

BAB 4 HASIL DAN ANALISIS

Sehubungan dengan prekursor yang digunakan yaitu abu terbang, ASTM C618 menggolongkannya menjadi dua kelas berdasarkan kandungan kapur (CaO) menjadi kelas F yaitu dengan kandungan CaO kurang dari 10% dan kelas C dimana kandungan CaO lebih dari 20% [30]. Sintesis geopolimer dalam kasus ini menggunakan abu terbang dengan kandungan kalsium tinggi atau termasuk dalam ASTM C618 kelas C yang komposisinya dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Sintesis geopolimer dilakukan dengan membuat sampel dimana desain komposisi adonan sampel tersebut merupakan suatu perbandingan dari bahan penyusunnya yaitu abu terbang, natrium hidroksida, natrium silikat, dan air. Untuk memperoleh campuran yang baik digunakan rasio atom Al/Na = 1. Rasio tersebut didapatkan melalui perhitungan menggunakan Tabel 4.2. Dengan mengetahui komposisi kimia suatu penyusun beserta informasi kandungan kemurniannya, massa atom, dan massa molekul, maka persentase berat atom dalam penyusun dapat dihitung secara empiris. Persentase atom silikon merupakan penjumlahan antara silikon yang terkandung dalam abu terbang dan natrium silikat sama halnya dengan persentase atom natrium yang merupakan penjumlahan antara natrium yang terkandung dalam natrium silikat dan natrium hidroksida. Sedangkan untuk atom aluminium dan kalsium hanya terkandung dalam abu terbang. Dalam perhitungan tersebut diasumsikan 100% prekursor reaktif.

Dengan mengkonversi perbandingan atom Al/Na = 1 ke dalam berat penyusun maka didapatkan suatu komposisi sampel geopolimer. Dalam prakteknya komposisi tersebut tidak serta merta menghasilkan sampel yang baik, untuk itu selanjutnya metode coba-coba digunakan untuk menyempurnakan komposisi berdasarkan perhitungan stoikiometris tersebut guna mendapatkan hasil yang optimum. Adapun parameter yang digunakan dalam penyempurnaan komposisi sampel melalui metode coba-coba dilakukan berdasarkan observasi di laboratorium seperti mampu tuang (*workability*) yang baik dan kuat tekan yang sesuai untuk aplikasi batako. *Workability* yang dimaksud disini adalah fluiditas

dari adonan dimana menyatakan kemampuan adonan tersebut untuk diaduk secara kontinu, kemampuan untuk dituang ke dalam cetakan, dan kemampuan untuk mengisi ruang dalam cetakan. Parameter ini diamati ketika proses pencampuran bahan secara visual tanpa menggunakan alat. Penambahan dan pengurangan komposisi penyusun berdampak dalam perubahan perbandingan atom dan tingkat kebasaaan.

Dari sintesis berbagai macam komposisi geopolimer telah dihasilkan 26 sampel yang didapat melalui perlakuan berbeda seperti perbedaan komposisi, mekanisme pencampuran, dan temperatur pengerasan yang datanya telah terlampir pada Bab 3. Seluruh sampel tersebut memiliki *workability* dan kuat tekan yang berbeda. Dari ke-26 sampel tersebut, karakterisasi lanjut seperti uji XRF, XRD, TGA, dan pengamatan menggunakan SEM hanya dititikberatkan kepada beberapa sampel yang berpotensi dapat menjawab tujuan penelitian ini. Oleh karena itu, selanjutnya penelitian ini akan dipaparkan berdasarkan variasi variabel tertentu dalam pembuatan sampel.

Tabel 4.1 Komposisi Kimia Abu Terbang Berdasarkan Pengujian XRF

Senyawa Kimia	% Berat (kering)
Al ₂ O ₃	10,6121
SiO ₂	23,5920
S	10,6506
K ₂ O	1,6513
CaO	44,0250
TiO ₂	0,7185
MgO	1,0684
Fe ₂ O ₃	7,6461
ZnO	0,0360

Tabel 4.2 Data Kimia Penyusun Sampel Geopolimer

Unsur	No. Atom	Massa Atom/Ar (gr/mol)	Senyawa	Massa Molekul/Mr (gr/mol)
Si	14	28	SiO ₂	60
Al	13	27	Al ₂ O ₃	102
Ca	20	40	CaO	56
Na	11	23	Na ₂ O	62
O	8	16	NaOH	40
H	1	1		

Penyusun	Kandungan Senyawa	% Berat	Kandungan Atom	% Berat
Abu Terbang	SiO ₂	23,592	Si	11,0096
	Al ₂ O ₃	10,6121	Al	5,61817
	CaO	44,025	Ca	31,4464
Na ₂ Si ₃ O ₇	SiO ₂	27	Si	12,6
	Na ₂ O	8	Na	5,93548
NaOH	NaOH	98,9	Na	56,8675

4.1. Analisis Hasil Pengujian Tekan

4.1.1 Variasi Mekanisme Pencampuran

Dua sampel dengan komposisi yang sama seperti tertera dalam Tabel 4.3 dibuat melalui mekanisme pencampuran yang berbeda. Bahan penyusun sampel 1A dicampur berdasarkan tipe I yaitu natrium silikat, natrium hidroksida, dan air dicampur terlebih dahulu kemudian campuran tersebut dituang ke dalam abu terbang dan diaduk hingga homogen. Sedangkan sampel 1B dicampur berdasarkan tipe II yang dilakukan dengan mencampurkan natrium silikat dan natrium hidroksida terlebih dahulu kemudian di gelas kimia berbeda abu terbang dicampur dengan air yang selanjutnya ditambahkan larutan campuran natrium silikat dengan natrium hidroksida yang telah dicampur sebelumnya dan diaduk hingga homogen.

Berdasarkan observasi visual saat pembuatan kedua sampel tersebut, dapat terlihat bahwa sampel 1A memiliki *workability* yang cukup jauh berbeda dibandingkan sampel 1B. Penggumpalan-penggumpalan bahan penyusun dialami

pada pencampuran sampel 1A, hal tersebut mempersulit proses pencampuran sehingga menghasilkan adonan yang tidak homogen. Hal tersebut membuat adonan 1A tidak memiliki kemampuan untuk dapat mengalir ketika dituang ke dalam cetakan sehingga adonan tersebut tidak dapat mengisi ruang dalam cetakan dengan baik. Untuk mengatasi hal semacam itu dibantu dengan kompaksi manual. Namun kompaksi tidak dapat dilakukan dengan baik karena kandungan air yang cukup tinggi dan sifat adonan 1A yang lengket. Jadi proses kompaksi untuk adonan 1A tidak menghasilkan adonan yang dapat mengisi semua ruang dalam cetakan dengan baik. Sangat berbeda dengan sampel 1B, pada sampel ini dihasilkan adonan yang encer sehingga proses pelarutan bahan penyusunnya menjadi homogen. Adonan 1B mampu mengalir ke dalam cetakan dan mengisi ruang dalam cetakan dengan baik.

Sampel geopolimer yang dihasilkan memiliki warna yang hitam dan seperti yang dapat dilihat pada Gambar 4.1, sampel 1B menghasilkan permukaan yang lebih halus dibanding sampel 1A. Pada permukaan sampel 1A terlihat lubang-lubang kosong yang tidak terisi oleh adonan. Hal tersebut sama sekali tidak terjadi pada sampel 1B.

Dengan temperatur dan waktu pengerasan yang sama dapat dilihat melalui grafik pada Gambar 4.2 bahwa pengujian tekan sampel 1A dan 1B menghasilkan kuat tekan yang berbeda. Kuat tekan sampel 1A hanya 77% dari kuat tekan sampel 1B. Atau dengan kata lain mekanisme pencampuran tipe II menghasilkan kuat tekan yang lebih tinggi dibanding mekanisme pencampuran tipe I. Perbedaan kuat tekan tersebut jelas dapat terjadi karena secara visual banyak lubang-lubang pada sampel 1A akibat adonan tidak mampu mengalir untuk mengisi ruang cetakan dengan baik sehingga tegangan yang diterima dari mesin uji tekan tidak terdistribusi merata ke seluruh sampel.

Chindaprasirt dan Rattanasak melakukan penelitian serupa mengenai dua jenis mekanisme preparasi geopolimer berbahan baku abu terbang dengan kandungan kalsium tinggi. Menurut penelitian tersebut pencampuran abu terbang dengan natrium hidroksida terlebih dahulu menghasilkan kuat tekan yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan mencampurkan abu terbang secara bersamaan dengan natrium hidroksida dan natrium silikat. Natrium hidroksida berperan

dalam proses disolusi alumina dan silika dari abu terbang untuk membentuk Al^{3+} dan Si^{4+} secara berturut-turut yang dilanjutkan oleh pembentukan struktur geopolimer dengan penambahan larutan natrium silikat [31].

Mekanisme pencampuran tipe I kemungkinan menghasilkan pembentukan gel $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan $\text{Al}(\text{OH})_3$ yang tentunya meningkatkan viskositas sehingga menghambat proses pencampuran. Pembentukan kedua jenis gel tersebut umumnya terjadi pada pelarutan abu terbang dalam larutan natrium hidroksida di atas 10 menit [30]. Namun penelitian tersebut dilakukan pada kandungan CaO sebesar 16.6% sedangkan abu terbang yang digunakan dalam penelitian ini memiliki kandungan CaO sebesar 44%. Jadi besar kemungkinan kandungan kalsium tinggi tersebut dapat menghasilkan pembentukan gel $\text{Ca}(\text{OH})_2$ walaupun pencampurannya dibawah waktu 10 menit. Keberadaan ketiga gugus hidroksil baik $\text{Si}(\text{OH})_4$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, dan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ tentunya mengurangi kadar alumina dan silika tetrahedral, $[\text{AlO}_4][\text{SiO}_4]$ yang reaktif untuk proses pembentukan struktur geopolimer selanjutnya yaitu melalui proses polimerisasi. Selain itu jika seluruh kandungan silika (23,59%) dan alumina (10,61%) dalam abu terbang ini diasumsikan reaktif seluruhnya jumlahnya pun masih relatif rendah. Disolusi alumina dari abu terbang membentuk Al^{3+} jauh lebih sulit dibandingkan dengan disolusi silika menjadi Si^{4+} . Pencampuran abu terbang dengan kandungan CaO 16.6% ke dalam 10 M NaOH dalam waktu 10 menit dapat menghasilkan hingga 600 ppm Si^{4+} dan hanya 100-130 ppm untuk Al^{3+} [31]. Viskositas yang rendah pada mekanisme pencampuran tipe II memberi ruang gerak yang cukup untuk proses disolusi silika dan alumina dari abu terbang sehingga dapat berlangsung lebih baik.

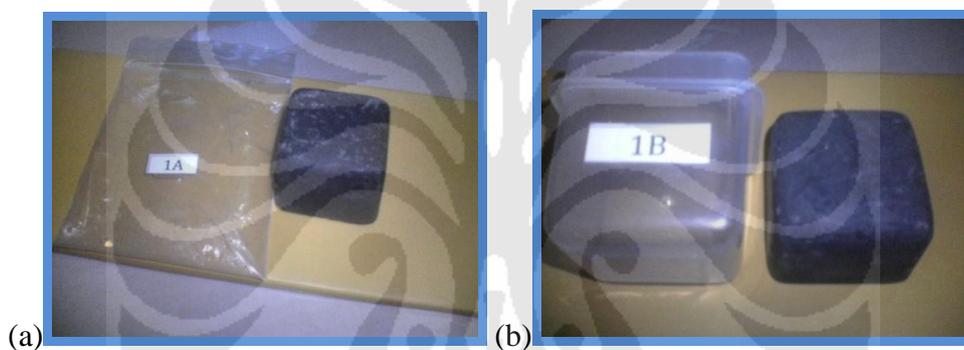
Beberapa hal yang telah dipaparkan di atas tersebut menyebabkan perbedaan kuat tekan yang cukup signifikan antara mekanisme pencampuran tipe I dan tipe II. Proses disolusi yang baik pada tipe II tidak serta merta memberikan dampak serupa pada proses polikondensasinya mengingat baik sampel 1A maupun 1B memiliki kecepatan pembentukan di bawah 1 menit setelah dituang ke cetakan. Dengan kata lain pembentukan gel kalsium dihidroksil dapat terjadi pula pada mekanisme pencampuran tipe II hanya saja pembentukan tersebut terjadi saat adonan telah dituang ke cetakan dan dapat mengisi ruang cetakan dengan

baik sehingga tidak mengganggu proses disolusi. Penjelasan lebih lanjut mengenai fenomena ini dapat dijelaskan melalui analisis grafik hasil pengujian TGA pada Bab 4.4.

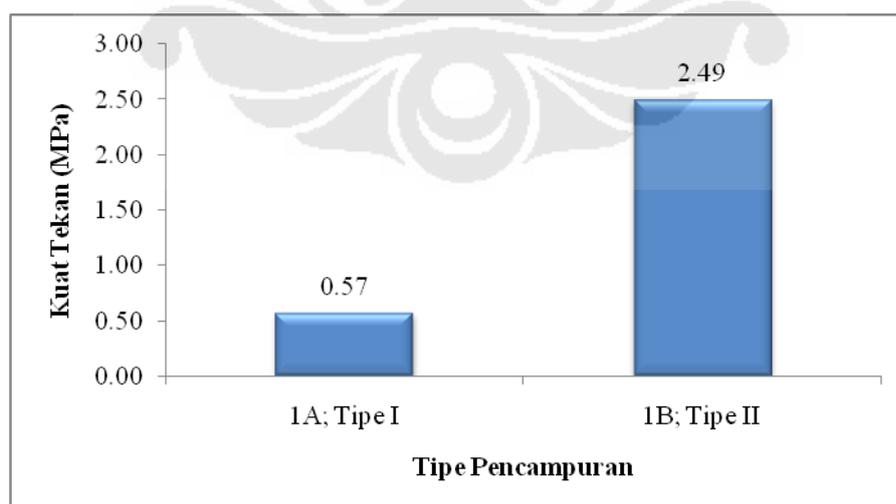
Tabel 4.3 Data Sampel dengan Mekanisme Pencampuran Berbeda

No.	Komposisi (% berat)			Tipe Pencampuran	Waktu Keras (hari)	Gaya (Kg)	Luas (cm ²)	Kuat Tekan (MPa)	
	Abu Terbang	NaOH	Na ₂ Si ₃ O ₇						H ₂ O
1A	31	7	41	21	I	16 T _R	81,63	14,29	0,57
1B	31	7	41	21	II	16 T _R	349,48	14	2,49

T_R: temperatur ruang



Gambar 4.1 (a) Foto Sampel 1A; (b) Foto Sampel 1B



Gambar 4.2 Grafik Korelasi Antara Tipe Pencampuran dengan Kuat Tekan Pada Komposisi (31:7:41:21)

4.1.2 Variasi Kadar Natrium Hidroksida

Enam buah sampel dengan variabel peubah kadar natrium hidroksida dibuat untuk melihat pengaruhnya terhadap kuat tekan, adapun komposisi campurannya dapat dilihat pada Tabel 4.4. Ke-enam buah sampel tersebut dibuat menggunakan mekanisme pencampuran tipe II karena memiliki *workability* yang lebih baik.

Observasi visual di laboratorium memperlihatkan bahwa penurunan kandungan natrium hidroksida untuk sampel 2 hingga 3D tidak memberikan pengaruh yang signifikan pada *workability*. Ke-empat adonan tersebut menghasilkan adonan yang encer sehingga memiliki kemampuan yang baik dalam mengisi ruang cetakan sehingga permukaan sampel yang dihasilkan halus dan berwarna hitam seperti dapat dilihat pada Gambar 4.3. Terlalu rendahnya kandungan natrium hidroksida pada sampel 3E dan sama dengan nol pada sampel 3F mengakibatkan buruknya *workability* kedua sampel tersebut. Untuk dapat mengisi ruang cetakan kedua sampel tersebut dikompaksi manual. Kedua adonan tersebut tidak lengket namun proses kompaksi untuk sampel 3F lebih baik dibanding 3E. Sampel 3E dan 3F berwarna abu-abu pekat dengan permukaan kasar. Terlebih pada sampel 3F dapat dilihat pada Gambar 4.3 bahwa partikel abu terbang tidak dapat berikatan secara fisik dengan penyusun lainnya tanpa keberadaan natrium hidroksida.

Hasil pengujian tekan ke enam sampel tersebut digambarkan melalui grafik pada Gambar 4.4 dimana ordinatnya merupakan kuat tekan sedangkan absisnya berupa perbandingan jumlah atom aluminium dan natrium. Rasio atom Al/Na yang digunakan berasal dari perhitungan teoritis dari komposisi penyusun adonan awal dimana diasumsikan prekursor 100% reaktif. Al dikontribusikan oleh abu terbang, sedangkan Na merupakan kontribusi dari natrium hidroksida dan natrium silikat. Dari grafik tersebut secara statistik dapat dinyatakan bahwa variasi ordinat dalam hal ini kuat tekan hanya dipengaruhi sebesar 43,5% dari variasi axis yaitu rasio atom Al/Na. Atau secara umum, kuat tekan memiliki tendensi negatif dengan peningkatan rasio molar Al/Na. Khususnya dalam kasus ini dimana variabel tak tetap hanya kadar natrium hidroksida maka dapat dikatakan bahwa

penurunan kadar natrium hidroksida menyebabkan penurunan pada nilai kuat tekan.

Natrium hidroksida berperan dalam memutuskan ikatan pada silika dan alumina pada abu terbang untuk membentuk $[\text{SiO}_4]$ dan $[\text{AlO}_4]^-$ atau disebut sebagai proses disolusi [31]. Selanjutnya sebagai substansi yang menimbulkan sifat basa pada larutan, keberadaan natrium hidroksida dinilai cukup penting dalam pembentukan struktur geopolimer tahap dua yaitu proses polikondensasi dimana hanya dapat terjadi dalam lingkungan yang cukup basa. Fenomena tingkatan kebasaaan pada pembentukan struktur geopolimer akan dibahas pada Bab 4.1.5.

Tabel 4.4 Data Sampel dengan Variasi Kadar Natrium Hidroksida

No.	Komposisi (gr)				Waktu Keras* (hari)	Gaya (Kg)	Luas (cm^2)	Kuat Tekan (MPa)
	Abu Terbang	NaOH	$\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$	H_2O				
2	20,78	4,976	25,804	14	16 T _R	402,65	14,22	2,83
3B	20,78	3,976	25,804	14	16 T _R	158,00	14,18	1,11
3C	20,78	2,976	25,804	14	16 T _R	366,97	13,91	2,64
3D	20,78	1,976	25,804	14	16 T _R	280,33	13,83	2,03
3E	20,78	0,976	25,804	14	16 T _R	163,09	14,39	1,13
3F	20,78	0	25,804	14	16 T _R	117,23	14,40	0,81

*Dikeraskan 5 jam dalam oven 70°C

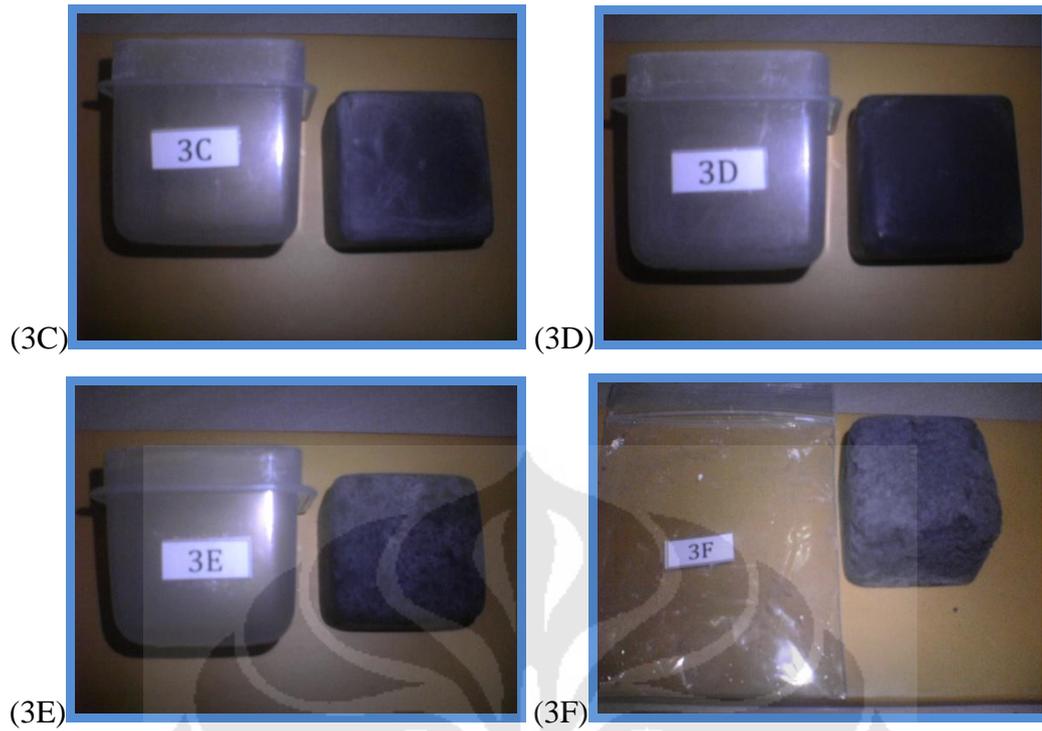
T_R: temperatur ruang



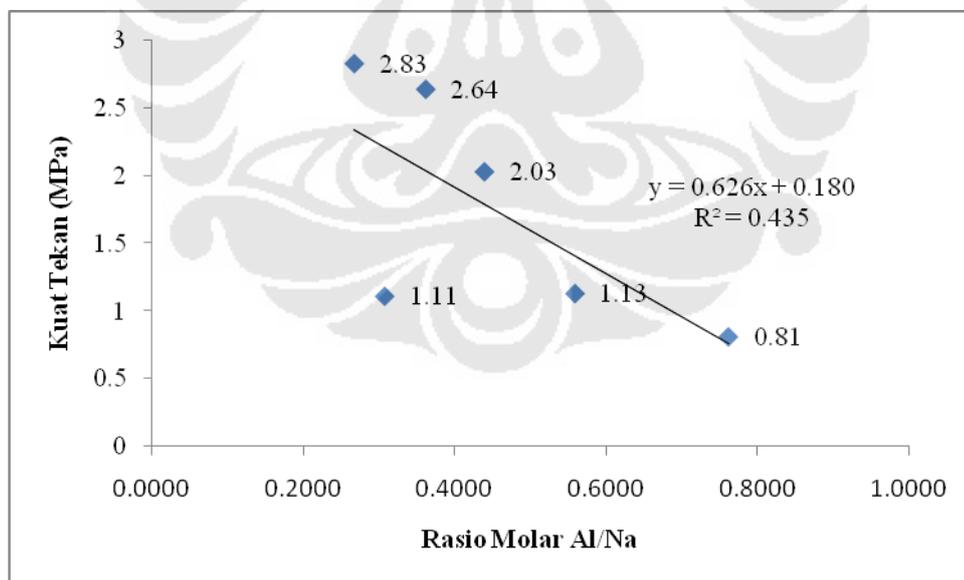
(2)



(3B)



Gambar 4.3 Foto Sampel 2, 3B, 3C, 3D, 3E, dan 3F



Gambar 4.4 Grafik Pengaruh Rasio Atom Al/Na Terhadap Kuat Tekan

4.1.3 Variasi Kadar Natrium Silikat

Lima buah sampel dengan variabel peubah kadar natrium silikat dibuat dengan komposisi dan perlakuan yang sama seperti tertera pada Tabel 4.5. Natrium silikat digunakan karena dapat larut bersama air dimana selanjutnya natrium silikat menyumbangkan kation Na^+ sebagai penyeimbang muatan dalam struktur *cross-linked* aluminosilikat. Kadar natrium silikat harus optimum dimana cukup dalam memenuhi kebutuhan kation monovalen penyeimbang dalam proses polikondensasi tanpa mengakibatkan terbentuknya natrium karbonat di permukaan sebagai efek kelebihan kandungan natrium silikat [32].

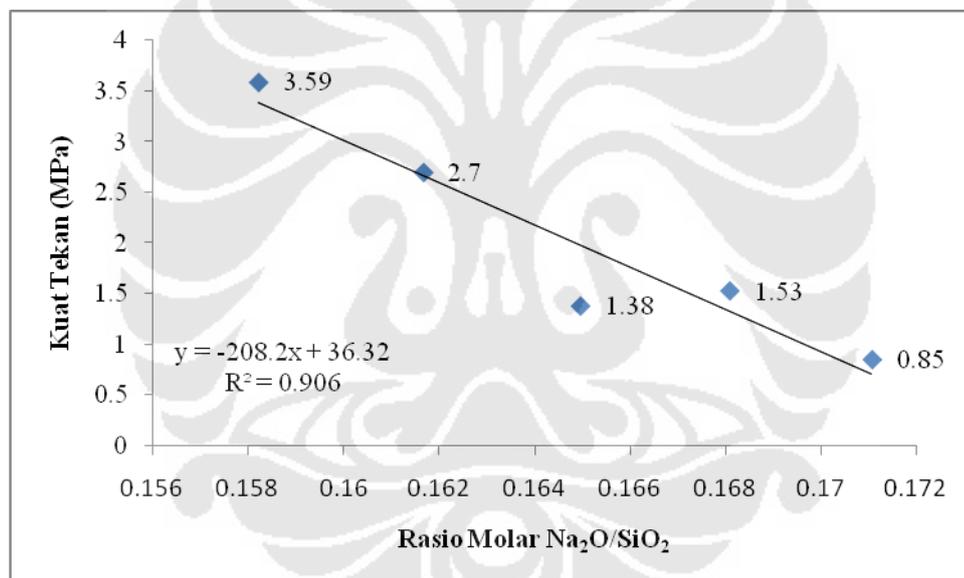
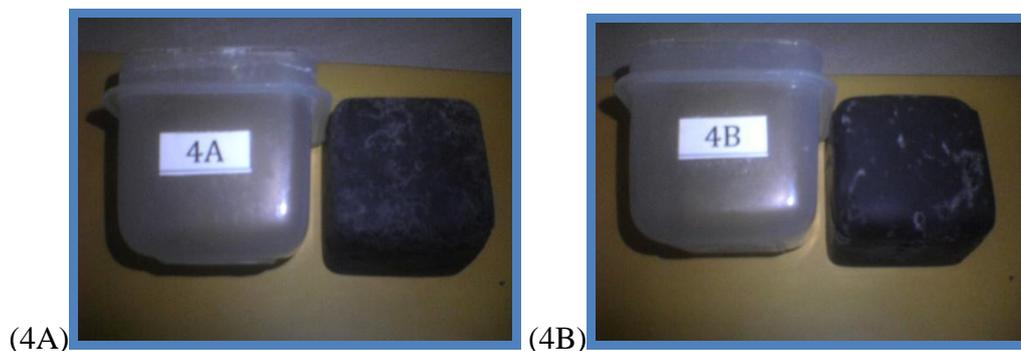
Melalui grafik pada Gambar 4.5 dapat dilihat korelasi antara rasio molar empiris $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ sebagai axis terhadap kuat tekan sebagai koordinat. Na_2O terkandung dalam $\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$ sedangkan SiO_2 terkandung baik di dalam prekursor maupun natrium silikat. Secara statistik dapat dinyatakan bahwa 90,6% variasi sumbu-y disebabkan oleh sumbu-x. Artinya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ memiliki korelasi yang kuat dengan kuat tekan dimana nilai kuat tekan meningkat seiring penurunan rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Hal tersebut dapat terjadi karena meningkatnya kadar natrium silikat turut meningkatkan viskositas sehingga untuk sampel 4A, 4B, dan 4C memiliki *workability* yang buruk seperti dapat terlihat melalui permukaan sampel yang kasar dan tidak terisi seluruhnya pada Gambar 4.6. Sampel 4D dan 4E memiliki tampak permukaan akhir yang halus sehingga nilai kuat tekannya tinggi. Fenomena ini menjelaskan betapa berpengaruhnya viskositas di dalam suatu adonan yang selanjutnya akan berpengaruh pada *workability*.

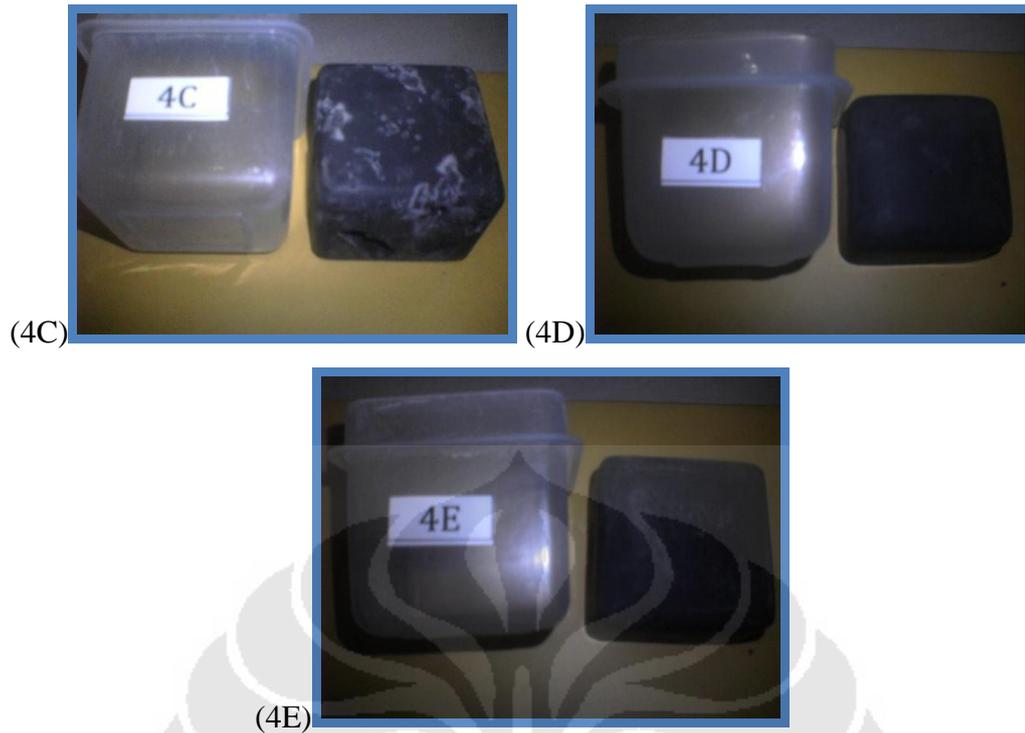
Tabel 4.5 Data Sampel dengan Variasi Kadar Natrium Silikat

No.	Komposisi (gr)			Waktu Keras* (hari)	Gaya (Kg)	Luas (cm ²)	Kuat Tekan (MPa)	
	Abu Terbang	NaOH	Na ₂ Si ₃ O ₇					H ₂ O
4A	20,78	1,976	24,804	14	16 T _R	122,32	14,31	0,85
4B	20,78	1,976	23,804	14	16 T _R	214,07	13,95	1,53
4C	20,78	1,976	22,804	14	16 T _R	193,68	14,05	1,38
4D	20,78	1,976	21,804	14	16 T _R	377,166	13,95	2,7
4E	20,78	1,976	20,804	14	16 T _R	499,49	13,92	3,59

*Dikeraskan 5 jam dalam oven 70°C

T_R: temperatur ruang

**Gambar 4.5** Grafik Pengaruh Rasio Molar Na₂O/SiO₂ Terhadap Kuat Tekan



Gambar 4.6 Foto Sampel 4A-4E

4.1.4 Variasi Temperatur Pengerasan

Empat buah komposisi berbeda dengan total waktu pengerasan yang sama masing-masing dibuat dua buah sampel dimana satu sampel dikeraskan dalam temperatur ruang dan yang satunya dikeraskan beberapa jam dalam oven dengan suhu 70°C seperti tertera pada Tabel 4.6. Selanjutnya dapat dilihat melalui grafik perbandingan antara pengerasan pada temperatur ruang dan temperatur 70°C pada Gambar 4.7 bahwa kuat tekan untuk masing-masing komposisi yang dikeraskan beberapa waktu pada temperatur 70°C memiliki kuat tekan yang lebih tinggi dibandingkan jika dikeraskan pada temperatur ruang.

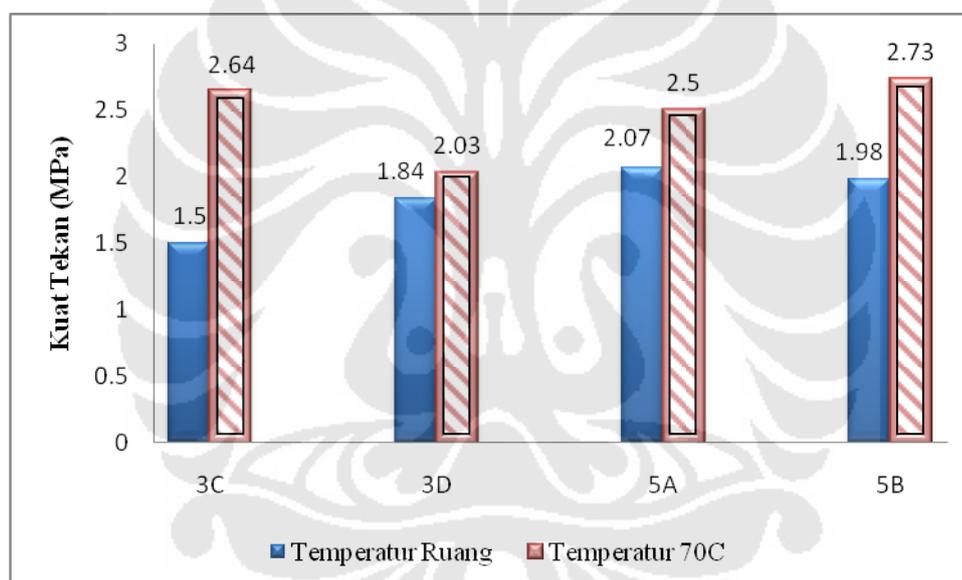
Pengerasan merupakan gabungan antara proses disolusi dan polimerisasi dimana lebih berkaitan dengan aspek kinetika dibanding termodinamika. Laju pengerasan meningkat dengan peningkatan temperatur hingga dibawah temperatur didih air (100°C) dimana proses polikondensasi/*cross-linking* meningkat. Temperatur pengerasan di atas 100°C tidak menguntungkan untuk proses disolusi dimana air yang dibutuhkan sebagai media reaksi menguap [33].

Tabel 4.6 Data Sampel dengan Variasi Temperatur Pengerasan

No.	Komposisi (%berat)				Kuat Tekan (MPa)	
	Abu Terbang	NaOH	Na ₂ Si ₃ O ₇	H ₂ O	T _R	T _{70°C}
3C	32	5	41	22	1,5	2,64
3D	33	3	41,25	22,25	1,84	2,03
5A	40	2,5	13	44,5	2,07	2,5
5B	40	2,5	13	44,5	1,98	2,73

T_R : temperatur ruang selama 16 hari

T_{70°C} : 24 jam dalam oven 70°C + 15 hari temperatur ruang

**Gambar 4.7** Grafik Perbandingan Temperatur Pengerasan Terhadap Kuat Tekan

4.1.5 Pengaruh Tingkat Kebasaan

Kelima sampel dengan komposisi dan perlakuan berbeda, tingkat kebasaaan adonan natrium silikat dan natrium hidroksidanya diukur menggunakan pH meter seperti tertera dalam Tabel 4.7. Sebagaimana diketahui proses polikondensasi pada geopolimer hanya dapat berlangsung pada lingkungan dengan tingkat kebasaaan yang cukup tinggi yaitu pada pH 14. Dapat dilihat pada Gambar 4.8 bahwa kuat tekan optimum dihasilkan oleh pH 11,944, selanjutnya penurunan

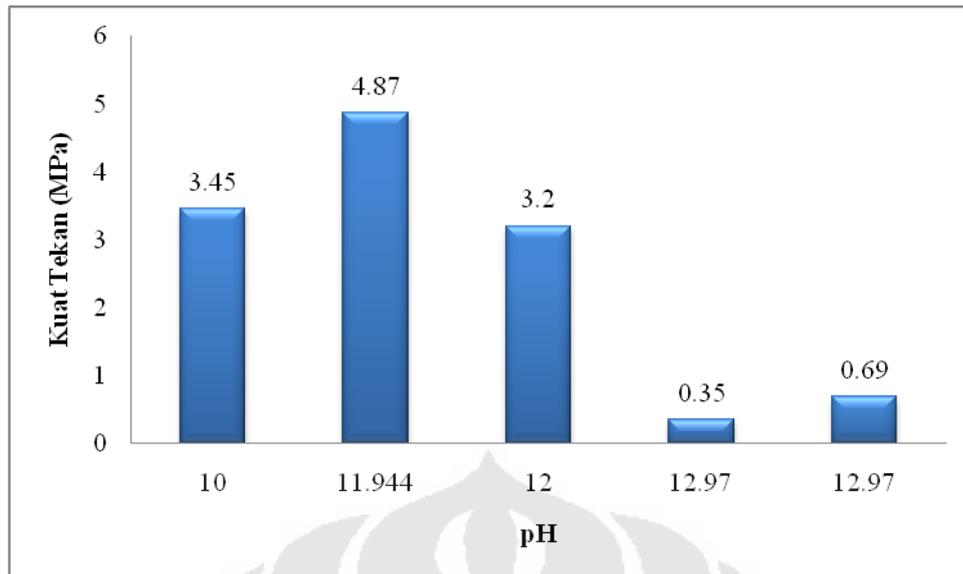
kuat tekan terjadi dengan peningkatan pH hingga 12,97. Hal tersebut bertolak belakang dengan tingkat kebasaaan yang dibutuhkan pada pembuatan geopolimer, sedangkan pH 12 merupakan tingkat kebasaaan yang mendukung terbentuknya kalsium silikat hidrat (CSH). CSH yang terbentuk terdeteksi melalui pengujian difraksi sinar-X.

Pada pH 12,97 dihasilkan sampel berwarna hitam mengkilat dimana di permukaannya terdapat banyak air seperti ditunjukkan oleh Gambar 4.9. Sampel ini secara visual tidak menunjukkan gejala pengerasan yang umumnya terjadi hingga waktu yang lama. Nilai kuat tekan yang didapat juga sangat rendah. Hal ini berkaitan dengan meningkatnya viskositas pada adonan seperti telah dikemukakan sebelumnya, meski tidak berdampak buruk dengan *workability*.

Tabel 4.7 Data Sampel dengan pH Berbeda

No.	Komposisi (%berat)				pH	Waktu Keras (hari)	Gaya (Kg)	Luas (cm ²)	Kuat Tekan (MPa)
	Abu Terbang	NaOH	Na ₂ Si ₃ O ₇	H ₂ O					
7	39,93	0,15	19,96	39,93	10	16 T _R	693,17	20,1	3,45
3A	36	7	37	20	11,944	16 T _R	682,97	14,03	4,87
8	40,2	12,58	15,73	31,46	12	16 T _R	805,30	25,18	3,20
9A	37,85	18,02	9,01	35,11	12,97	16 T _R	86,65	25	0,35
9C	37,5	17,86	8,93	35,71	12,97	16 T _R	173,29	25	0,69

T_R: temperatur ruang



Gambar 4.8 Grafik Pengaruh pH Terhadap Kuat Tekan



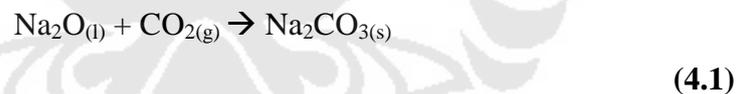
Gambar 4.9 Foto Sampel 9A dengan pH 12,97

4.2 Analisis Hasil Pengamatan SEM dan Pengujian XRF

Pengamatan SEM dilakukan pada sampel 6A dan 6B dengan perbesaran 3000 kali dimana sampel yang diambil merupakan sisa patahan pengujian tekan. Sampel 6A dan 6B memiliki komposisi dan perlakuan yang sama seperti tertera pada Tabel 4.8, namun dapat dilihat pada Gambar 4.10 bahwa kuat tekan sampel 6B lebih besar 34% dari kuat tekan sampel 6A. Fenomena tersebut dapat dijelaskan melalui perbandingan pengamatan SEM kedua sampel tersebut.

Pada sampel 6A terlihat adanya partikel-partikel abu terbang yang berbentuk butiran (*granular*), selain itu juga terdapat partikel-partikel yang berbentuk serpihan seperti jarum (*needle-like*) seperti dapat dilihat dalam Gambar 4.11. Partikel jarum yang memiliki panjang sebesar 4,29 μm tersebut kemungkinan merupakan karbonat. Pembentukan karbonat dapat terjadi karena adanya reaksi ion alkali dengan karbondioksida di udara terbuka pada permukaan sampel [32]. Dalam kasus ini dapat dimungkinkan terbentuknya natrium atau kalsium karbonat.

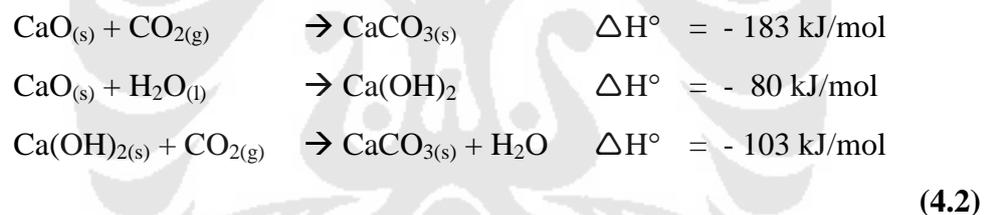
Natrium silikat menyumbangkan ion alkali Na^+ sebagai penyeimbang muatan dalam pembentukan struktur *cross-linked* aluminosilikat baik dalam bentuk sialat [-Si-O-Al-O-], sialat siloxo [-Si-O-Al-O-Si-O-], maupun sialat disiloxo [-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-] [4], dimana tidak ada ikatan [-Al-O-Al-] yang mungkin terbentuk [34]. Pembentukan karbonat terjadi setelah proses polikondensasi dimana ion Na^+ yang terlarut dalam air hasil sampingan reaksi polikondensasi bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan karbondioksida dari udara seperti pada persamaan 4.1. Adanya ion Na^+ yang terlarut menandakan adanya natrium silikat berlebih.



Menghindari kontak sampel dengan udara sangat penting dilakukan saat proses polimerisasi akan maupun sedang berlangsung. Pembentukan natrium karbonat pada sampel 6A membuktikan adanya natrium silikat berlebih pada adonan tersebut setelah proses polikondensasi diasumsikan telah selesai. Namun kelebihan tersebut tidak disebabkan oleh berlebihnya kadar natrium silikat yang ditambahkan meskipun rasio Al/Na untuk sampel tersebut sebesar 0,29 karena hal serupa tidak terjadi pada sampel 6B. Adanya ion Na^+ yang tidak bereaksi mengindikasikan keadaan prekursor yang tidak reaktif atau proses polikondensasi yang tidak sempurna. Selain menghasilkan karbonat, dapat pula dihasilkan beberapa senyawa lain seperti natrium silikat, natrium silikat hidrat, natrium aluminat dan sebagainya atau senyawa zeolit.

Analisis di atas didukung dengan perbandingan pengamatan SEM sampel 6B pada Gambar 4.9 dimana karbonat tidak ditemukan. Dari pengamatan tersebut hanya terlihat partikel abu terbang yang memiliki diameter 2,67 dan 3,51 μm . Sampel 6B memiliki kuat tekan yang lebih besar karena proses polimerisasinya berlangsung lebih baik dibandingkan dengan sampel 6A dimana karbonat terbentuk. Dengan mempertimbangkan bahwa sampel 6A dan 6B memiliki komposisi dan perlakuan yang sama, penjelasan mengenai kelebihan natrium karbonat mungkin bukan penjelasan yang cukup potensial untuk menjelaskan fenomena tersebut.

Ada hal yang cukup potensial menyebabkan hal tersebut yaitu kandungan kalsium tinggi. Seperti telah dikemukakan dalam analisis Bab 4.1.1, keberadaan CaO sebesar 44% dalam prekursor dapat menyebabkan pembentukan gel $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Selain itu kandungan kalsium tinggi memungkinkan migrasi kation Ca^{2+} ke permukaan dan bereaksi dengan karbondioksida membentuk kalsium karbonat seperti Persamaan 4.2.



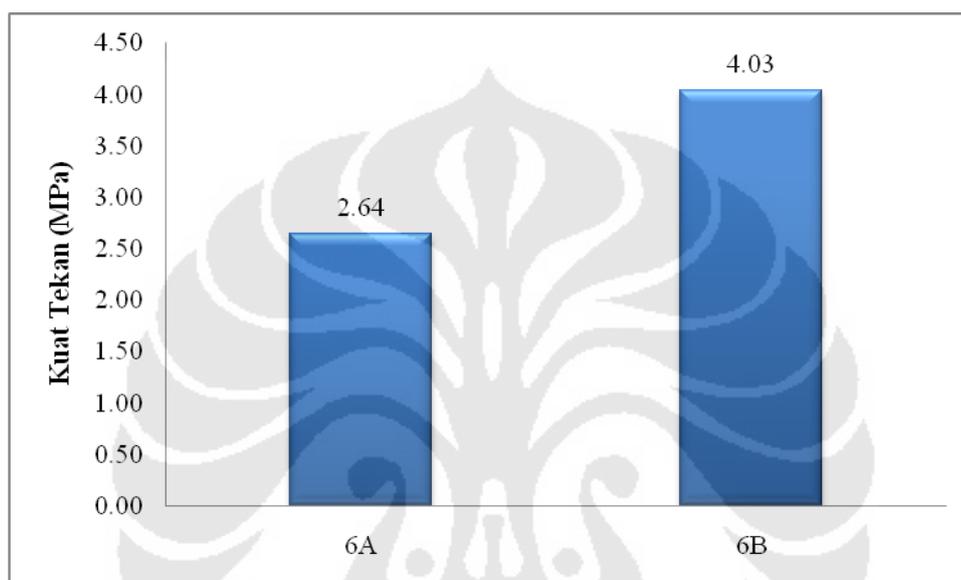
Meskipun jumlah kalsium yang terkandung dalam kedua sampel sama namun pembentukan karbonat hanya terjadi pada sampel yang memiliki kuat tekan lebih rendah seperti dapat dilihat pada Gambar 4.12 dimana karbonat tidak terdeteksi. Hal tersebut berkaitan dengan perilaku kalsium tinggi di dalam struktur geopolimer tersebut. Dimana dalam sampel 6B dimungkinkan kalsium membentuk gel $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Sedangkan pada sampel 6A terdapat kalsium yang tidak bereaksi membentuk gel $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang kemudian bermigrasi ke permukaan dan bereaksi dengan karbondioksida membentuk kalsium karbonat.

Sebagai data pendukung dapat dilihat komposisi kimia penyusun sampel 6A dan 6B pada Tabel 4.9, dimana pada sampel 6A terdeteksi kalsium sebesar 39,9236% sedangkan pada sampel 6B terdeteksi kandungan kalsium yang lebih rendah yaitu sebesar 31,8883%.

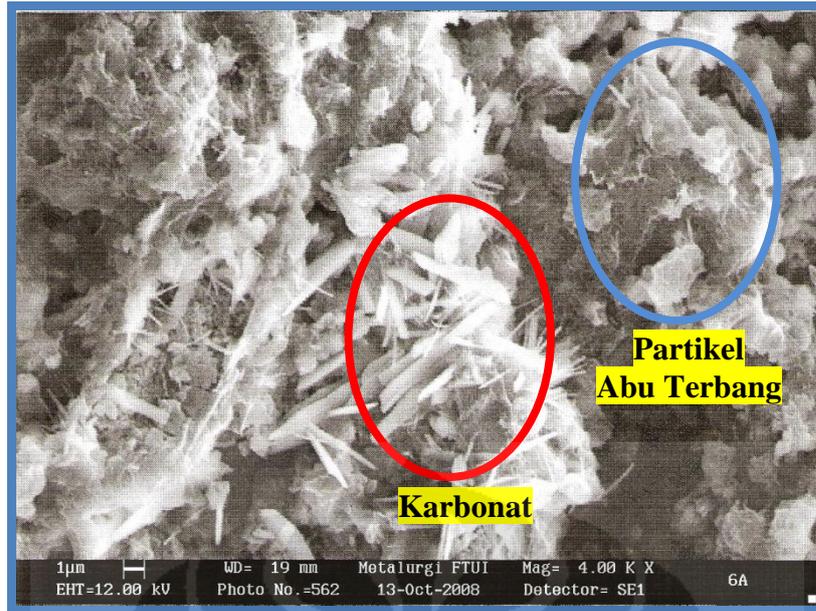
Tabel 4.8 Data Dua Sampel dengan Komposisi dan Perlakuan Yang Sama

No.	Komposisi (% berat)				Waktu Keras (hari)	Gaya (Kg)	Luas (cm ²)	Kuat Tekan (MPa)
	Abu Terbang	NaOH	Na ₂ Si ₃ O ₇	H ₂ O				
6A	40	11,42	20	28,57	16 T _R	535,168	20,25	2,64
6B	40	11,42	20	28,57	16 T _R	805,301	19,96	4,03

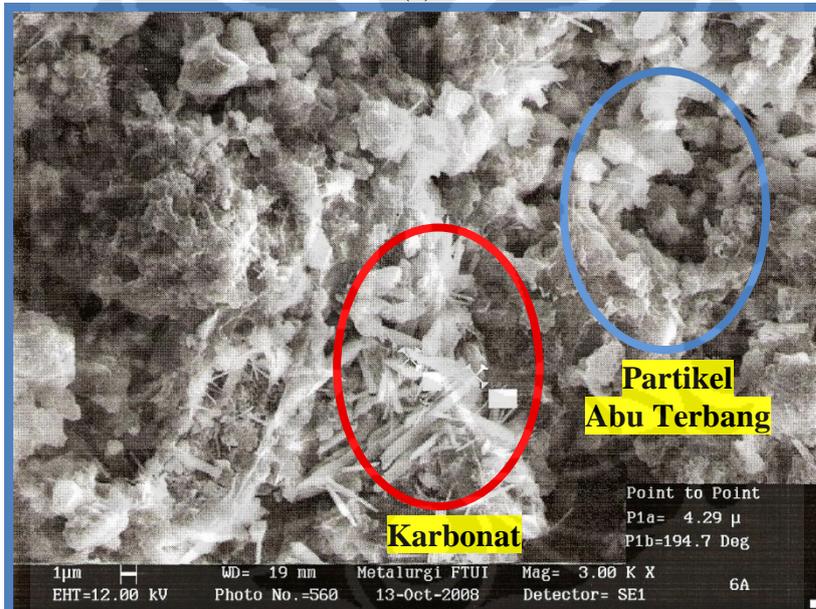
T_R: temperatur ruang



Gambar 4.10 Grafik Perbedaan Kuat Tekan Dua Sampel dengan Komposisi & Perlakuan Sama

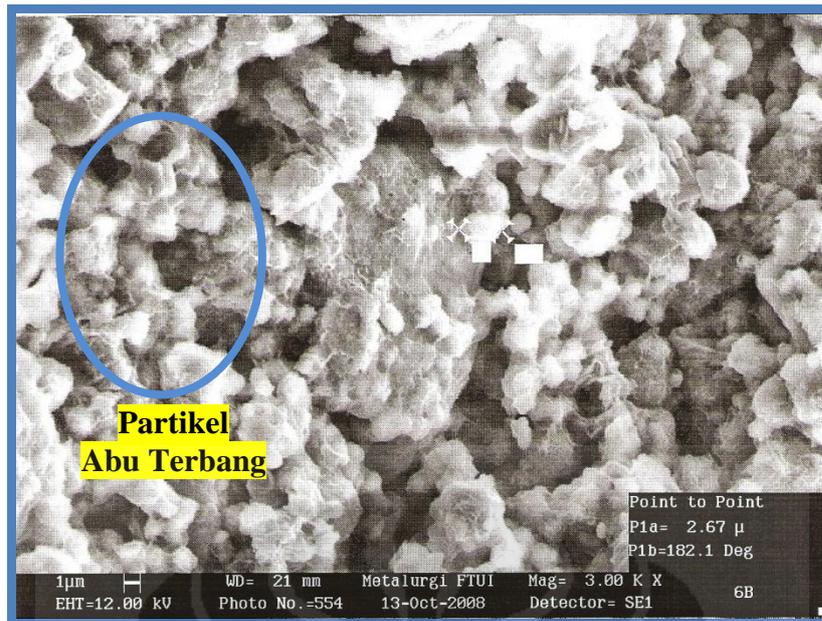


(a)

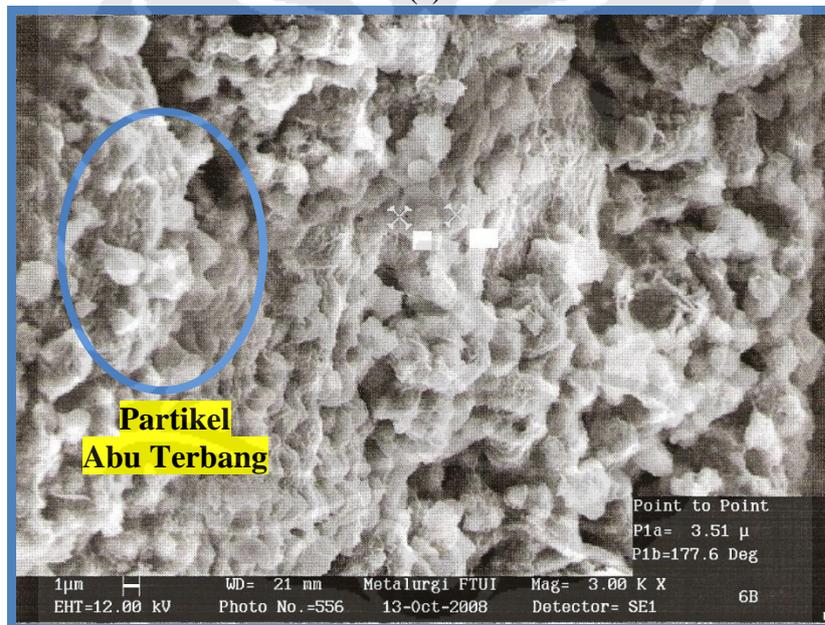


(b)

Gambar 4.11 (a) Hasil Pengamatan SEM Sampel 6A
 (b) Pengukuran Besar Partikel Penyusun Sampel 6A Melalui SEM



(a)



(b)

Gambar 4.12 (a) Hasil Pengamatan SEM Sampel 6B
(b) Pengukuran Besar Partikel Penyusun Sampel 6B Melalui SEM

Tabel 4.9 Komposisi Kimia Sampel 6A dan 6B Berdasarkan Pengujian XRF

6A				
No.	Unsur	%Berat	Senyawa	%Berat
1	Na	12,8955	Na ₂ O	14,2042
2	Al	5,0497	Al ₂ O ₃	7,2463
3	Si	16,2306	SiO ₂	25,4807
4	S	15,2524	S	10,4690
5	K	2,2781	K ₂ O	1,7558
6	Ca	39,9236	CaO	34,2065
7	Ti	0,5963	TiO ₂	0,5554
8	Fe	7,7737	Fe ₂ O ₃	6,0821

6B				
No.	Unsur	%Berat	Senyawa	%Berat
1	Na	25,2872	Na ₂ O	27,6309
2	Al	5,0505	Al ₂ O ₃	6,8992
3	Si	16,7159	SiO ₂	24,9611
4	S	12,5365	S	8,1475
5	K	1,3865	K ₂ O	1,0150
6	Ca	31,8883	CaO	26,0161
7	Ti	0,4944	TiO ₂	0,4354
8	Fe	6,6409	Fe ₂ O ₃	4,8948

4.3 Analisis Hasil Pengujian XRD

Dalam terminologi geopolimer baik prekursor maupun produk akhir memiliki keteraturan jangka pendek atau amorf [33]. Hasil pengujian XRD terhadap tujuh sampel berbeda tertuang dalam grafik difraksi sinar-X pada Gambar 4.10.

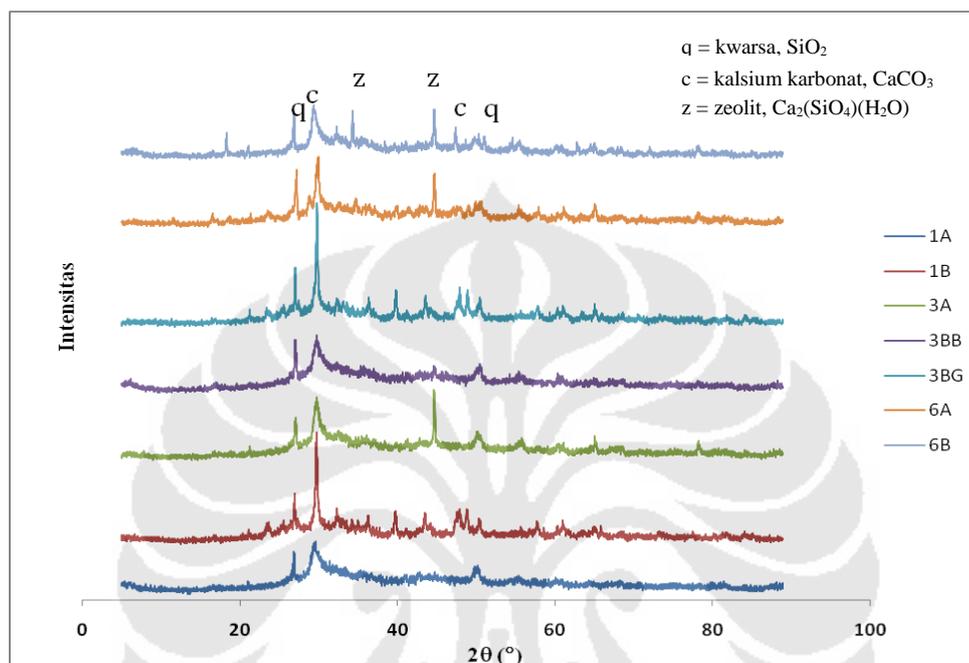
Dari hasil pengujian XRD terlihat bahwa fasa yang dominan dalam ketujuh sample geopolimer yang diuji adalah kalsium karbonat, CaCO_3 yang terdeteksi pada $2\theta = 29.735; 29.355; 29.775; 29.675; 29.755; 29.950; \text{ dan } 29.335$ untuk sampel-sampel 1A, 1B, 3A, 3BB, 3BG, 6A, dan 6B secara berurutan. Fasa CaCO_3 ini kemungkinan berasal dari kandungan 44% kalsium dalam abu terbangnya sendiri dan dari hasil sampingan reaksi polikondensasi dimana Ca dari $\text{Ca}(\text{OH})_2$ akan membentuk CaCO_3 pada permukaan setelah kontak dengan udara sekitar. Fasa lainnya yang terdeteksi adalah kwarsa (SiO_2) dan kalsium silikat hidrat.

Puncak utama dari kwarsa terdeteksi pada $2\theta = 26.940; 26.850; 26.995; 27.010; 27.200; \text{ dan } 26.860$ untuk sampel-sampel 1A, 1B, 3A, 3BB, 3BG, 6A, dan 6B secara berurutan. Kwarsa yang terdeteksi pada sampel geopolimer kemungkinan hanya berasal dari abu terbang. Meskipun pada saat proses pencampuran bahan baku geopolimer dimasukkan juga SiO_2 yang berasal dari natrium silikat, namun seluruh SiO_2 ini bereaksi membentuk alumino silikat yang amorf, yang tidak dapat terdeteksi oleh pengujian XRD. Puncak-puncak lainnya dari kwarsa dapat dilihat pada Gambar 4.10. Sisa-sisa puncak lainnya dimiliki oleh kalsium silikat hidrat.

Secara umum dapat dikatakan bahwa berdasarkan puncak-puncak utama yang muncul dalam grafik XRD terlihat bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan pada ketujuh jenis sampel yang diuji. Hal ini mengindikasikan bahwa kekuatan impak dari geopolimer tidak ditentukan oleh fasa-fasa yang terbentuk di dalamnya. Terlihat juga bahwa pada beberapa puncak sisa terjadi perubahan derajat kristalinitasnya yang ditunjukkan oleh ketajaman dan intensitas puncaknya.

Selain itu dapat juga dikatakan bahwa metode pencampuran yang berbeda tidak akan mempengaruhi fasa-fasa utama yang terbentuk walaupun kekuatan

tekan yang dihasilkannya berbeda, seperti terlihat pada sampel 1A dan 1B. Khusus untuk sampel 6A dan 6B yang dibuat tanpa adanya perbedaan metode dan komposisi namun menghasilkan kekuatan tekan yang berbeda juga menunjukkan tidak adanya perbedaan yang signifikan pada puncak-puncak utama yang muncul.



Gambar 4.13 Grafik Hasil Pengujian XRD

4.4 Analisis Hasil Pengujian TGA

Pengujian TGA dilakukan untuk sampel 1A, 1B, 6A, dan 6B, dimana dihasilkan grafik TGA untuk ke-empat sampel tersebut secara berturut-turut dapat dilihat pada Gambar 4.14. Dari grafik tersebut dapat diketahui bahwa terjadi penurunan berat seiring dengan kenaikan temperatur. Penurunan berat tersebut mengindikasikan adanya penguapan air dan hidrat. Variabel temperatur dan berat yang hilang dapat membantu untuk menentukan jenis air yang terkandung.

Air merupakan produk sampingan dari proses polikondensasi yang umumnya terperangkap dalam pori tertutup berukuran mikro. Mengingat viskositas dari pasta geopolimer cukup tinggi maka interpretasi TGA menjadi lebih kompleks karena temperatur penguapan air tersebut bergantung pada tebalnya dinding pori. Jika pada jangkauan temperatur tersebut terjadi proses

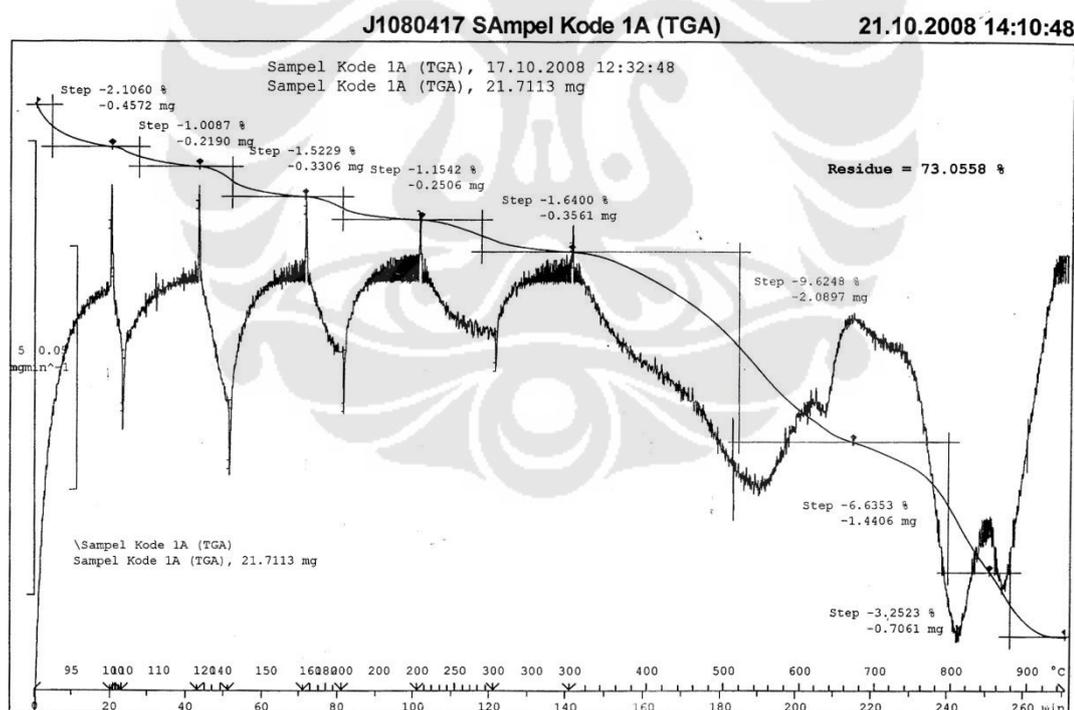
penguapan terhadap hidrat maka hal tersebut dapat menimbulkan kerancuan dalam interpretasi data hasil pengujian TGA. Oleh karena itu geopolimer diasumsikan tidak mengandung hidrat kecuali sejumlah kecil kandungan hidroksil [33]. Menurut Rahier dkk, ada tiga jenis air yang hadir dalam geopolimer yaitu (1) air bebas yang terdapat pada permukaan dan poros besar, (2) air yang terserap dan air pada poros kecil, dan (3) air yang berikatan mungkin dalam gugus Si-OH [33]. Air tipe (1) menguap di bawah temperatur 100°C tanpa menyebabkan penyusutan (*shrinkage*). Keberadaan air tipe (2) dan (3) memepbesarkan struktur *cross-linked* sehingga jika dihilangkan akan menimbulkan ketidakstabilan dimensi. Air yang berikatan umumnya dalam bentuk Si(OH)₄ akan sedikit mengurangi densitas struktur *cross-linked* jika terurai pada temperatur 250-1000°C [35]. Sedangkan air sebagai produk sampingan polikondensasi terurai pada jangkauan temperatur 100-300°C [33].

Perbandingan kehilangan berat seiring kenaikan temperatur sampel 1A, 1B, 6A, dan 6B dapat dilihat pada Gambar 4.15. Terlihat bahwa sampel 6A kehilangan berat tertinggi yaitu hingga 31%. Kehilangan berat pada empat tingkatan temperatur pertama yaitu dari 95-110°C, 110-150°C, 150-200°C, dan 200-300°C, memiliki kecendrungan yang serupa untuk ke-empat sampel tersebut yaitu masing-masing sekitar 1-2% kecuali pada sampel 6B dimana kehilangan berat hingga 9% air bebas pada temperatur 95-110°C. Hal tersebut mendukung terjadinya pembentukan kalsium karbonat dimana ion Ca²⁺ bermigrasi ke permukaan melalui media air bebas yang terkandung.

Dari grafik tersebut pula dapat dinyatakan bahwa kehilangan berat molekul air dalam sampel geopolimer berkisar 2% untuk air bebas (1) yaitu pada jangkauan temperatur 95-110°C, sekitar 4% untuk air sebagai produk polikondensasi (2) pada jangkauan temperatur 110-300°C, dan sekitar 23% untuk air yang berikatan sebagai hidroksil (3) pada jangkauan temperatur 300-950°C. Cukup besarnya kehilangan berat molekul pada range temperatur 300-950°C mendukung analisis perilaku kalsium dalam struktur geopolimer. Kecendrungan pembentukan gugus hidroksil tidak hanya terjadi pada alumina dan silika dimana membentuk Al(OH)₃ dan Si(OH)₄, diperkirakan kalsium lebih dominan dalam membentuk Ca(OH)₂. Ca(OH)₂ merupakan gel yang keberadaannya akan

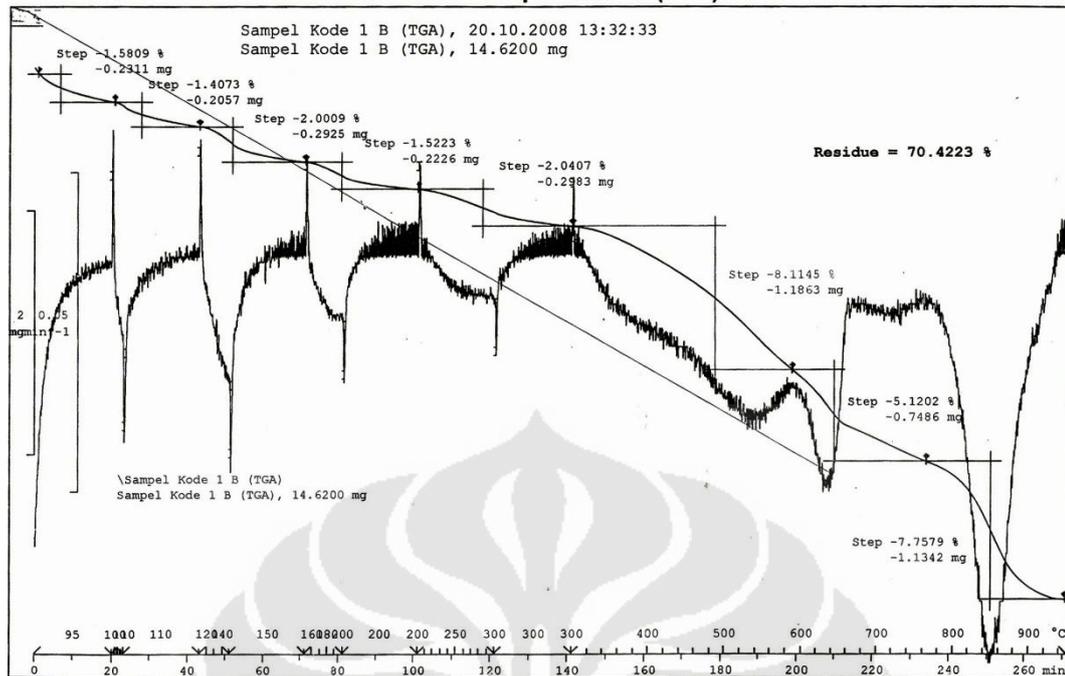
meningkatkan viskositas sehingga dapat menghambat migrasi ion baik dalam proses disolusi maupun polimerisasi. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ selanjutnya akan membentuk CaCO_3 ketika bereaksi dengan CO_2 di udara dimana reaksi ini dikenal sebagai mekanisme pengerasan pada mortar.

Kehilangan berat yang cukup besar pada pengujian TGA temperatur 300-950°C mungkin disebabkan oleh penguraian CaCO_3 menjadi CaO dan CO_2 . Selain itu dimungkinkan pula bahwa kalsium tinggi yang terkandung dalam prekursor tidak semuanya berbentuk CaO yang dalam hal ini bersifat reaktif melainkan dapat berbentuk CaCO_3 seperti yang terdeteksi pada grafik difraksi sinar-X. Kalsium karbonat tidak akan bereaksi selama proses pembentukan geopolimer sehingga kemungkinan terurai pada temperatur 300-950°C pada pengujian TGA.



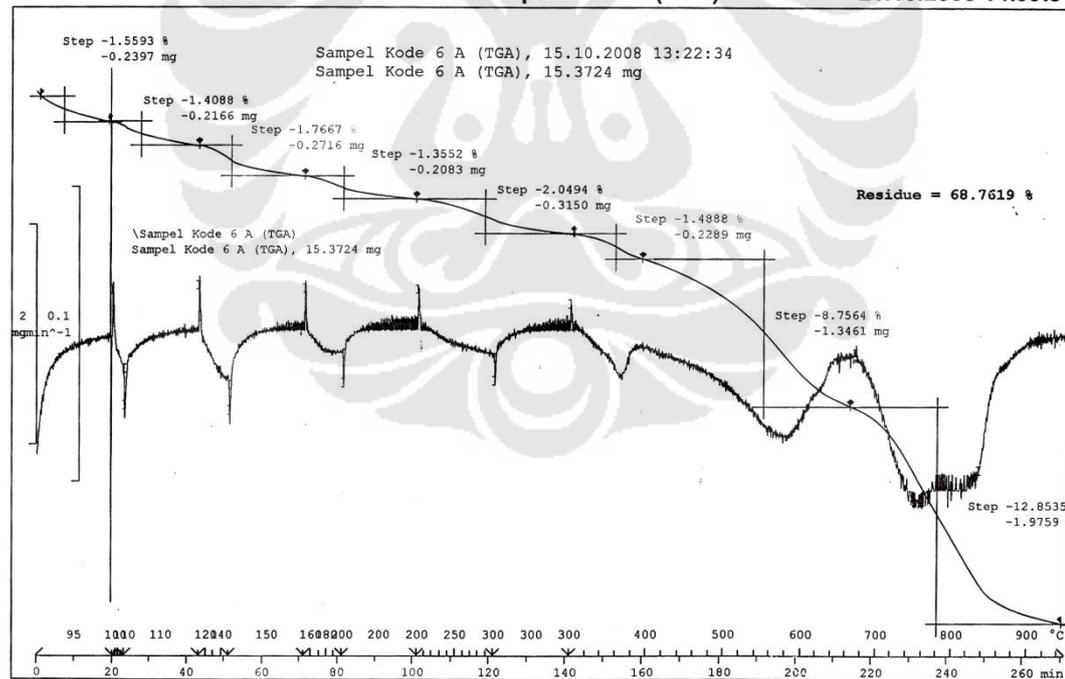
J1080417 Sampel Kode 1B (TGA)

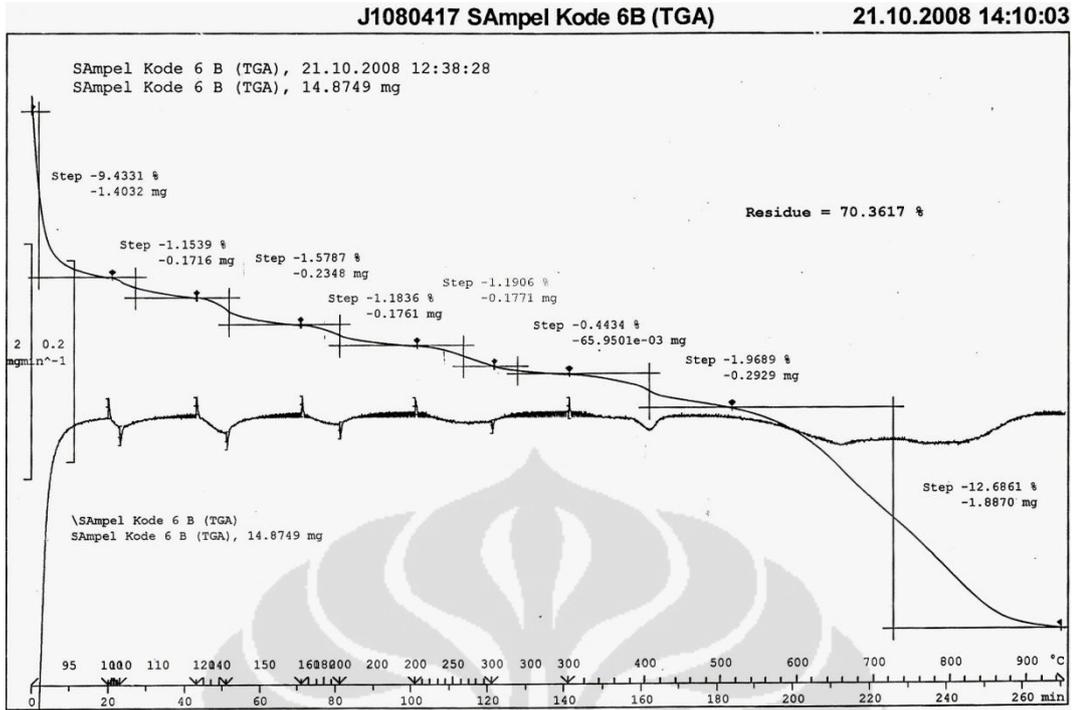
21.10.2008 14:10:26



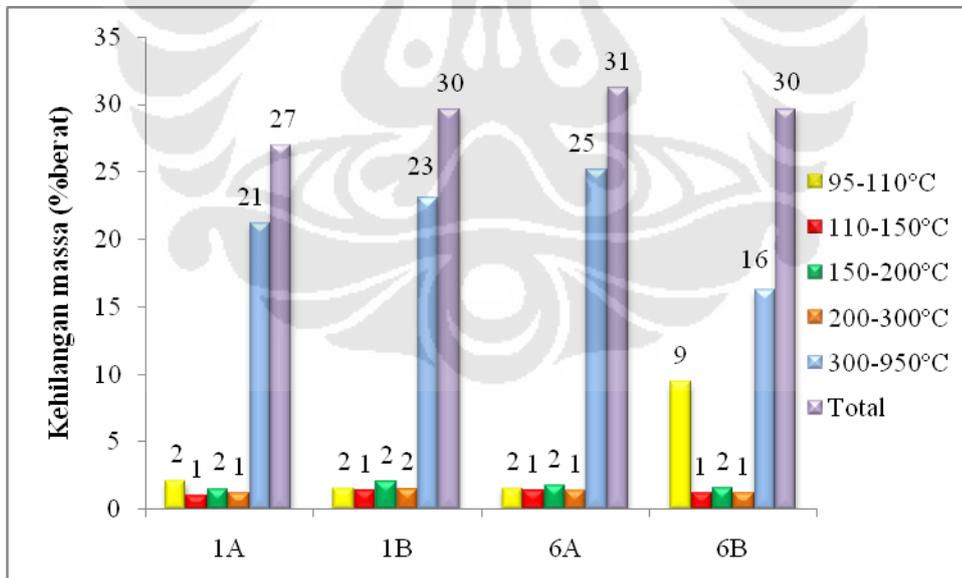
J1080417 Sampel Kode 6A (TGA)

21.10.2008 14:09:34





Gambar 4.14 Grafik Hasil Pengujian TGA Sampel 1A, 1B, 6A, dan 6B



Gambar 4.15 Grafik Perbandingan Kehilangan Massa 4 Sampel melalui Pengujian TGA