

SINTESIS BINDER ALKALI AKTIVASI ZEOLIT ALAM MALANG

Bambang Ismuyanto^{1*}, A.S. Dwi Saptati N.H², Dian Rahmawati³

^{1,2,3}Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Brawijaya

Jl. Mayjen Haryono 167 Malang

*E-mail : bambangismu@ub.ac.id

Abstrak

Zeolit alam terdapat di Malang bagian selatan. Komponen utamanya adalah mordenit. Kelimpahan mencapai 23,4 juta ton. Zeolit ini bisa berperan sebagai precursor binder aktivasi-alkali. Total kadar alkali 2,2% berat. Total kadar aluminosilikat 49,4 % berat. Total aluminosilikat dan oksida besi 65,1% berat dengan angka banding silikat terhadap aluminat sebesar 4,73. Kadar kalsium 24,7% berat. Pengecilan ukuran menggunakan crusher dan ball mill diperoleh rerata ukuran partikel zeolit 231,54 μm . Pembentukan binder aktivasi alkali, diawali dari mereaksikan partikel zeolit dengan activator basa sodium hidroksida 14M. Luluhan dituang ke cetakan beton berukuran 5x5x5cm dan ditutup plastic untuk mengurangi evaporasi berlebih. Uji kuat tekan dilangsungkan pada hari perawatan ke 14; diperoleh kuat tekan sebesar 3,49 MPa. Mikrostruktur produk BAA menunjukkan terbentuknya pori mikrostruktur dan terdapat pula celah yang berukuran lebih besar dibanding pori. Kinerja mekanik produk aktivasi alkali mordenit menerapkan activator tunggal NaOH hampir sebanding dengan produk serupa menerapkan activator ganda sodium hidroksida-sodium silikat.

Kata kunci : zeolit, aluminosilikat, binder aktivasi alkali, sodium hidroksida, kuat tekan

1. PENDAHULUAN

Binder aktivasi alkali/BAA menjadi menarik perhatian peneliti karena mampu mengurangi jejak karbon sehingga memungkinkan berperan sebagai pengganti semen Portland/SP pada industri konstruksi. Berdasar kajian penilaian siklus hidup/LCA melalui perbandingan antara BAA dan SP dinyatakan bahwa emisi CO₂ beton BAA lebih rendah dibanding SP. Selain itu BAA memiliki sifat-sifat superior diantaranya tahan api, kuat tekan awal tinggi, durabilitas tinggi, derajat susut rendah dan permeabilitas rendah. BAA unggul untuk aplikasi rekayasa sipil, metalurgi, pengelolaan limbah nuklir, penyisihan logam berat, dan membrane anorganik (Duxson,dkk,2007)

BAA merupakan kelompok silikoaluminat serupa zeolite sintetis. Walaupun komposisi kimia BAA sama dengan material zeolitik, akan tetapi BAA lebih amorf atau semi kristalin. BAA dihasilkan dari sintesis melalui aktivasi bahan dasar kaya Si dan Al yang direaksikan dengan basa alkali cair [sodium hidroksida/NaOH, potassium hidroksida/KOH, sodium silikat dan potassium silikat]. Bahan dasar yang direaksikan dengan basa alkali cair, awalnya akan mengalami mekanisme disolusi/leaching material reaktif aluminosilikat yang akan membentuk produk-produk polisialat, polisialat-silokso, dan polisialat-disilokso. Pembentukan produk tersebut dipengaruhi oleh faktor konsentrasi aktivator basa alkali, temperature perawatan, dan sifat bahan dasar aluminosilikat. Pada kenyataannya didapati bahwa material sumber aluminosilikat memainkan peran penting pada reaksi BAA, pengendali komposisi kimia, dan pengembangan produk mikro BAA. Komponen utama material sumber kaya aluminosilikat bersumber dari blast furnace slag/terak pada tungku temperature tinggi, abu layang batu bara, metakaolin, abu gunung berapi, dan zeolite alam yang membuka fleksibilitas pada pemilihan material oleh peneliti yang dimungkinkan pula berasal dari mineral local (Gopalakrishnan,dkk,2019).

Pengaruh jenis, bentuk dan dosis activator terhadap kuat tekan geopolimer pozolan alam Iran (Taftan adesit dan Shahinnej andesit yang keduanya didominasi zeolit jenis klinoptilolit). Produk geopolimer menggunakan activator NaOH mencapai optimal pada konsentrasi 5M dan 7,5M pada suhu perawatan optimum 60C dan kuat tekan maksimal (Bonndar dkk,2011).

Baykara dkk [2017] menyimpulkan bahwa kuat tekannya maksimum geopolimer diperoleh jika dipakai activator NaOH 10M, angka banding Na₄SiO₁₂/NaOH : 0,5, Ca(OH)₂: 3% (w/w), dan suhu

perawatan 60C. Nikolov, dkk [2020] mensintesis geopolimer pasta zeolit jenis klinoptilolite alami dengan activator alkali KOH, K_2SiO_3 , $NaAlO_2$ dan larutan limbah anodisasi. Hasil percobaan memperlihatkan bahwa kuat tekan maksimum didapatkan jika dipakai activator KOH dan K_2SiO_3 .

Tinjauan terhadap berbagai jenis zeolit sebagai bahan dasar BAA telah diungkap lengkap. Kajian tersebut mendapatkan kuat tekan maksimum bagi masing-masing kajian dengan konsentrasi aktivator yang bermacam-macam pula. Timbulnya keberagaman kuat tekan disebabkan keberagaman precursor BAA. Bahan baku yang sama ternyata belum tentu akan diperoleh karakter produk yang serupa meskipun dilaksanakan pada skala laboratorium dengan variabel yang sama dengan penelitian yang telah dilakukan sebelumnya; artinya komposisi zeolite mordenit yang ada di berbagai lokasi tidak selalu identik khususnya kadar silika, alumina, oksida besi dan kalsium. Padahal kadar keempat komponen utama itulah sebagai pembentuk karakter produk BAA. Dengan demikian permasalahan utama terhadap keberhasilan BAA sebagai pengganti semen Portland untuk tujuan material konstruksi belum berhasil. Oleh karena itu penelitian ini berupaya untuk memanfaatkan zeolit mordenit yang dominan keberadaannya di lokasi Kabupaten Malang dengan cadangan yang cukup besar untuk dimanfaatkan sebagai precursor BAA dengan harapan mampu berperan sebagai kandidat semen geopolimer pengganti semen Portland dengan pilihan activator tunggal sodium hidroksida konsentrasi tinggi.

2. METODOLOGI

Penelitian diawali dengan uji Particle Size Analyzer untuk memperoleh ukuran diameter partikel zeolit. Uji X Ray Fluoresence untuk mendapatkan informasi komposisi oksida zeolit. Uji SEM-EDX untuk mengungkap morfologi permukaan produk geopolimer zeolit. Zeolit ditumbuk hingga berukuran lebih kecil dan diumpankan ke Ball Mill agar diperoleh partikel berukuran micrometer; dilanjutkan pengayakan di vibrator screening untuk memperoleh fraksi-fraksi ukuran partikel lolos dari ayakan mesh dari mesh 50 hingga mesh 200.

Aktivator alkali dipilih sodium hidroksida grade technical produk China. Sodium hidroksida konsentrasi 10M dibuat dengan menuangkan 416,6 g NaOH ke gelas beaker 1000 ml yang telah berisi 500 ml aqua demineralisasi sedikit demi sedikit hingga tuntas. Biarkan untuk beberapa waktu, dan larutan pindahkan ke labu takar 1000 ml jika tercapai suhu kamar. Tambahkan aqua demin hingga mencapai batas tertera di labu. Kocok berulang agar larutan homogen dan segera pindahkan ke botol gelap.

Timbang 30 g zeolite, 114,5 g agregat halus, 114,5 g agregat kasar dan letakkan di wadah plastik. Tuangkan 50 ml NaOH dan segera aduk pakai tangan dan campurkan hingga merata total NaOH membasahi semua padatan campuran zeolit, agregat kasar dan agregat halus. Jika campuran sudah homogen, tuangkan ke cetakan beton baja berukuran 5x5x5cm sebagian demi sebagian. Ratakan luluhan yang ada di cetakan menggunakan batang kayu terutama di sudut-sudutnya hingga memenuhi volume cetakan. Kerjakan berulang setiap sebagian luluhan setelah dituang hingga akhir semua luluhan sudah tertuang ke cetakan. Coba lagi menusuk batang kayu ke setiap bagian cetakan dan yakinkan bahwa kepadatan pada setiap titik cetakan sudah dipenuhi luluhan. Tutup dengan plastic dari permukaan hingga bagian bawah cetakan. Simpan di ruang tertutup dan catat suhu ruang. Dua puluh empat jam kemudian, plastic dilepas dari cetakan dan diletakkan kembali di ruang sama selama 14 hari. Usai perawatan, cetakan dibongkar untuk dilaksanakan uji produk BAA zeolit.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Uji ukuran partikel zeolit

PSA (Particle size analyzer) adalah piranti yang digunakan untuk uji diameter rerata partikel padat. Ukuran partikel merupakan faktor penentu pada keberhasilan sintesis binder aktivasi alkali. Sintesis binder aktivasi alkali merupakan reaksi polimerisasi yang dikenal dengan istilah reaksi geopolimerisasi. Reaksi antara reaktan partikel zeolit dengan reaktan lain berupa larutan alkali fasa cair. Reaksi semacam ini dinamakan reaksi heterogen karena reaksi berlangsung pada dua fasa yang berbeda yakni fasa padat zeolit dan fasa cair larutan alkali. Produk berupa slurry kental seperti campuran semen Portland padatan dan air. Produk semacam ini amat kental sehingga dikategorikan pula sebagai fluida non Newtonian. Penyimpanan produk di ruangan pada suhu tertentu

menyebabkan fluida kental ini akan mengalami reaksi geopolimerisasi dengan hasil akhir produk padat yang keras. Hasil uji PSA mengungkapkan bahwa rerata diameter partikel zeolit adalah 231,54 μm .

3.2. Uji XRF partikel zeolit

Komposisi oksida partikel padat zeolit dapat dideteksi menggunakan fluorescence sinar X. Komposisi disajikan dalam bentuk konsentrasi yang dinyatakan persen berat. Adapun hasil uji tertera di Tabel 1. Perbandingan komposisi mordenit alam Malang dan mordenit Spanyol tertera di Tabel 2.

Tabel 1. Komposisi oksida penyusun zeolit Malang Selatan

UNIVERSITAS ISLAM MALANG
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
LABORATORIUM MINERAL DAN MATERIAL MALANG (LABORATORIUM SENTRAL)
Jalan Bontomatene, 5, Malang 65137
Telp. 0441-811182 (pns) 0441-8800400 (085)
Email: labmineral@unismalang.ac.id
Website: central-labmineral.unismalang.ac.id

LAPORAN HASIL UJI
No. LSUM-LHU-E-06430-2017

Nomor Pengujian : LSUM-P-00356-2017
Nomor Sampel : Zeolit B (E-397)
Nama Pelanggan : Ir. Bambang Suryanto
Institusi Pelanggan : UIB
Jenis Karakterisasi : XRF
Sampel Diterima Tanggal : 01 Agustus 2017

Hasil

No filter (Oksida)			Helium		
Compound	Conc (%)	Metode	Compound	Conc (%)	Metode
Al ₂ O ₃	8,4	XRF	MgO	0,01	XRF
SiO ₂	39,8		SiO ₂	1,10	
P ₂ O ₅	0,59		K ₂ O	0,106	
K ₂ O	2,79		CaO	1,07	
CaO	24,8		TiO ₂	0,035	
TiO ₂	1,11		V ₂ O ₅	0,0082	
V ₂ O ₅	0,056		Cr ₂ O ₃	0,016	
Cr ₂ O ₃	0,050		MnO	0,12	
MnO	1,000		Bi	0,14	
Fe ₂ O ₃	16,9		MoO ₃	0,162	
CuO	0,072		BaO	0,039	
ZnO	0,12		Er ₂ O ₃	97	
SeO	0,18				
MoO ₃	4,30				
Eu ₂ O ₃	0,2				
Re ₂ O ₃	0,21				

Keterangan:

1. Hasil analisis hanya berlaku untuk sampel yang dianalisis.
2. (Nilai yang tertera dalam tabel ini merupakan hasil pengujian yang dilakukan di Laboratorium Mineral dan Material Malang).

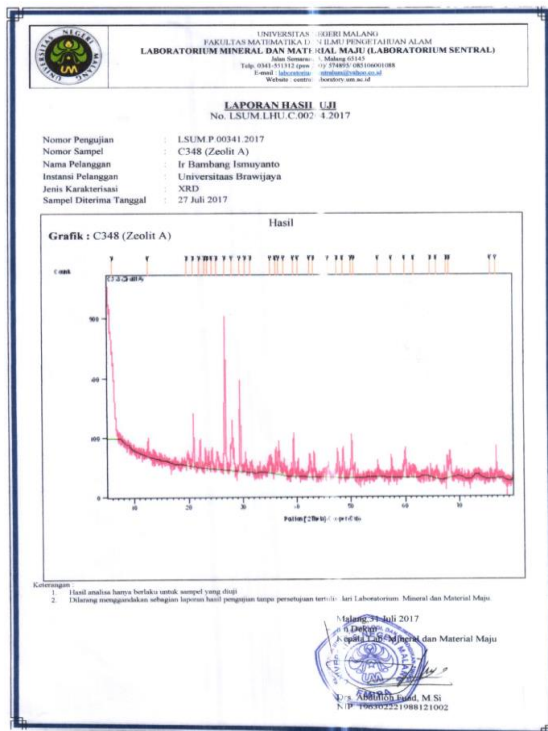
Malang, 03 Agustus 2017
Kepala Lab. Mineral dan Material Malang


Dr. Achmad Rudi M. Si
NIDN: 90602221988121002

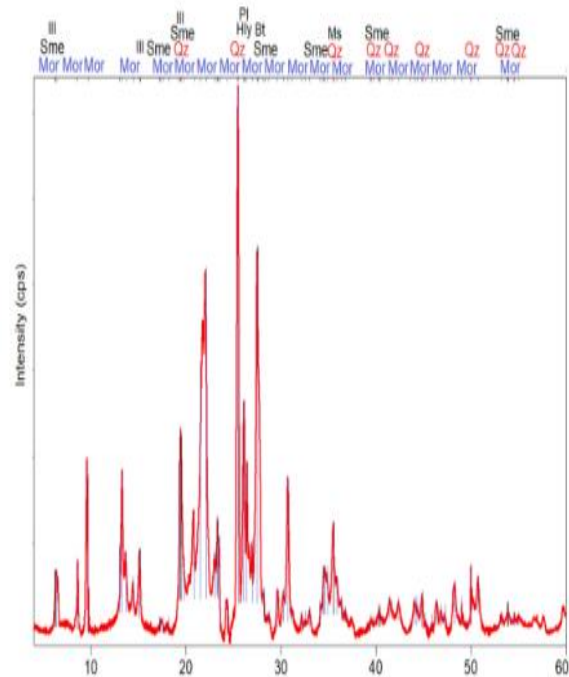
Tabel 2. Komposisi Kimia mordenit Malang dan mordenit Spanyol

Zeolit	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Si/Al
Mordenit Malang	39,8	8,4	24,8	-	2,29	0,01	16,9	-	4
Mordenit Spanyol	68,3	11,95	1,15	2,89	1,38	1,29	1,56	0,03	4,73

Total $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ mencapai 65,1% dan memiliki di ASTM C618-05, maka dapatlah disimpulkan bahwa mineral zeolit alam Malang Selatan ini masuk kategori pozolan alami kelas C dengan angka banding silikat terhadap aluminat sebesar 4,73. Uji difraksi sinar X zeolit alam Malang ternyata terbukti bahwa zeolit ini struktur mineraloginya didominasi oleh zeolit jenis Mordenit. Hal ini dibuktikan melalui adanya puncak-puncak pada difraktogram yang menunjukkan bahwa zeolit ini mengandung Mordenit pada sudut difraksi 2θ sebesar 19,6; 20,9; 25,63; 26,27 dan 27,65 (lihat Tabel 3). Gambar 1 memperlihatkan difraktogram zeolit dengan mordenit pada puncak-puncak tercantum di Tabel 3.



(a)



(b)

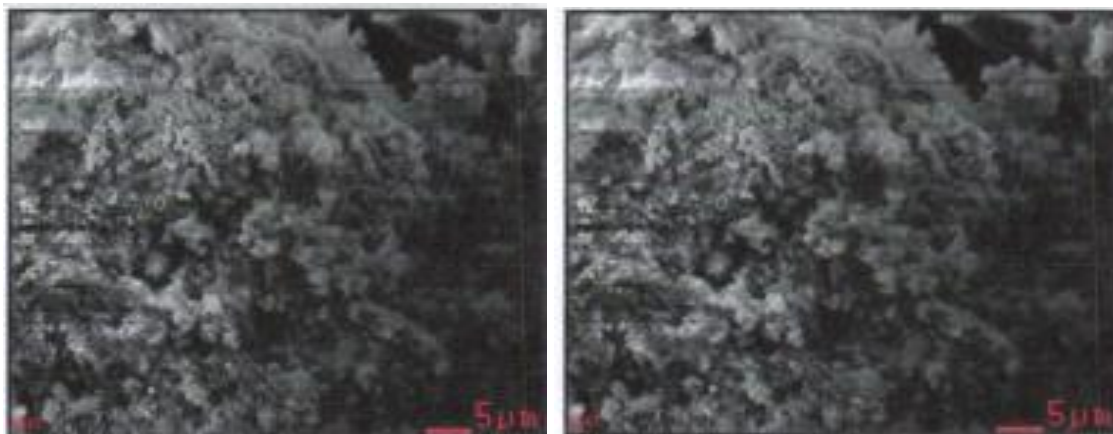
Gambar 1. Difraktogram zeolit alam Malang sebelum aktivasi dengan larutan alkali NaOH
 (a) Zeolite-mordenit alam Malang
 (b) Zeolite-mordenit Collado de Las Hermanicas, Los Frailes caldera, provinsi Almería, Spanyol

Tabel 3. Puncak mordenit pada 2θ dan nilai intensitasnya

No	Besar 2θ	Intensitas
1	19,6	82,2
2	20,9	120,45
3	25,63	709,17
4	26,27	130,49
5	27,65	42,81

Costrafeda dkk(2021) (lihat Gambar 1b) menjelaskan bahwa zeolite dengan komposisi utamanya mordenit; sedang komponen lain adalah smektit, illit, quartz dan mineral lain dengan komposisi sedikit. Berdasarkan puncak yang ada di difraktogram, disimpulkan bahwa terdapat 52 puncak yang mewakili mordenit. Sedang zeolite Malang dengan komposisi mordenit terbanyak terdapat di 5 titik pada intensitas tertinggi (Tabel 3).

3.3. Uji SEM-EDX zeolite reaksi dengan NaOH



Gambar 2. Hasil uji SEM-EDX permukaan produk reaksi mordenit dan alkali activator sodium hidroksida. (a).penelitian ini, (b) Baykara,dkk (2017)

Gambar 2 memuat foto permukaan BAA zeolite setelah perawatan 14 hari. Tampak permukaan padatan kurang merata. Terdapat lubang hitam yang menggambarkan adanya pori bahkan ruang kosong berukuran lebih besar yang dinamakan celah antar padatan. Tetapi masih terdapat pula mordenit yang belum bereaksi dengan activator karena proses perawatan baru berlangsung 14 hari. Akan tetapi sudah berlangsung pemadatan yang merata pada setiap titik bidang; hal ini dibuktikan melalui uji kuat tekan yang mencapai 3,49 MPa. Kuat tekan ini agak besar yang dimungkinkan terjadi oleh karena berdasar Uji fluoresense sinar X (XRF) membuktikan bahwa kadar CaO pada mineral alam zeolit Malang mengandung oksida kalsium amat besar yaitu 24,8% berat (pozolan berkategori kadar kalsium tinggi). Kalsium tinggi pada mineral zeolit memungkinkan untuk bereaksi membentuk kalsium silikat hidrat (C-S-H) seperti pembentukan C-S-H pada semen Portland bila ditambahkan sejumlah molekul air. Kalsium silikat hidrat inilah penyebab terbentuknya kuat tekan terbesar di beton semen Portland. Bahkan dimungkinkan pula akan terbentuk gel Ca-Na-S-H pada reaksi alkali aktivasi zeolite.

Pembandingan hasil mikrostruktur penelitan ini dan Baykara,dkk(2017), terdapat gejala yang hamper serupa. Permukaan berpori tampak dan terdapat pula beberapa mordenit yang masih dalam kondisi utuh belum bereaksi dengan activator. Perbedaannya adalah penelitian ini menerapkan activator tunggal NaOH sednag Baykara menerapkan activator ganda campuran yaitu NaOH dan Na silikat. Pori mikrostruktur mepengaruhi kinerja mekanik pada hari pertama. Dijelaskan bahwa mikrostruktur granular akan meningkat bila konsentrasi NaOH meningkat pula. Gejala mikrostruuktuyr granul lebih besar akan nampak apabila makin kecil rasio Sodium silikat-sodium hidroksida yang mengartikan makin besar konsentrasi NaOH.

4. KESIMPULAN

- mordenit merupakan komponen dominan pada zeolit alam Malang
- kalsium oksida pada zeolit sebesar 24,8% dan dikategorikan precursor geopolimer dengan kadar kalsium tinggi (>10% berat)
- binder aktivasi alkali bahan dasar zeolit alam Malang mampu disintesis dengan kuat tekan sebesar 3,49 MPa pada waktu perawatan 14 hari

DAFTAR PUSTAKA

- Baykara, M.H. Cornejo, R. Murillo, A. Gavilanes, C. Paredes, J. Elsen, Preparation, characterization and reaction kinetics of green cement: ecuadorian natural mordenite-based geopolymers, *Material & Structure* 50 (2017) 188
- Bondar, C.J. Lynsdale, N.B. Milestone, N. Hassani, A.A. Ramezaniapour, Effect of type, form and dosage of activators on strength of alkali-activated natural pozzolans, *Cement Concrete Composite* 33 (2) (2011) 251–260

- Costrafeda, J.L., DA Martin., L Presa., JL Parra,2021.,Effects of a natural mordenit as pozzolan material in the evolution of mortar settings.,*Materials*,14,5343
- Duxson, A. Fernandez-Jimenez, J.L. Provis, G.C. Lukey, A. Palomo, J.S.J. Van Deventer, Geopolymer technology: the current state of the art, *Journal of Material Science* 42 (2007) 2917–293
- Gopalakrishnan, K. Chinnarahu, Durability of ambient cured alumina silicate concrete based on slag/fly ash blends against sulfate environment, *Construction Building Materials* 204 (2019) 70–83
- A. Nikolov, H. Nugteren, I. Rostovsky, Optimization of geopolymers based on natural zeolite clinoptilolite by calcination and use of aluminate activators, *Construction Building Materials* 243 (2020), 118257