraksi aromatik identik dengan puncak yang rendah sedangkan fraksi saturat identik dengan puncak yang tinggi.

#### 4.4.2 Fraksinasi minyak bumi

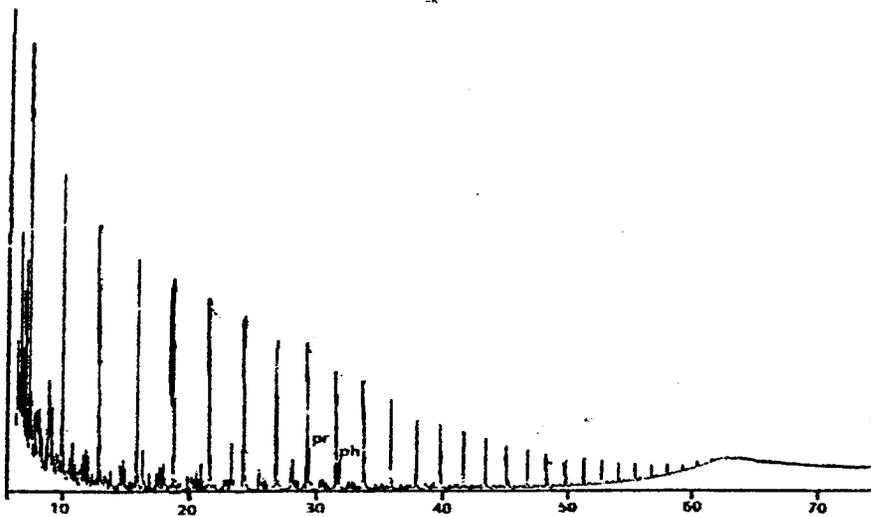
Sampel yang digunakan dalam aplikasi ini ialah minyak bumi yang berasal dari daerah Duri. Perlakuan pertama yang dilakukan terhadap sampel ini ialah fraksinasi yang bertujuan untuk memisahkan setiap fraksi-fraksi yang terdapat dalam minyak bumi.

Fraksinasi minyak bumi ini menggunakan kolom yang berisi silika gel sebagai fasa diam dan pelarut 40 ml 10% DCM dalam n-heksana, 40 ml n-heksana dan terakhir campurkan 20 ml DCM dan 20 ml metanol sehingga didapat fraksi saturat, aromatik dan residu sesuai dengan kepolaran masing-masing fraksi. Pelarut diklorometan (DCM) bersifat lebih polar dari n-heksana.

Tujuan fraksinasi minyak bumi ialah untuk mendapatkan fraksi aromatik, saturat dan residu. Kemudian eluen yang dihasilkan ditampung dalam vial untuk dianalisis dengan kromatogram gas (GC). Namun pada penelitian ini hanya fraksi aromatik dan saturat yang akan dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas (GC). Pada analisa kromatografi gas, digunakan kolom DB-1 yang merupakan jenis kolom non polar. Hasil yang diperoleh adalah seperti pada gambar 16 dan 17 berikut:



Gambar 16. Kromatogram fraksi aromatik



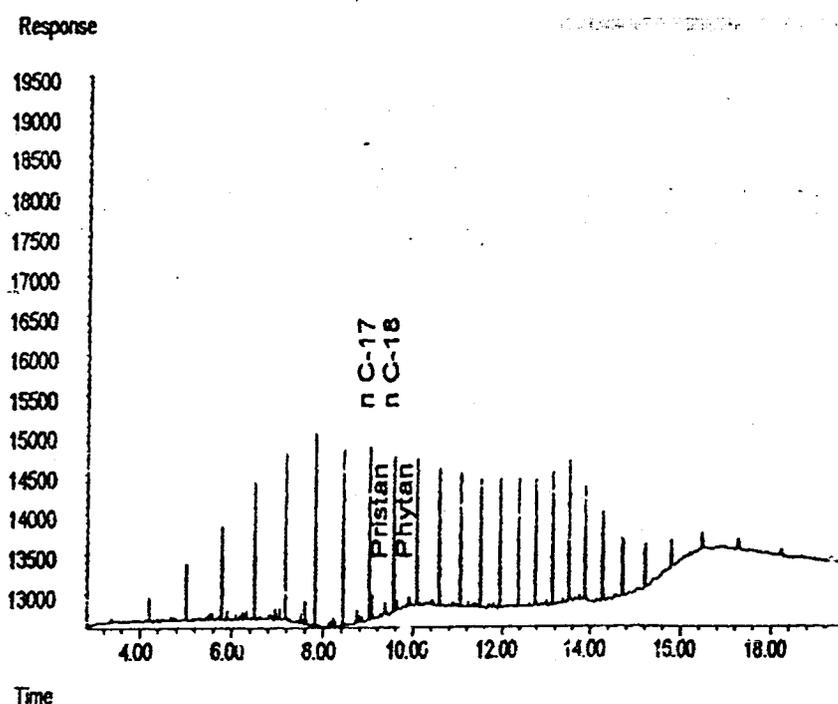
Gambar 17. Kromatogram fraksi saturat

Fraksi aromatik minyak bumi terdiri atas mono, di dan poliaromatik (gambar 16) sedangkan fraksi saturat minyak bumi terdiri atas parafin dan naften (gambar 17). Parafin terbagi atas tiga golongan yaitu: n-parafin, iso-parafin dan sikloparafin.

#### 4.4.3 Pemisahan n-alkana (n-parafin) dengan menggunakan silikalit

Fraksi saturat minyak bumi mengandung n-parafin dalam jumlah yang besar. Maka n-parafin harus dipisahkan dengan iso-parafin dan sikloparafin dengan menggunakan silikalit. Sejumlah kecil (2 mg) saturat dilarutkan dalam sejumlah kecil n-heksana dan dielusikan ke dalam kolom yang telah diisi dengan silikalit aktif. Silikalit aktif harus sesegera mungkin dielusi menggunakan n-heksana untuk mencegah masuknya uap dari udara.

Normal alkana yang lolos melewati pori-pori silikalit dikonsentratkan kemudian dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas (GC). Hasil kromatogram yang diperoleh seperti yang diperoleh seperti yang ditunjukkan pada gambar 18 berikut:



Gambar 18. Kromatogram setelah disaring dengan silikalit (sebelum disaring dengan zeolit A).

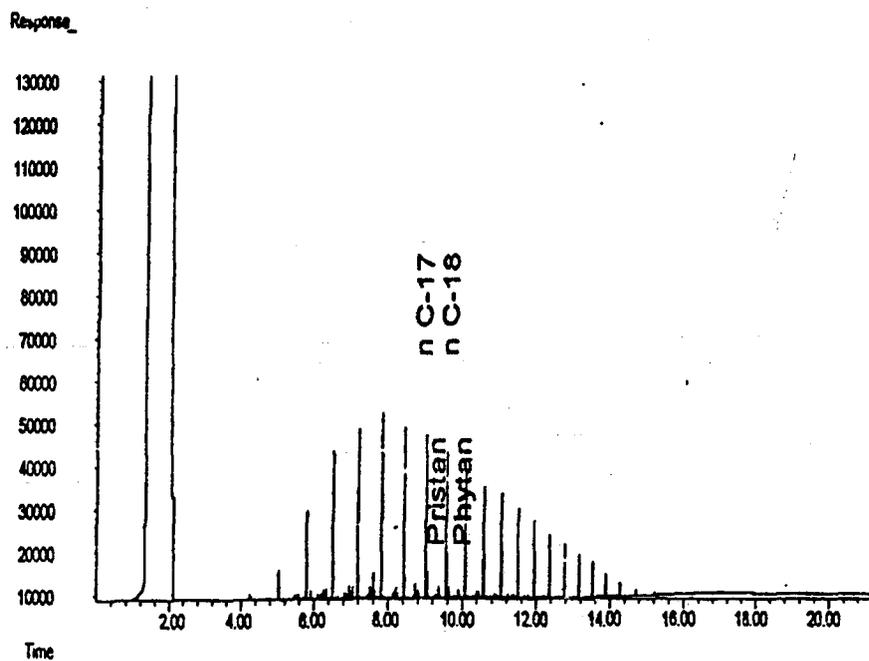
Berdasarkan kromatogram tersebut dapat terlihat pada bagian tengah ada 2 peak yang berdampingan (*doublet*). Peak pertama merupakan normal C-17 dan peak kedua adalah normal C-18. Tepat di sebelah kanan C-17 adalah pristan (C-19) dan disebelah kanan C-18 terdapat phytan (C-20). Baik pristan maupun phytan keduanya termasuk golongan isoprenoid. Disebelah kiri peak C-17 merupakan peak C-16,

semakin ke kiri rantai atom karbon akan mengalami pengurangan satu gugus metilena secara berurut begitu pula sebaliknya setelah atom C-18, jumlah atom karbon akan mengalami penambahan satu gugus metilena secara berurut. Berdasarkan ciri khas inilah kita dapat mengidentifikasi rantai atom karbon dari yang terkecil hingga yang terbesar. Data kromatogram sebelum perlakuan perlakuan molekular sieve ini digunakan untuk mengetahui seberapa besar tingkat efektifitas dari penapis yang digunakan, dalam hal ini ialah zeolit A.

#### 4.4.4 Penyaringan molekul normal parafin dengan zeolit A

Sebelum dilakukan *molekuler sieve*, terlebih dahulu dilakukan pengaktifan zeolit dengan cara memanaskannya di furnace pada suhu 500 °C selama 4 jam. Pemanasan di sini bertujuan untuk melepaskan molekul-molekul air yang ada pada rongga zeolit, serta senyawa-senyawa pengotor yang berupa zat-zat organik dan anorganik yang mudah menguap tanpa mengalami perubahan bentuk struktur kristalnya. Zeolit yang demikian dinamakan zeolit terdehidratasi. Zeolit yang terdehidratasi ini mempunyai afinitas besar terhadap air, gas-gas dan cairan tertentu. Rongga zeolit yang terdehidratasi dapat terisi oleh molekul lain yang bersentuhan dengan zeolit apabila molekul tersebut memiliki ukuran yang tepat dengan rongga zeolit, menghasilkan suatu molekul yang dapat menekan masuk melalui celah penghubung rongga-rongga.

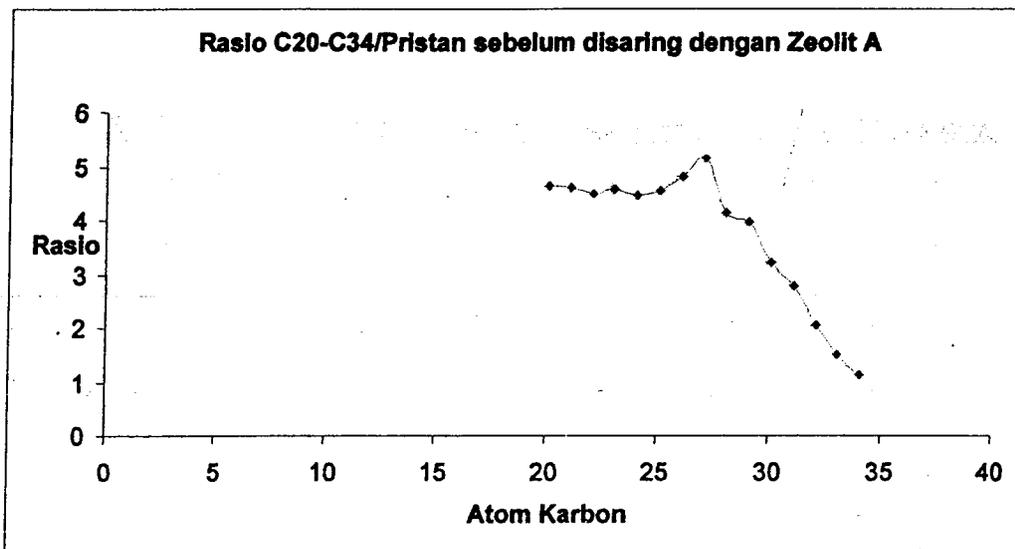
Jika zeolit yang terdehidratasi dialirkan saturat, maka kemungkinan rongga dari zeolit akan segera terisi oleh molekul saturat tersebut. Hal ini ditandai adanya perubahan penampilan antara kromatogram saturat awal dan setelah diberi perlakuan *molekular sieve*.



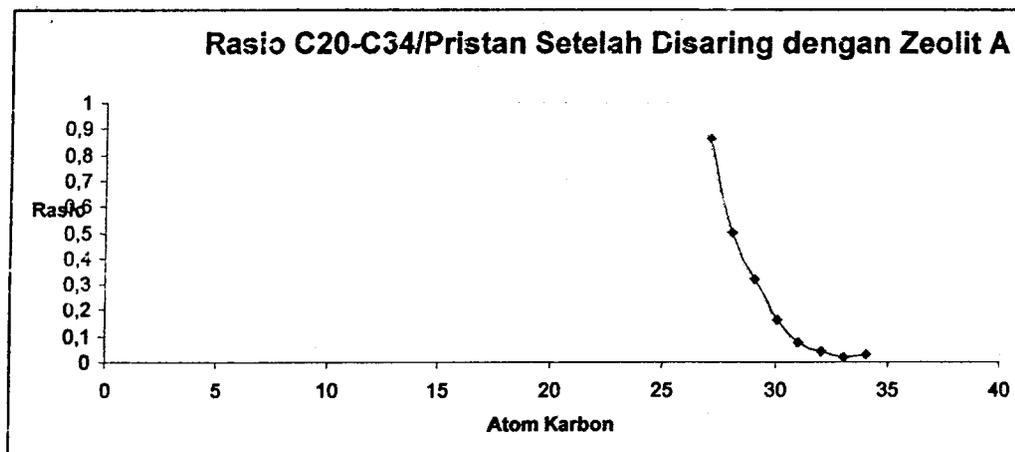
Gambar 19. Kromatogram setelah disaring dengan zeolit A

Pada kromatogram hasil *molekular sieve* di atas, terlihat adanya perbedaan bentuk penampilan bila dibandingkan kromatogram saturat awal. Bila diamati, semakin ke kanan dimana jumlah rantai atom karbon bertambah banyak (di atas atom C-27) luas area peak tersebut menjadi semakin mengecil. Namun untuk rantai atom karbon dengan berat molekul kecil (di bawah atom C-27) perubahannya terlihat tidak terlalu signifikan. Hal ini menunjukkan adanya sebagian saturat yang terjebak dalam rongga zeolit tersebut. Untuk mengetahui seberapa besar tingkat efektifitas penyerapan saturat oleh zeolit A tersebut, maka dihitung perbandingan atom C-20 sampai C-34 dengan pristan. Pristan (C-19) merupakan golongan isoprenoid dalam bentuk cabang. Pristan dipilih sebagai perbandingan karena tidak ikut terserap pada saat proses molekular sieve.

Setelah dilakukan perhitungan, ternyata terdapat adanya perubahan rasio C20-C34/pristan pada saturat awal dibandingkan dengan setelah dilakukan proses molekular sieve menggunakan zeolit A. Hasil pengukuran rasio C20-C34/pristan pada saturat awal dan setelah perlakuan molekular sieve dapat dilihat dari gambar 19 dan gambar 20 berikut ini.



Gambar 20. Kurva rasio C20-C34/pristan sebelum disaring dengan zeolit A (Anna, 2004)



Gambar 21. Kurva rasio C20-C34/pristan setelah molekular sieve menggunakan zeolit Y (Anna, 2004)

Berdasarkan kurva diatas dapat dilihat bahwa saturat teradsorpsi dengan baik oleh zeolit. Faktor yang menentukan kecepatan difusi molekul-molekul di dalam pori zeolit adalah bentuk molekulnya, yakni dengan melihat penampang lintang kritis dari molekul-molekul tersebut (West, 1990). Untuk molekul-molekul yang berbentuk sferis penampang lintang kritisnya adalah diameternya, sedangkan molekul yang

berbentuk panjang atau molekul rantai, penampang lintang kritisnya adalah panjang rantainya. Molekul-molekul yang penampang lintang kritisnya tepat sama dengan rongga akan ditahan oleh zeolit sedangkan molekul yang penampang kritisnya jauh lebih kecil dari rongga akan dilewatkan secara lebih cepat. Dalam hal ini karena saturat yang ingin dijebak adalah molekul n-alkana, maka faktor yang menentukan kecepatan difusi molekul-molekul di dalam pori zeolit adalah dengan melihat panjang rantainya. Semakin panjang rantai atom karbon maka kemampuan untuk ditahan dalam pori zeolit A ini pun akan semakin besar begitu pula sebaliknya.

#### 4.5 Implikasi dalam industri petrokimia

Bahan dasar pelumas adalah base oil, yang didapat dari crude oil (minyak mentah). Tapi tidak semua crude oil bisa diolah menjadi base oil. Hanya minyak mentah dari jenis parafinik saja yang menghasilkan base oil untuk bahan dasar pelumas. Namun minyak mentah jenis ini sangat terbatas kandungannya di perut bumi.

Untuk mendapatkan pelumas yang sesuai dengan spesifikasi yang dibutuhkan mesin, ke dalam base oil ditambahkan aditif. Aditif merupakan senyawa-senyawa kimia (chemical compound) dalam formulasi tertentu yang ditambahkan ke dalam base oil untuk mendapatkan pelumas sesuai spesifikasi yang ditentukan. Komposisi base oil dalam pelumas berkisar 80% dan komposisi aditif sekitar 20%.

Fungsi aditif bermacam-macam, antara lain untuk membersihkan mesin, mengurangi gesekan, meminimalkan keausan, mencegah karat, meningkatkan indeks kekentalan pelumas sehingga pelumas tetap mudah mengalir pada suhu rendah dan tidak encer pada suhu tinggi. Pelumas yang baik sudah mengandung aditif, karenanya pelumas yang baik tidak memerlukan tambahan aditif.

Dari hasil penelitian di atas diperoleh data bahwa zeolit A hasil sintesis dari abu layang (*fly ash*) dapat memisahkan atom karbon n-alkana  $> 27$  dari campuran hidrokarbon fraksi saturat minyak bumi. Penelitian ini dapat diimplikasikan pada pembuatan base oil sebagai bahan dasar pembuatan pelumas. Komposisi base oil dalam pelumas sekitar 80% dan zat kimia aditif sekitar 20%. Pelumas ringan terbuat dari n-alkana C-18 sampai C-25 sedangkan pelumas berat terbuat dari n-alkana C-26

sampai C-35. Hasil pada penelitian ini tergolong dalam base oil untuk pembuatan pelumas berat.