

## **IV. HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **A. Pengantar**

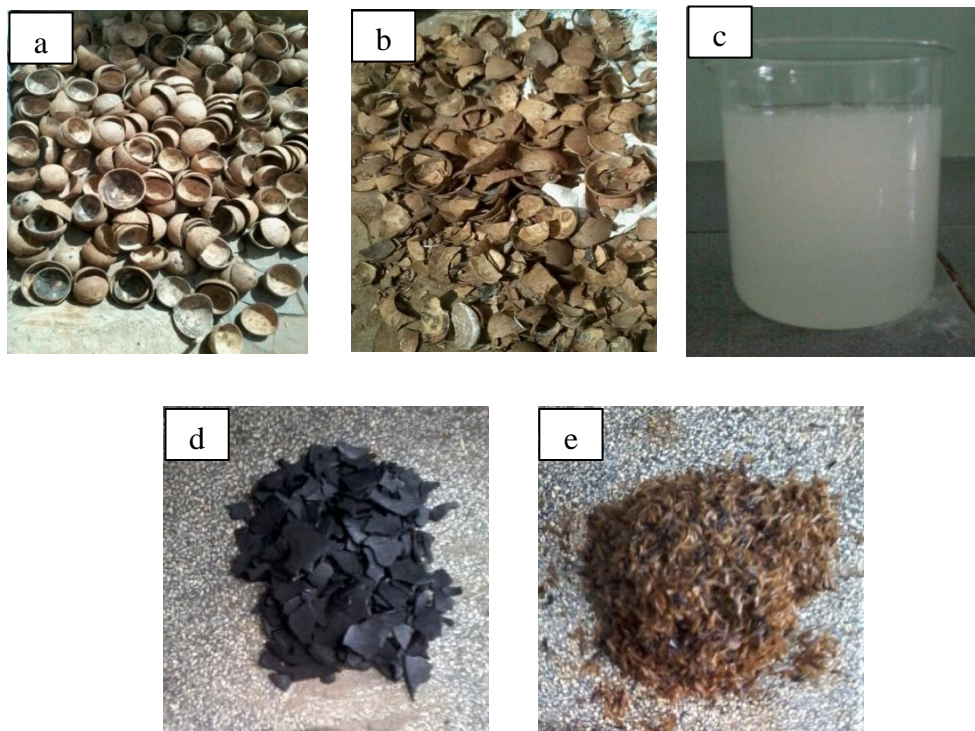
Penelitian ini bertujuan untuk menunjukkan pengaruh suhu sintering terhadap struktur  $\text{Na}_2\text{O}$  dari  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang dihasilkan dari pembakaran tempurung kelapa. Pada penelitian ini untuk mengetahui pengaruh suhu sintering terhadap struktur  $\text{Na}_2\text{O}$  maka dilakukan sintering pada suhu 800, 825 dan 850 °C. Untuk mendapatkan  $\text{Na}_2\text{O}$  dari  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , dilakukan sintesis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang dihasilkan dari pembakaran tempurung kelapa dengan menggunakan metode absorpsi gas  $\text{CO}_2$  hasil pembakaran oleh larutan  $\text{NaOH}$  hingga terbentuk endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Variasi konsentrasi  $\text{NaOH}$  yang digunakan adalah 9 dan 10 M. Endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang diperoleh dari hasil reaksi gas  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  selanjutnya dikeringkan dan dikalsinasi pada suhu 110 °C selama 10 jam. Selanjutnya sampel dilakukan sintering pada suhu 800, 825 dan 850 °C selama 3 jam. Kemudian sampel dikarakterisasi menggunakan FTIR, SEM-EDS, XRD dan DSC-TGA.

### **B. Hasil Sintesis Natrium Karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )**

Sintesis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang dihasilkan dari penelitian ini merupakan sintesis dari gas  $\text{CO}_2$  hasil pembakaran tempurung kelapa yang direaksikan dengan larutan  $\text{NaOH}$

konsentrasi 9 dan 10 M. Proses sintesis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dimulai dengan mempersiapkan bahan-bahan yang dipergunakan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Bahan yang digunakan dalam sintesis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , (a) Tempurung kelapa Kering (b) Tempurung Kelapa yang telah dipecah (c) Larutan NaOH (d) Arang aktif (e) Ekstraksi sekam padi.

Sintesis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  pada penelitian ini dimulai dengan menyiapkan tempurung kelapa kering yang sudah dibersihkan dari sabutnya (Gambar 4.1.a), kemudian dipotong menjadi ukuran yang lebih kecil dan dilakukan pengeringan dibawah sinar matahari (Gambar 4.1.b). Hal ini bertujuan untuk memudahkan proses pembakaran agar pembakaran berlangsung secara merata. Selanjutnya menyiapkan NaOH sebanyak 180 gram, kemudian dilarutkan ke dalam *aquades* sebanyak 500 ml hingga homogen (Gambar 4.1.c).

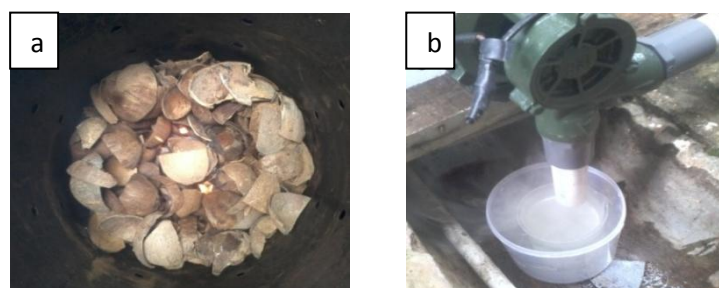
Tahapan berikutnya yaitu menyiapkan arang aktif dan ekstraksi sekam padi yang digunakan sebagai adsorben pada proses pembakaran masing-masing sebanyak 50 gram (Gambar 4.1.d dan 4.1.e). Sekam padi tersebut merupakan sekam padi yang sebelumnya telah di ekstraksi dengan larutan KOH dan kemudian ampas sekam padi yang telah di ekstraksi digunakan sebagai adsorben untuk menyerap partikel pengotor di dalam asap hasil pembakaran, sehingga diperoleh gas CO<sub>2</sub> yang bebas dari pengotor. Proses pembakaran tempurung kelapa dilakukan dengan teknik pembakaran semi-tertutup menggunakan alat pembakaran yang ditunjukkan pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 Alat Tungku Pembakaran

Pada penelitian ini telah dilakukan pembakaran tempurung kelapa menggunakan alat tungku pembakaran (Gambar 4.2) untuk menghasilkan gas  $\text{CO}_2$  yang kemudian direaksikan dengan larutan NaOH konsentrasi 9 dan 10 M. Penelitian yang pertama menggunakan konsentrasi 9 M NaOH, yaitu dengan melarutkan 180 gram NaOH kedalam 500 ml *aquades*. Sebelumnya tempurung kelapa dimasukan kedalam tabung dalam sebanyak 20 kg dengan susunan tempurung kelapa ditunjukkan pada Gambar 4.3.a.

Ketika proses pembakaran dimulai, pembakaran ditunggu selama 15 menit dahulu agar asap yang dihasilkan dari pembakaran sudah stabil, kemudian larutan NaOH diletakkan dibawah pipa pengeluaran pada kompresor dengan jarak kira-kira 1,5 cm (Gambar 4.3.b), sehingga memungkinkan terjadinya absorpsi gas  $\text{CO}_2$  oleh larutan NaOH. Kompresor dalam proses pembakaran tempurung kelapa ini berfungsi untuk mempercepat aliran gas  $\text{CO}_2$  hasil pembakaran untuk bereaksi dengan larutan NaOH agar diperoleh endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  secara optimal. Kompresor yang digunakan adalah *Merk Atlantic* model DB-125 *Peripheral Pump* yang memiliki kecepatan 2850 rad per menit, sehingga gas  $\text{CO}_2$  yang dapat diabsorpsi oleh larutan NaOH selama 6 jam sebanyak  $348,33 \text{ cm}^3$ .



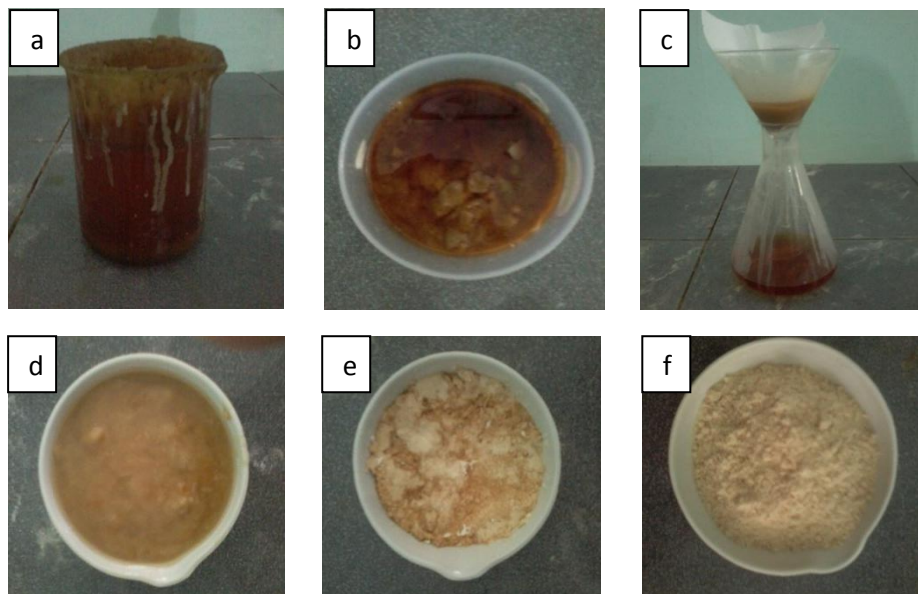
Gambar 4.3 (a) Susunan tempurung kelapa (b) Proses absorpsi gas  $\text{CO}_2$  oleh larutan NaOH.

Larutan NaOH yang berwarna putih secara perlahan berubah menjadi cokelat pekat setelah pembakaran berlangsung selama 6 jam dan kemudian terbentuk endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  karena larutan NaOH tidak bereaksi dengan gas  $\text{CO}_2$  lagi. Percobaan selanjutnya dilakukan dengan perlakuan yang sama, namun menggunakan konsentrasi 10 M NaOH yakni dengan melarutkan 200 gram NaOH kedalam 500 ml *aquades*. Hasil endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang diperoleh lebih banyak dibandingkan dengan menggunakan konsentrasi 9 M NaOH (Tabel 4.1).

Pembentukan endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  berwarna cokelat pekat akibat dari komponen-komponen organik dari asap. Adanya komponen organik tersebut dibuktikan dengan menguji tingkat keasaman gas  $\text{CO}_2$  hasil pembakaran dengan air sebanyak 3 liter, hasilnya air tidak berubah warna, namun pH menjadi 6 (Gambar 4.4). Sehingga endapan tersebut harus dibersihkan dengan alkohol 70 % dan kemudian dikalsinasi pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 8 jam untuk mengurangi kadar air yang masih terdapat dalam endapan. Adapun proses preparasi endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dapat dilihat pada Gambar 4.5.



Gambar 4.4 Pengujian Gas  $\text{CO}_2$  hasil pembakaran tempurung kelapa, (a) Air tidak berubah warna ketika dialirkan gas  $\text{CO}_2$ , (b) Tingkat keasaman air diperoleh pH 6.



Gambar 4.5 Proses preparasi endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (a) Endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang dihasilkan dari reaksi larutan  $\text{NaOH}$  dengan gas  $\text{CO}_2$  hasil pembakaran (b) Pembersihan Endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan alkohol (c) Penyaringan endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (d)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebelum kalsinasi (e)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  setelah kalsinasi (f) serbuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  setelah digerus.

Preparasi endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dimulai dengan memisahkan endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dari filtratnya (Gambar 4.5.a). Endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil pembakaran berwarna coklat pekat, untuk membersihkannya endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  direndam dengan alkohol 70 % sebanyak 80-100 ml hingga mengalami perubahan warna (Gambar 4.5.b). Selanjutnya endapan disaring (Gambar 4.5.c) dan di vakum sebelum kalsinasi. Kemudian endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dikalsinasi dengan suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 8 jam untuk mengurangi kadar air (Gambar 4.5.d).

Endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang sebelumnya masih berwarna kecokelatan setelah dikalsinasi mengalami perubahan menjadi warna putih (Gambar 4.5.e). Masing-masing sampel yang diperoleh pada konsentrasi 9 dan 10 M kemudian digerus menggunakan *mortal* dan *pastel* untuk mendapatkan serbuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (Gambar

4.5.f). Selanjutnya dilakukan penimbangan massa masing-masing endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dari konsentrasi larutan  $\text{NaOH}$  yang berbeda dan hasil penimbangan massa sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ditunjukkan pada Tabel 4.1.

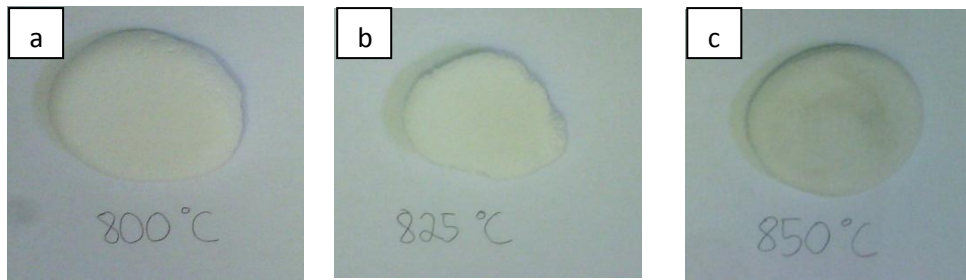
Tabel 4.1 Hasil Penimbangan massa sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

No.	Konsentrasi $\text{NaOH}$ (M)	Massa produk (gram)		Kehilangan massa (gram)
		Sebelum kalsinasi	Setelah kalsinasi pada suhu $110\text{ }^\circ\text{C}$	
1.	9	62,35	51,33	11,02
2.	10	71,29	53,05	18,24

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa variasi konsentrasi larutan  $\text{NaOH}$  mempengaruhi endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang terbentuk, pada konsentrasi 10 M  $\text{NaOH}$  endapan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang diperoleh lebih banyak dibandingkan pada konsentrasi 9 M sehingga sampel tersebut yang dipilih untuk dilakukan sintering dan karakterisasi.

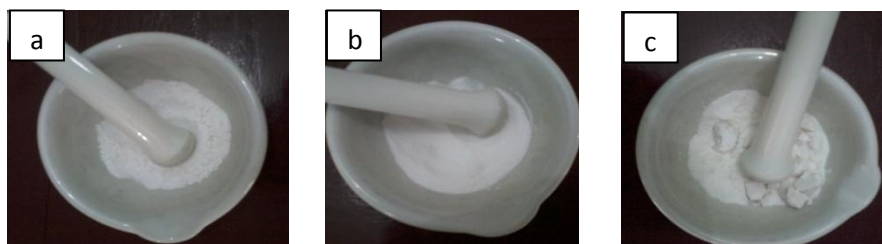
### C. Hasil Sintesis Natrium Oksida dari Natrium Karbonat

Hasil sintesis natrium oksida dalam penelitian ini merupakan dari proses *decomposition* (peruraian)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  akibat perlakuan sintering. Pada penelitian ini suhu sintering yang digunakan adalah 800, 825 dan 850  $^\circ\text{C}$  dengan *holding time* selama 3 jam. Pada penelitian ini sampel disintering dengan menggunakan *Thermolyne Furnance 47900*. Adapun hasil sampel setelah disintering ditunjukkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil sintering  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (a) Sintering suhu 800 °C (b) Sintering suhu 825 °C (c) Sintering pada suhu 850 °C.

Hasil sampel yang telah disintering pada suhu sintering 800 dan 825 °C sampel berwarna putih bersih (Gambar 4.6.a dan 4.6.b). Namun pada suhu sintering 850 °C (Gambar 4.6.c) terdapat sedikit warna biru kehijauan pada bagian cawan, warna biru kehijauan tersebut merupakan fasa *glass* atau  $\text{Na}_2\text{O}$  pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang telah disintering pada suhu 850 °C. Sampel yang telah disintering tersebut kemudian digerus dengan *mortar* dan *pastel* untuk dilakukan karakterisasi. Serbuk sampel yang telah digerus ditunjukkan pada Gambar 4.7.



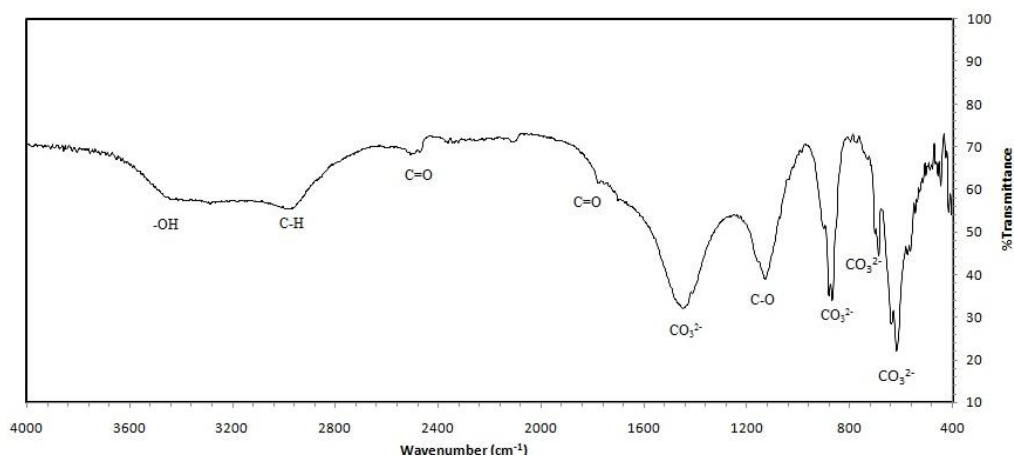
Gambar 4.7 Serbuk  $\text{Na}_2\text{O}$  (a) setelah sintering suhu 800 °C (b) Sintering suhu 825 °C (c) Sintering pada suhu 850 °C.



## D. Hasil Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

### 1. Hasil Analisis Gugus Fungsi Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Standar

Dalam penelitian ini sampel Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam sampel. Spektra FTIR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar ditunjukkan pada Gambar 4.8 dengan serapan gelombang antara 4000-400 cm<sup>-1</sup>.



Gambar 4.8 Spektra IR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Standar.

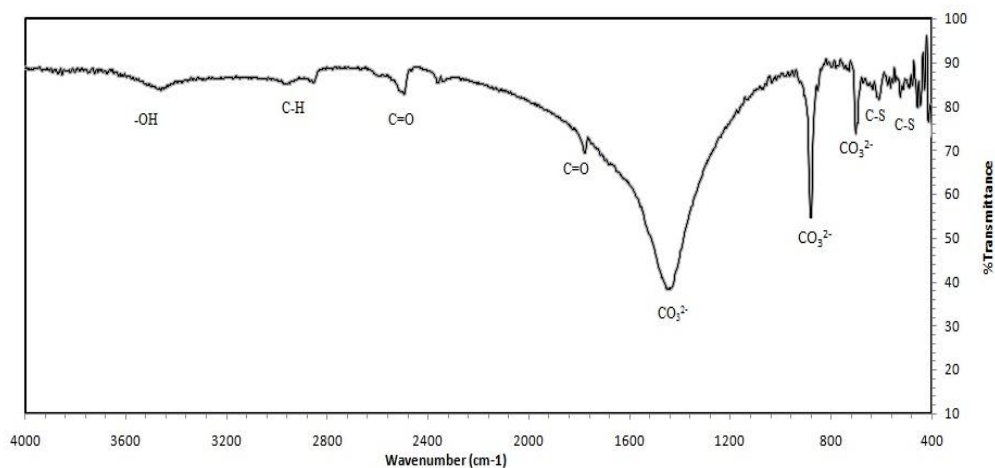
Seperti terlihat dalam Gambar 4.8, pada spektra IR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar terdapat beberapa gugus fungsi pada pita serapan dengan bilangan gelombang yang berbeda. Gugus fungsi yang pertama adalah -OH yang terletak pada pita serapan dengan bilangan gelombang antara 3600-3400 cm<sup>-1</sup>, mengindikasikan adanya kandungan air dalam sampel. Gugus fungsi yang kedua adalah C-H terletak pada bilangan gelombang 3200-2800 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan terdapat senyawa hidrokarbon pada sampel. Gugus ketiga yang mengindikasikan terbentuknya

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  adalah C=O yang terjadi pada bilangan gelombang  $2505,99 \text{ cm}^{-1}$  dan bilangan gelombang  $1777,08 \text{ cm}^{-1}$ .

Gugus fungsi keempat adalah C-O terjadi pada bilangan gelombang  $1127,98 \text{ cm}^{-1}$  yang mengidentifikasi terdapat kandungan air yang masih banyak pada sampel, karena sampel tidak di kalsinasi sebelum diuji. Kemudian gugus fungsi kelima yang sangat penting adalah  $\text{CO}_3^{2-}$  terjadi pada rentangan pita serapannya yakni pada bilangan gelombang  $1447,53 \text{ cm}^{-1}$ . Puncaknya terletak pada bilangan gelombang  $867,97$  dan  $687,45 \text{ cm}^{-1}$ , hal ini di dukung oleh penelitian Gathouse *et al.* (1958), Nakamoto (1997), Miller dan Wilkins (1952) yang menyatakan bahwa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  memiliki gugus fungsi  $\text{CO}_3^{2-}$  pada pita serapan dengan bilangan gelombang  $1440\text{-}1450 \text{ cm}^{-1}$ ,  $878\text{-}876 \text{ cm}^{-1}$  dan  $680\text{-}700 \text{ cm}^{-1}$ . Selanjutnya, hasil analisis FTIR  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar ini akan menjadi pencocokan analisis FTIR  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis.

## **2. Hasil Analisis Gugus Fungsi $\text{Na}_2\text{CO}_3$ dengan Konsentrasi NaOH 9 M**

Spektra FTIR  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan Konsentrasi NaOH 9 M ditunjukkan pada Gambar 4.9.

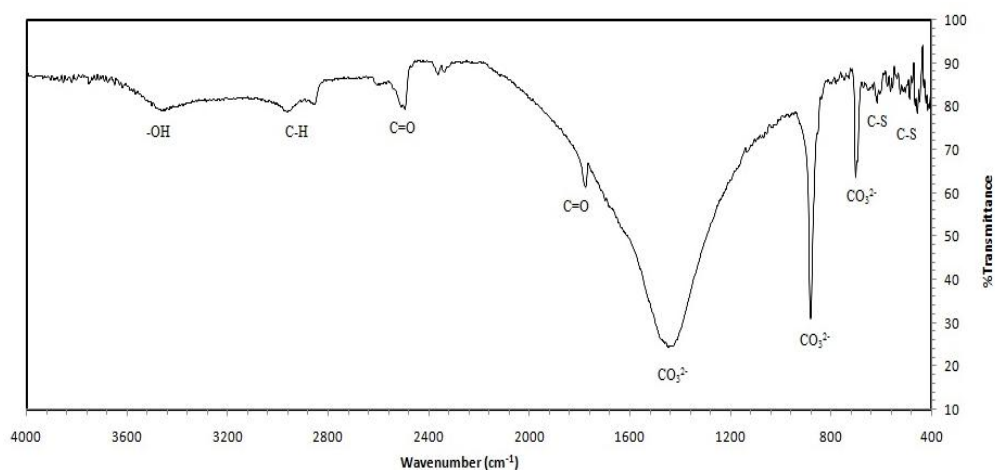


Gambar 4.9 Spektra IR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan Konsentrasi NaOH 9 M

Berdasarkan Gambar 4.9, spektra IR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis dari reaksi CO<sub>2</sub> dengan konsentrasi NaOH 9 M menunjukkan gugus fungsi yang hampir sama dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar yakni terdapat gugus fungsi –OH, C-H, C=O dan CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>. Hanya saja tidak ada gugus fungsi C-O karena sampel ini telah di kalsinasi sebelum di uji. Gugus fungsi tambahan dalam sampel adalah C-S yang terdapat pada bilangan gelombang 614,97, 524,53 dan 457,89 cm<sup>-1</sup>, yang menunjukkan adanya senyawa pengotor dari hasil pembakaran. Selibhnya gugus fungsi –OH, C-H, C=O dan CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> pada sampel ini sama dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar.

### 3. Hasil Analisis Gugus Fungsi Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan Konsentrasi NaOH 10 M

Spektra FTIR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan Konsentrasi NaOH 10 M ditunjukkan pada Gambar 4.10.

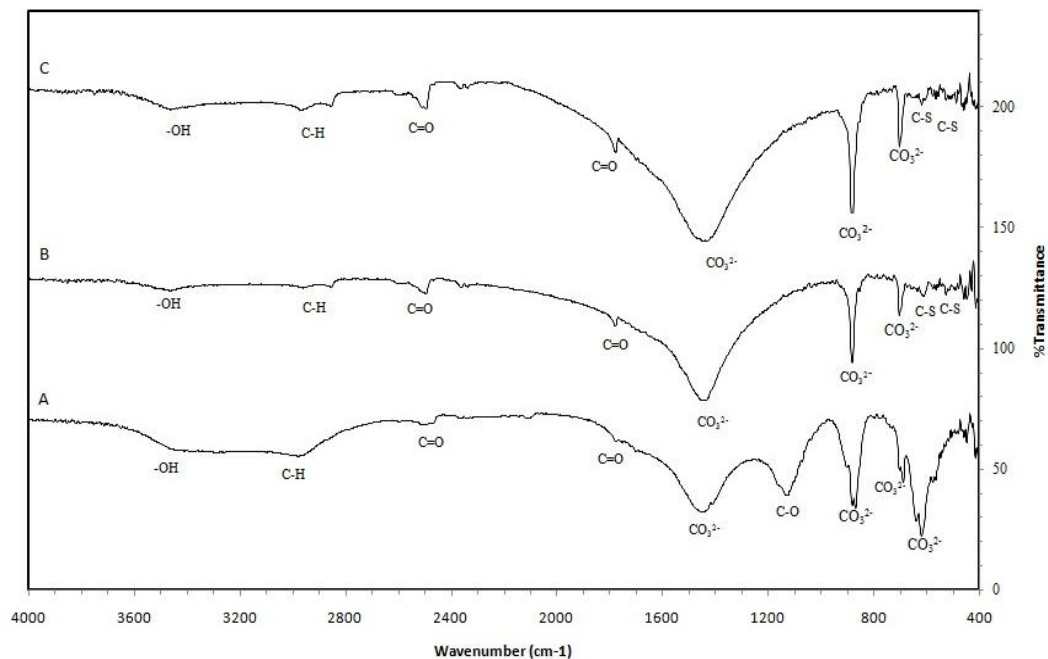


Gambar 4.10 Spektra IR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan Konsentrasi NaOH 10 M

Gambar 4.10 diatas menunjukkan hasil analisis fungsionalitas Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> dengan konsentrasi NaOH 10 M. Seperti pada spektra IR Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis dari reaksi CO<sub>2</sub> dengan konsentrasi NaOH 9 M, pada sampel ini terdapat gugus fungsi yang sama yakni -OH, C-H, C=O, CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> dan C-S. Perbedaannya dengan standar, sampel ini memiliki gugus fungsi C-S dan tidak terdapat gugus C-O.

#### 4. Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Pembentukan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

Perbedaan spektra FTIR dari sampel Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis menggunakan konsentrasi yang berbeda yakni 9, 10 M NaOH dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar dapat diamati pada Gambar 4.11.



Gambar 4.11 Hasil Analisis Fungsionalitas  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (A) Standar, (B) Hasil Sintesis Menggunakan 9 M NaOH, (C) Hasil Sintesis Menggunakan 10 M NaOH.

Gambar 4.11 menunjukkan hasil analisis fungsionalitas  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menggunakan konsentrasi 9 dan 10 M NaOH yang dicocokkan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar produk olahan pabrik. Dapat dilihat bahwa bagian pertama spektra IR ketiga sampel pada rentangan bilangan gelombang  $4000\text{-}1800\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan terdapat gugus fungsi yang sama yakni  $\text{-OH}$ ,  $\text{C-H}$  dan  $\text{C=O}$ .

Bagian spektra IR kedua mencakup bilangan gelombang  $1400\text{-}800\text{ cm}^{-1}$  terdiri dari gugus fungsi  $\text{C-O}$  dan  $\text{CO}_3^{2-}$ . Pada bagian spektra IR kedua ini terdapat perbedaan, ditandai dengan adanya gugus fungsi  $\text{C-O}$  yang hanya terdapat pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar. Gugus fungsi ini terjadi karena masih terdapat kandungan air yang banyak pada sampel, hal ini ditunjukkan oleh rentangan gugus fungsi  $\text{-OH}$  yang lebih curam pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar (kurva A).

Spektra IR  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan menggunakan konsentrasi NaOH 9 dan 10 M (kurva B dan C) tampak lebih melebar dibandingkan dengan standar pada rentangan bilangan gelombang 1600-1200  $\text{cm}^{-1}$ . Hal ini disebabkan karena terdapat senyawa pengotor pada sampel hasil sintesis yang ditunjukkan oleh gugus C-S pada bilangan gelombang 600-400  $\text{cm}^{-1}$  (Stuart, 2004). Rentangan tersebut pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan menggunakan konsentrasi NaOH 10 M tampak lebih lebar dibandingkan dengan menggunakan konsentrasi 9 M, hal ini disebabkan tidak hanya karena pengaruh senyawa pengotor tetapi juga pengaruh faktor konsentrasi NaOH yang digunakan dalam mensintesis  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Selanjutnya, bagian spektra IR ketiga yang mencakup bilangan gelombang 800-400  $\text{cm}^{-1}$ . Pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sintesis juga memiliki perbedaan dengan standar, perbedaan ini terletak pada lebarnya spektra pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar yang membentuk puncak bilangan gelombang 867,97  $\text{cm}^{-1}$  dibandingkan dengan sampel hasil sintesis. Perbedaan ini tentunya disebabkan oleh gugus fungsi pengotor C-S yang terdapat pada sampel hasil sintesis pada rentangan bilangan gelombang 600-400  $\text{cm}^{-1}$ . Untuk melihat hasil analisis gugus fungsi pada sampel secara detail dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Puncak spektra FTIR dan gugus fungsi sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar dan pada variasi konsentrasi NaOH

Gugus Fungsi	Standar ( $\text{cm}^{-1}$ )	Konsentrasi NaOH 9 M ( $\text{cm}^{-1}$ )	Konsentrasi NaOH 10 M ( $\text{cm}^{-1}$ )
-OH	3430,53	3496,93	3462,49
C-H	2978,88	2960,85	2964,00
			2854,92
C=O	2505,99	2495,45	2495,18
	1777,08	1777,54	1777,06
$\text{CO}_3^{2-}$	1447,53	1448,86	1447,07
	867,97	880,51	880,53
	687,45	701,66	701,38
C-O	1127,98	-	-
C-S	-	614,87	616,84
		524,53	457,14
		457,88	

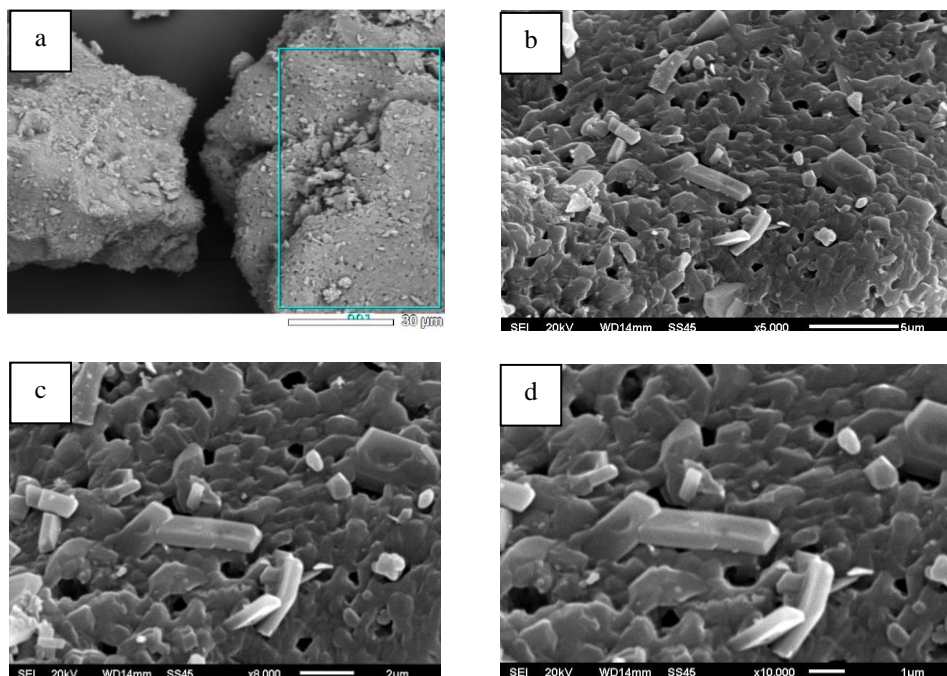
Berdasarkan Tabel 4.2 hasil analisis sampel dengan FTIR pada bilangan gelombang tertentu dapat disimpulkan bahwa sampel yang disintesis secara umum sama dengan standar dan hanya terdapat perbedaan pada gugus fungsi pengotor pada sampel yang disintesis. Selbihnya, sampel hasil sintesis sesuai dengan yang diinginkan yakni  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

## E. Hasil Analisis Mikrostruktur dan Komposisi Kimia Sampel $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Menggunakan SEM-EDS

### 1. Analisis SEM $\text{Na}_2\text{CO}_3$ sintering 800 °C

Hasil analisis gugus fungsi dari sampel menunjukkan terbentuknya senyawa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , selanjutnya untuk mengetahui mikrostruktur dan komposisi kimia sampel yang telah dilakukan sintering pada suhu 800 °C, sampel dikarakterisasi SEM

dengan perbesaran 1000x, 5000x, 8000x dan 10000x yang masing-masing ditunjukkan pada Gambar 4.12.



Gambar 4.12 Hasil Analisis SEM Sampel Pada Suhu Sintering 800 °C dengan Perbesaran (a) 1000x (b) 5000x (c) 8000x (d) 10000x.

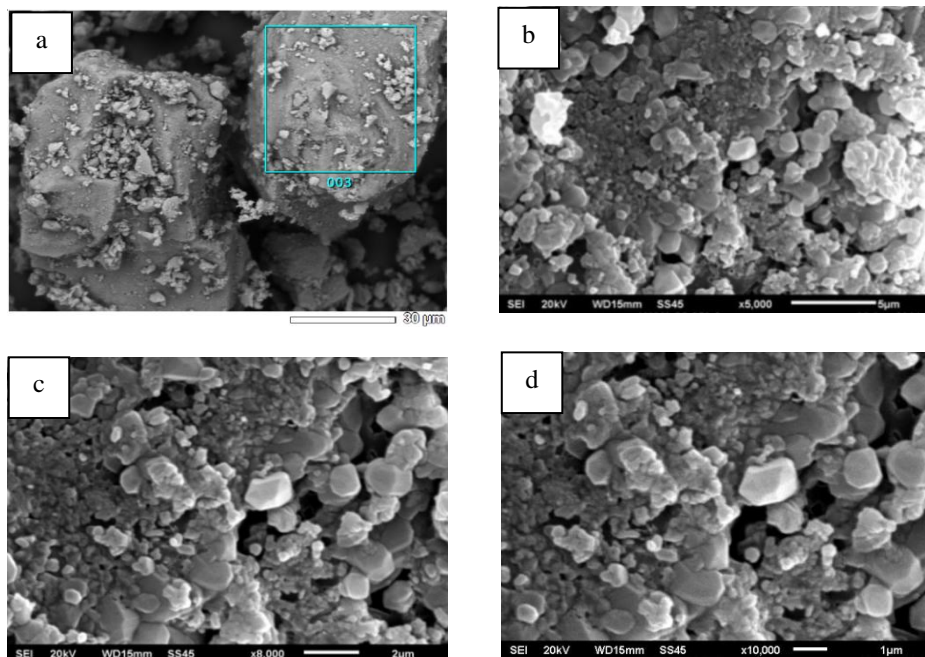
Berdasarkan Gambar 4.12 hasil analisis SEM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  pada suhu sintering 800 °C dengan perbesaran 1000x (Gambar 4.12.a) memiliki permukaan yang tidak seragam, perbesaran ini tidak cukup untuk melihat bentuk butir sampel sehingga dilakukan perbesaran 5000x. Pada perbesaran 5000x dapat dilihat bahwa sampel memiliki permukaan dengan pori yang banyak dan bentuk butir menyerupai batang yang berukuran sama (Gambar 4.12.b), bentuk butir tersebut terlihat homogen dan terdistribusi merata. Namun hasil analisis dengan perbesaran 5000x ini belum memperlihatkan batas butir yang jelas sehingga dilakukan perbesaran 8000x dan 10000x.



Hasil analisis mikrostruktur pada perbesaran 8000x (Gambar 4.12.c) menunjukkan bentuk butir semakin jelas, tampak sebagian besar berbentuk batang dan terdapat butir menyerupai kubus dalam jumlah yang sedikit, namun batas butir masih kurang terlihat jelas. Maka dilakukan perbesaran 10000x (Gambar 4.12.d), pada perbesaran tersebut sebagian batas butir terlihat jelas, namun sebagian yang lain batas antar butir terlihat sangat rapat.

## 2. Analisis SEM $\text{Na}_2\text{CO}_3$ sintering 850 °C

Hasil karakterisasi mikrostruktur dari sampel yang telah dilakukan sintering pada suhu 850 °C dengan perbesaran 1000x, 5000x, 8000x dan 10000x yang masing-masing ditunjukkan pada Gambar 4.13.



Gambar 4.13 Hasil Analisis SEM Sampel Pada Suhu Sintering 850 °C dengan Perbesaran (a) 1000x (b) 5000x (c) 8000x (d) 10000x.

Sampel yang disintering pada suhu 850 °C dengan perbesaran 1000x (Gambar 4.13.a) tampak permukaan sampel yang tidak homogen. Untuk melihat bentuk butir maka dilakukan perbesaran 5000x (Gambar 4.13.b) yang memperlihatkan permukaan sampel berupa gumpalan kristalin yang terdistribusi merata dengan bentuk butir menyerupai kubus dan jumlah porinya semakin berkurang. Perbesaran 8000x (Gambar 4.13.c) memperlihatkan batas butir yang jelas. Sedangkan pada perbesaran 10000x (Gambar 4.13.d) menunjukkan bentuk butir yang mulai homogen dan terlihat batas butir yang semakin jelas.

Dari hasil analisis sampel dengan suhu sintering 800 dan 850 °C terlihat perbedaan dari morfologi permukaan dan bentuk butirnya, pada sampel yang disintering pada suhu 800 °C (Gambar 4.12) terlihat lebih homogen dibandingkan dengan sampel yang disintering pada suhu 850 °C (Gambar 4.13). Bentuk butir pada sampel ini berupa batang dan berukuran sama, ukuran butirannya berkisar 1,00-3,73  $\mu\text{m}$  serta morfologi permukaannya memiliki pori yang banyak.

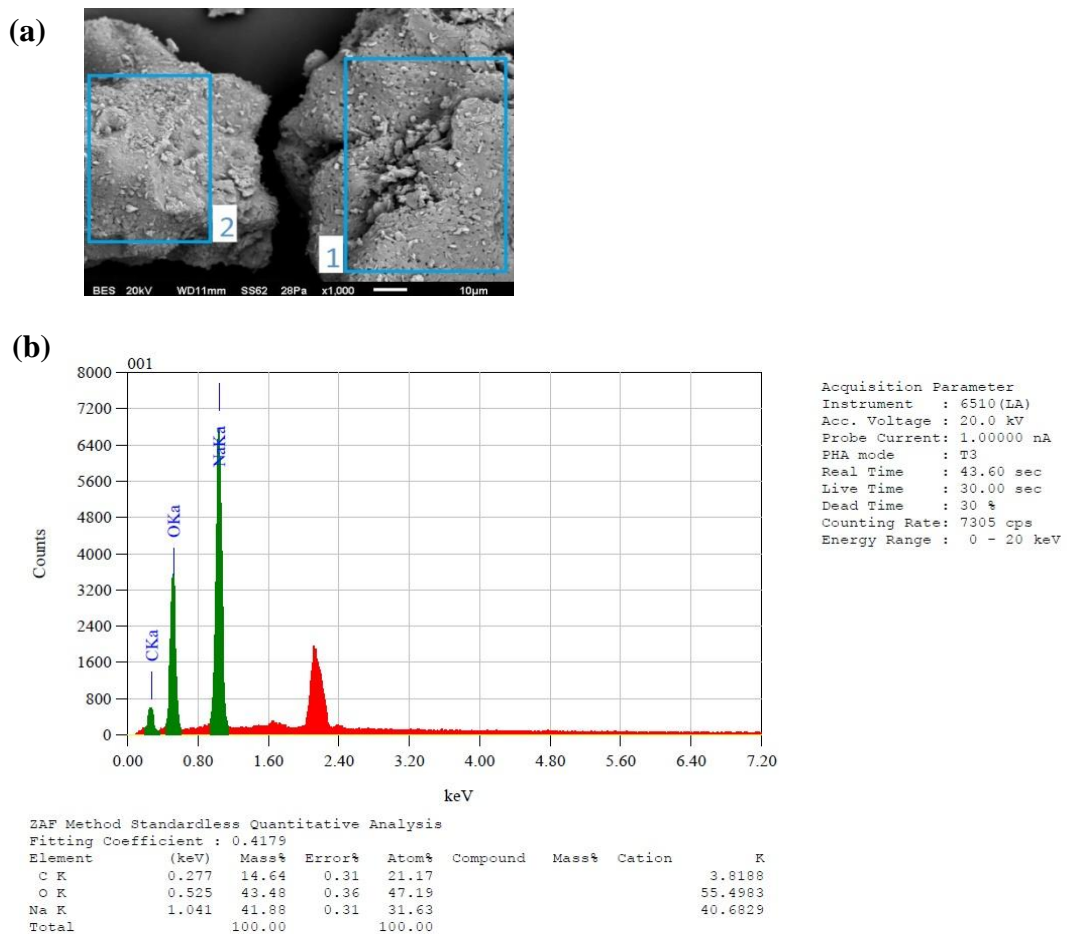
Sedangkan pada sampel yang disintering 850 °C bentuk butiran sampel berupa kubus dan berukuran tidak sama dengan batas butir yang sangat jelas. Ukuran butirnya lebih kecil rata-rata berkisar 0,25-1,625  $\mu\text{m}$  dengan morfologi permukaannya memiliki pori yang semakin berkurang.

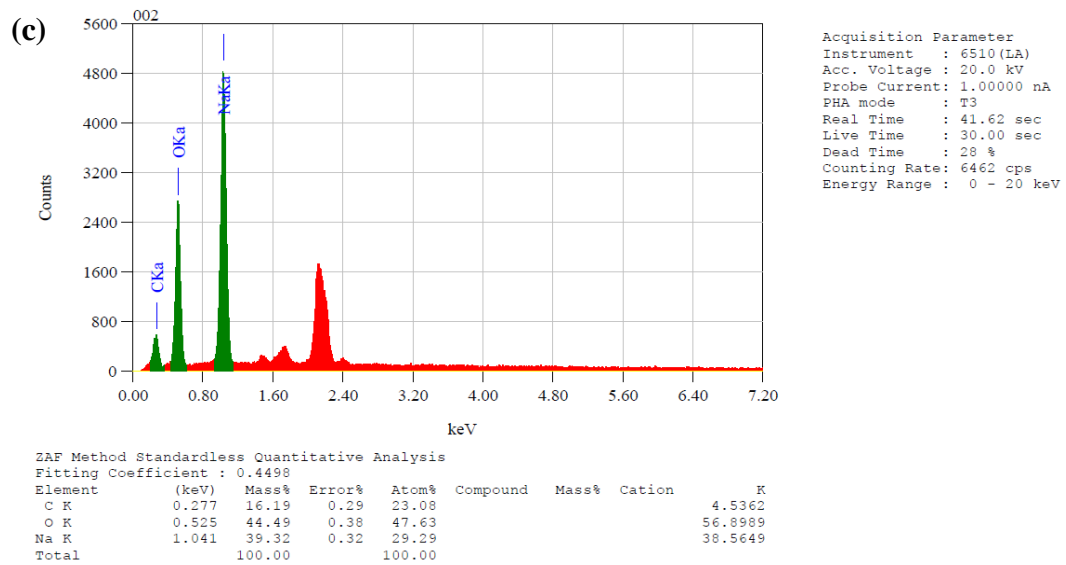
Bentuk butir pada suhu sintering 800 dan 850 °C berbeda dan terjadinya penyusutan pori pada sampel disebabkan karena pengaruh suhu sintering sampel (Gambar 4.12.d dan 4.13.d). Pada suhu sintering 800 °C sampel menunjukkan mulai terjadinya fasa baru yakni dengan terbentuknya butir menyerupai kubus (Gambar 4.12.d) akibat pengaruh suhu sintering tersebut. Sedangkan pada suhu

sintering 850 °C sudah terjadi difusi atau penyebaran butir berbentuk menyerupai kubus secara merata dan terjadi penyusutan pori dengan kenaikan suhu sintering serta sekaligus meningkatkan fasa baru yang terbentuk pada sampel. Untuk memperkuat hasil analisis FTIR yang menunjukkan bahwa senyawa yang terbentuk adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  maka dilakukan karakterisasi dengan EDS.

### 3. Analisis EDS $\text{Na}_2\text{CO}_3$ sintering suhu 800 °C

Untuk melihat komposisi kimia pada sampel maka dilakukan analisis EDS. Analisis EDS pada sampel yang suhu sintering 800 °C dilakukan 2 daerah spot yang ditunjukkan pada Gambar 4.14.



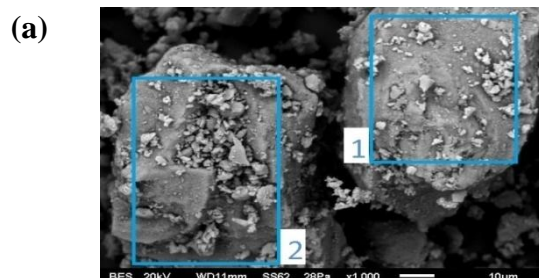


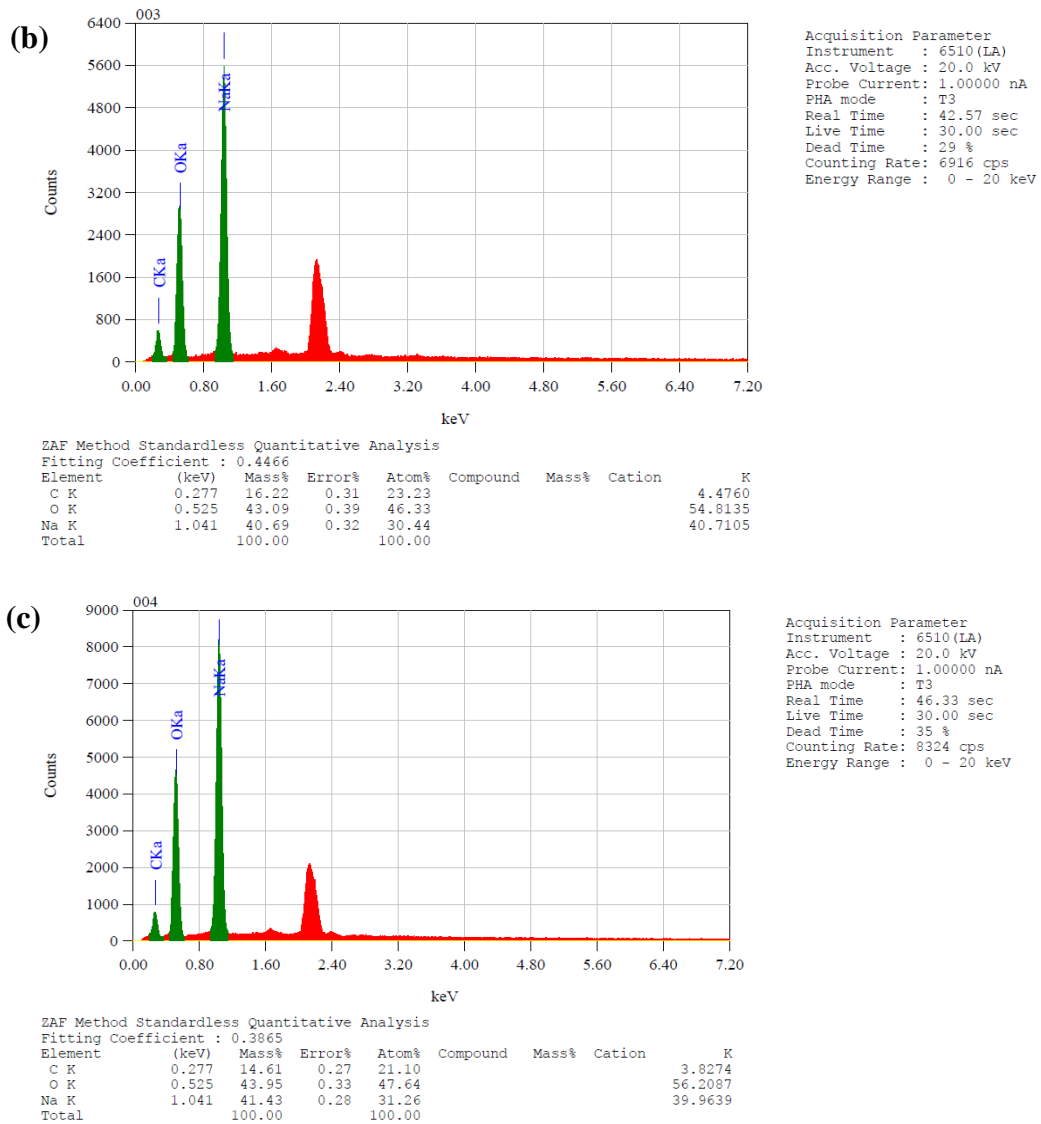
Gambar 4.14 (a) Daerah spot 1 dan 2 sampel pada suhu sintering 800 °C (b) Hasil analisis EDS daerah spot 1 (c) Hasil analisis EDS daerah spot 2.

Berdasarkan Gambar 4.14 sampel yang disintering pada suhu 800 °C memiliki tiga unsur yaitu natrium (Na), oksigen (O) dan karbon (C), hal ini sesuai dengan analisis FTIR bahwa senyawa sampel adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  meskipun dengan jumlah persen massa komposisi dari ketiga unsur selisih sedikit pada daerah spot 1 dan daerah spot 2.

#### 4. Analisis EDS $\text{Na}_2\text{CO}_3$ sintering suhu 850 °C

Analisis EDS pada sampel yang suhu sintering 850 °C dapat dilihat pada Gambar 4.15.





Gambar 4.15 (a) Daerah spot 1 dan 2 sampel pada suhu sintering 850 °C (b) Hasil analisis EDS daerah spot 1 (c) Hasil analisis EDS daerah spot 2.

Seperti pada sampel yang disintering 800 °C, sampel pada suhu sintering 850 °C (Gambar 4.15) memiliki unsur yang sama yaitu natrium (Na), oksigen (O) dan karbon (C), hal ini sesuai dengan analisis FTIR bahwa senyawa sampel adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan selisih persen massa komposisi dari ketiga unsur pada daerah spot 1 dan daerah spot 2 hanya sedikit.

Unsur-unsur tersebut dapat diketahui dari penyerapan energi (KeV) yang terkandung pada setiap sampel, unsur Na diketahui dari penyerapan energi sebesar  $\alpha$  1,041, unsur O pada  $\alpha$  0,277 dan unsur C pada  $\alpha$  0,525. Dengan demikian, dapat disimpulkan dari hasil analisis EDS sampel memiliki kandungan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan kemurnian yang tinggi karena tidak mengandung unsur yang lainnya. Komposisi unsur penyusun sampel dapat dilihat lebih terperinci pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Hasil Komposisi Unsur Kimia EDS Sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Pada Suhu Sintering 800 dan 850 °C.

Suhu Sintering (°C)	Daerah Spot	Komposisi Unsur Kimia (%wt)		
		Na	O	C
800	1	41,88	43,48	14,64
	2	39,32	44,49	16,19
850	1	40,69	43,09	16,22
	2	41,43	43,95	14,61

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat disimpulkan bahwa sampel yang disintering pada suhu 800 dan 850 °C mengandung komponen unsur yang sama, meskipun persen komposisi unsur pada daerah spot 1 dan 2 sedikit berbeda. Hasil analisis EDS ini dengan demikian mendukung terbentuknya  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

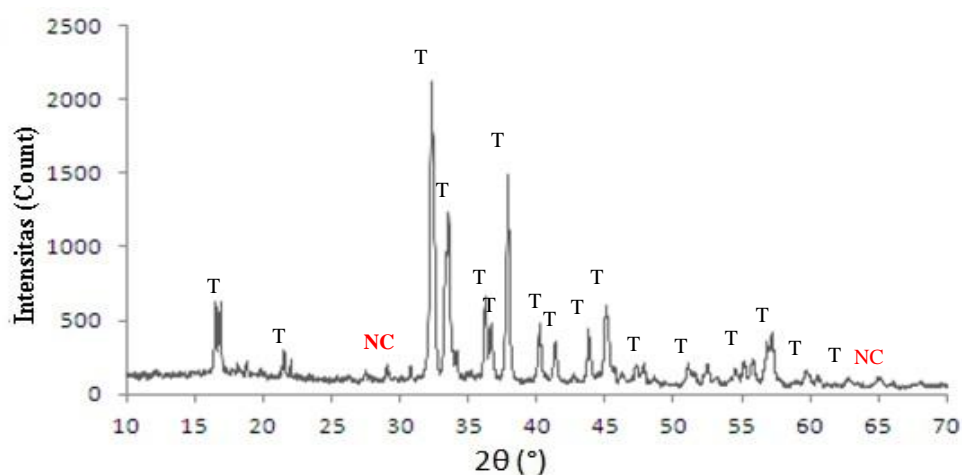
## F. Hasil Analisis XRD $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Dari hasil analisis FTIR dan SEM-EDS, sampel yang terbentuk adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Untuk mengetahui struktur dan fasa yang terbentuk dalam sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  maka dilakukan karakterisasi XRD.

### 1. Hasil analisis XRD $\text{Na}_2\text{CO}_3$ sebelum sintering

Berdasarkan penelitian Rosaline (2013) dan Ningrum (2013) sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebelum sintering membentuk fasa *Thermonatrite* dengan nama senyawa kimia

*Sodium Carbonate Hydrate* ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) yang sesuai dengan data base PDF 08-0448 yang muncul pada sudut  $2\theta$   $32,3138^\circ$  dan beberapa sudut  $2\theta$  lainnya. Kemudian fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sesuai dengan PDF 19-1130 yang hadir pada sudut  $2\theta$   $59,7364$  dan  $30,7713$ . Difraktogram sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebelum sintering ditunjukkan pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebelum sintering, tanda (T) merupakan *Thermonatrite*, tanda (NC) merupakan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (Rosaline, 2013; Ningrum, 2013).

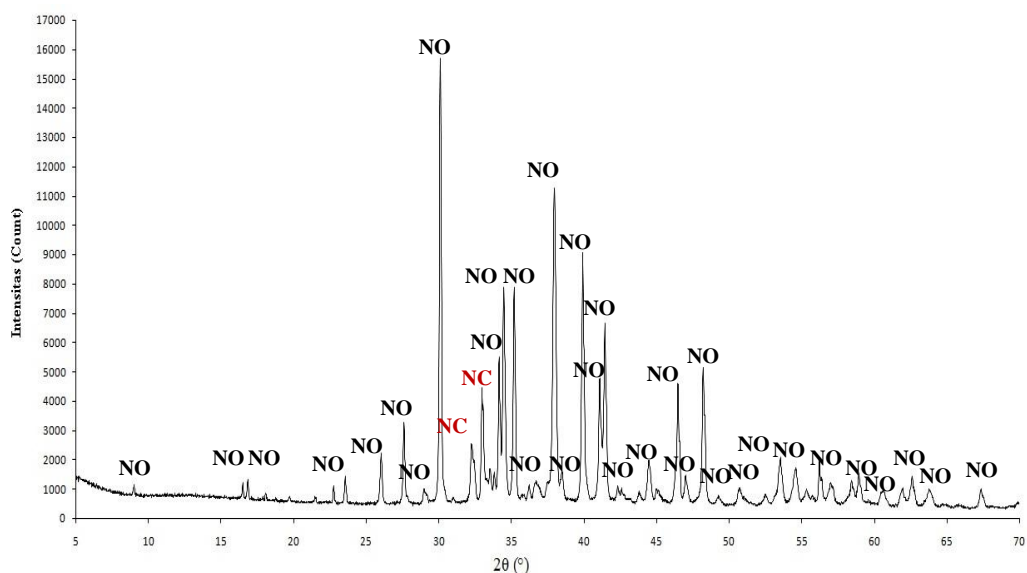
## 2. Hasil Analisis XRD $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Setelah Sintering

Dalam penelitian ini, metode yang digunakan untuk mengetahui terbentuknya fasa pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yakni dengan metode *search match analysis* (metode pencocokan data) dengan menggunakan perangkat lunak PCPDFWIN versi 1.3 JCPDS-ICDD 1997. Hasil penelitian sebelumnya,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebelum sintering menunjukkan fasa *Thermonatrite* dan *Natrium Carbonate*. Untuk melihat fasa yang terbentuk setelah sintering, sampel disintering pada suhu  $800$ ,  $825$  dan  $850$   $^\circ\text{C}$  selama 3 jam. Dari pencocokan data dengan PCPDFWIN diperoleh beberapa

puncak yang menunjukkan terbentuknya dua fasa pada suhu sintering tersebut. Fasa yang terbentuk adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sesuai dengan data JCPDS No. 37-0451, 18-1208, 19-1130, 25-0815 yang hadir di intensitas tertinggi pada sudut  $2\theta = 32,343^\circ$  dan  $33,447^\circ$ . Sedangkan fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  hadir di intensitas tertinggi pada sudut  $2\theta = 37,992^\circ$ ,  $35,243^\circ$  dan  $30,15^\circ$  yang sesuai dengan data JCPDS No. 03-1074, 18-1235, 06-0500, 16-0270, 09-0075, 23-0528, 15-0068. Fasa-fasa yang terbentuk dapat dilihat pada Lampiran 3.

#### a. Hasil analisis XRD $\text{Na}_2\text{CO}_3$ setelah sintering $800^\circ\text{C}$

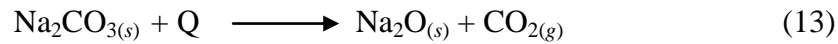
Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  setelah sintering pada suhu  $800^\circ\text{C}$  dengan penahanan 3 jam dapat dilihat pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sintering  $800^\circ\text{C}$ , tanda (NC) merupakan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , tanda (NO) merupakan  $\text{Na}_2\text{O}$ .



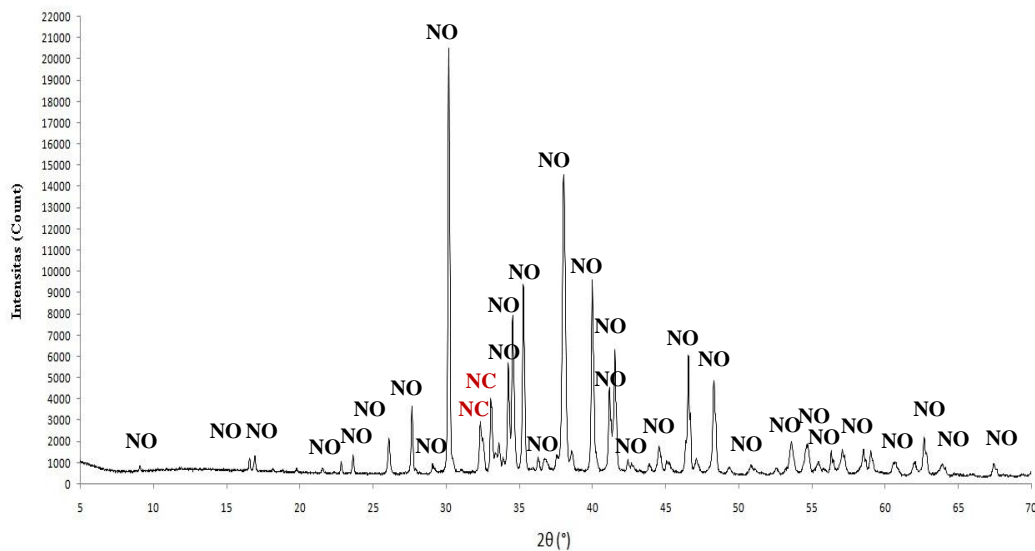
Seperti terlihat pada Gambar 4.17, fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  berada di beberapa intensitas tertinggi disebabkan karena proses peruraian  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  akibat pengaruh suhu sintering yakni dengan melepaskan gas  $\text{CO}_2$ , proses peruraiannya ditunjukkan pada reaksi berikut.



Pada suhu sintering  $800\text{ }^\circ\text{C}$ , fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  sudah berada pada intensitas yang tinggi, sedangkan beberapa fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  masih ada namun hanya terdapat pada intensitas yang rendah.

#### b. Hasil analisis XRD $\text{Na}_2\text{CO}_3$ setelah sintering $825\text{ }^\circ\text{C}$

Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  setelah sintering pada suhu  $825\text{ }^\circ\text{C}$  dapat dilihat pada Gambar 4.18.

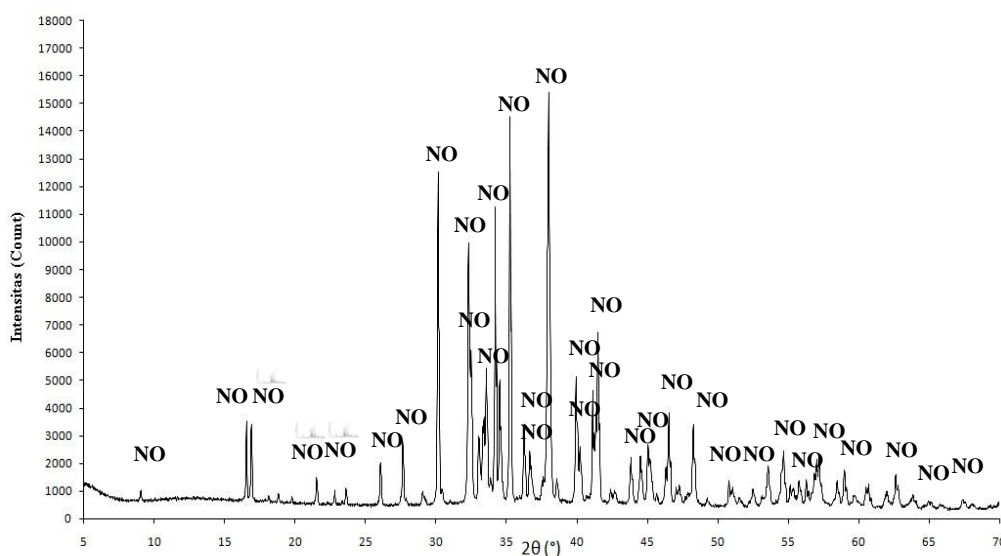


Gambar 4.18 Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Sintering  $825\text{ }^\circ\text{C}$ , tanda (NC) merupakan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , Tanda (NO) Merupakan  $\text{Na}_2\text{O}$ .

Berdasarkan Gambar 4.18, dapat dilihat pada sampel ini fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  telah mengalami dekomposisi dan perubahan fasa menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$ , sedangkan fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hanya berada pada beberapa intensitas tertentu saja dan intensitasnya menurun dibandingkan dengan yang disintering  $800\text{ }^\circ\text{C}$ . Sampel ini telah didominasi oleh fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  yang intensitasnya telah mengalami peningkatan di bandingkan dengan sampel yang disintering  $800\text{ }^\circ\text{C}$ .

### c. Hasil analisis XRD $\text{Na}_2\text{CO}_3$ setelah sintering $850\text{ }^\circ\text{C}$

Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  setelah sintering pada suhu  $850\text{ }^\circ\text{C}$  dapat dilihat pada pada Gambar 4.19.



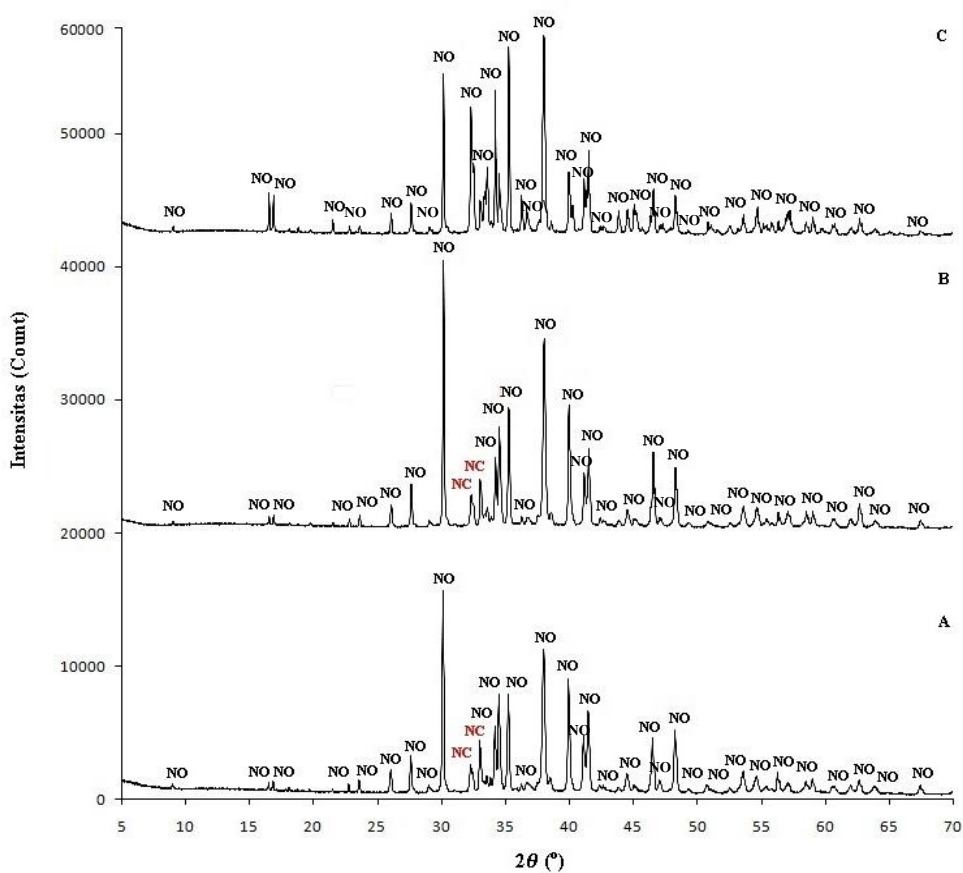
Gambar 4.19 Difraktogram  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sintering  $850\text{ }^\circ\text{C}$ , tanda (NO) merupakan  $\text{Na}_2\text{O}$ .

Seperti terlihat pada difraktogram Gambar 4.19, sampel telah mengalami dekomposisi dan perubahan fasa menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$  seluruhnya. Hal ini menunjukkan bahwa pertumbuhan fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  semakin meningkat seiring dengan kenaikan suhu

sintering, artinya suhu sintering berperan sangat penting pada pembentukan fasa  $\text{Na}_2\text{O}$ . Ini juga mendukung hasil analisis mikrostruktur dengan SEM sebelumnya yang menunjukkan pertumbuhan butir. Perubahan mikrostruktur butir itu merupakan dekomposisi fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menjadi fasa  $\text{Na}_2\text{O}$ .

#### d. Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Struktur Fasa Yang Terbentuk Pada $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Hasil Sintesis

Untuk melihat perbedaan difraktogram sampel setelah sintering 800, 825 dan 850 °C dan pengaruh suhu sintering terhadap struktur fasa dari sampel dapat dilihat pada Gambar 4.20.



Gambar 4.20 Difraktogram sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (a) Setelah sintering suhu 800 °C (b) setelah sintering suhu 825 °C (c) Setelah sintering suhu 850 °C.

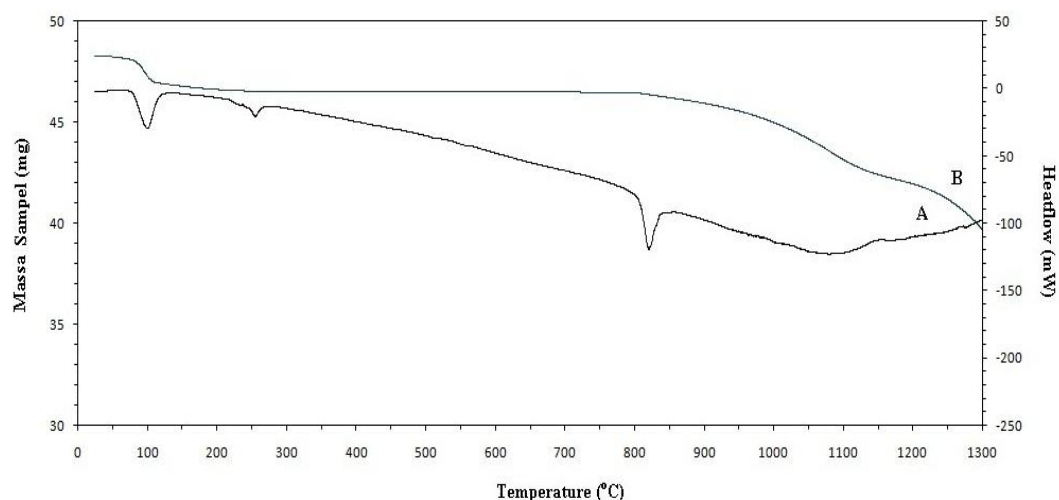
Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa sampel setelah sintering diperoleh fasa yang sama, yakni  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$ . Gambar 4.19.a, b dan c menunjukkan terjadinya dekomposisi fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$ . Kenaikan suhu sintering yang dilakukan membuktikan proses pembentukan fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  secara berangsur-angsur ditandai dengan kenaikan intensitas fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  pada difraktogram sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Pada suhu sintering  $850\text{ }^\circ\text{C}$  sampel telah mengalami dekomposisi dan perubahan fasa menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$  secara keseluruhan dibandingkan dengan sampel yang disintering pada suhu  $800$  dan  $825\text{ }^\circ\text{C}$ . Untuk melihat dekomposisi yang lebih jelas pada sampel dalam penelitian ini maka dibuktikan dengan menganalisis perubahan termal menggunakan DSC-TGA.

#### **G. Hasil Analisis Termal $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Menggunakan DSC-TGA**

Dari hasil analisis XRD dapat diketahui fasa yang terbentuk pada sampel adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$ . Fasa  $\text{Na}_2\text{O}$  ini merupakan hasil dari peruraian  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  akibat proses sintering. Untuk mengetahui perubahan fasa kristalin yang terjadi dan perubahan termal dengan mengukur perbedaan kalor yang masuk dalam sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  maka dilakukan analisis dengan menggunakan DSC (*Differential Scanning Calorimetri*). Alat ini juga dapat digunakan sebagai referensi fungsi temperatur DSC ini dilengkapi oleh TGA (*Termogravimetry Analysis*) untuk mengetahui perubahan massa sampel (Haines, 2002; Pungor, 1995; Riefvan, 2013). Sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang diuji dengan DSC/ TGA yakni  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dari hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan konsentrasi NaOH 9 dan 10 M.

## 1. Hasil Analisis Termal Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Standar

Termogram perubahan termal sampel Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar dengan menggunakan DSC-TGA ditunjukkan pada Gambar 4.21 dan hasil analisis dirangkum dalam Tabel 4.4.



Gambar 4.21 Termogram Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Standar (A) DSC (B) TGA

Tabel 4.4 Analisis DSC-TGA Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Standar

Range temperatur (°C)	Kehilangan massa (%)	Puncak endoterm (°C)	Puncak eksoterm (°C)	Entalpi (mJ/mg)
77,51-124,28	2,90	101,67	-	50,39
240,23-267,98	3,68	253,15	-	144,59
802,75-825,98	4,06	812,69	-	$3 \times 10^3$
1132-1162	12,43	-	1153,17	$7,9 \times 10^3$

Seperti terlihat pada Gambar 4.21, kurva DCS (kurva A) Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar menunjukkan terbentuknya beberapa puncak endoterm dan eksoterm. Puncak endoterm dapat dilihat pada Tabel 4.4 mengindikasikan terjadinya proses hidrasi pada sampel, proses ini menunjukkan bahwa sampel menerima kalor sebesar

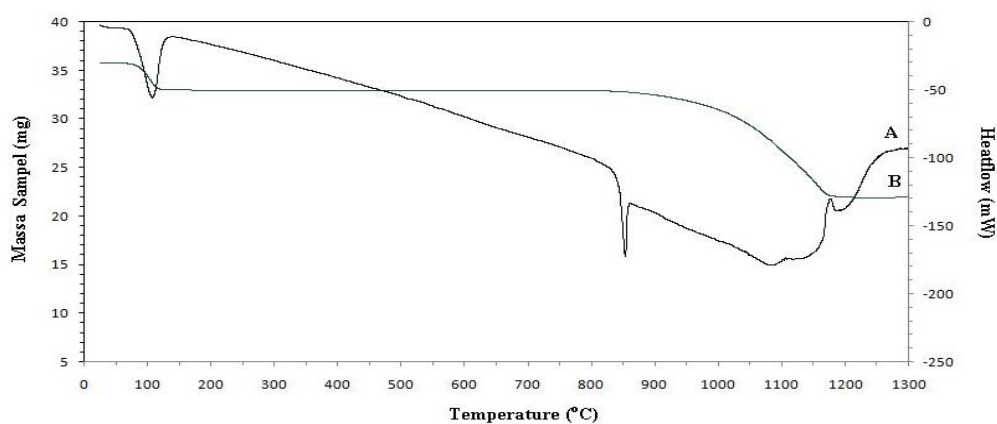
50,39 mJ/mg sehingga terjadi peruraian molekul air, hal ini dibuktikan dengan kehilangan massa sampel sebesar 2,90 % pada kurva TGA (kurva B).

Puncak endoterm yang kedua terbentuk karena sampel masih mengandung banyak molekul air, hal ini disebabkan karena sampel belum dikalsinasi terlebih dahulu sebelum dikarakterisasi. Sehingga terjadi proses peruraian molekul air yang berkelanjutan pada puncak endoterm ini, proses ini terjadi pada saat sampel menerima kalor sebesar 144,59 mJ/mg dan ditandai dengan hilangnya massa sebanyak 3,68 %. Kemudian puncak endoterm yang ketiga menunjukkan terjadinya perubahan fasa kristalin pada sampel yakni  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  terurai menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$ , hal ini mendukung hasil karakteristik struktur sampel oleh XRD sebelumnya. Puncak endoterm pada sampel ini terjadi saat sampel menerima kalor sebanyak  $3 \times 10^3$  mJ/mg yang menunjukkan bahwa sampel telah mengalami dekomposisi dan perubahan fasa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$  seluruhnya pada suhu 812,69 °C yang didukung dengan hilangnya massa sampel sebanyak 4,06 %.

Sampel ini memiliki puncak eksoterm pada suhu 1153,17 °C yang menunjukkan terjadinya peleburan  $\text{Na}_2\text{O}$  dengan melepaskan kalor sebesar  $7,9 \times 10^3$  mJ/mg diikuti dengan kehilangan massa sebesar 12,43 %. Hasil analisis DSC-TGA  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar ini yang selanjutnya akan menjadi standar pencocokan untuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis pada penelitian ini.

## 2. Hasil Analisis Termal Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Hasil Sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 9 M

Hasil analisis termal sampel Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 9 M menggunakan DSC-TGA ditunjukkan pada Gambar 4.22 dan hasil analisis dirangkum dalam Tabel 4.5.



Gambar 4.22 Termogram Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Hasil Sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 9 M (A) DSC (B) TGA.

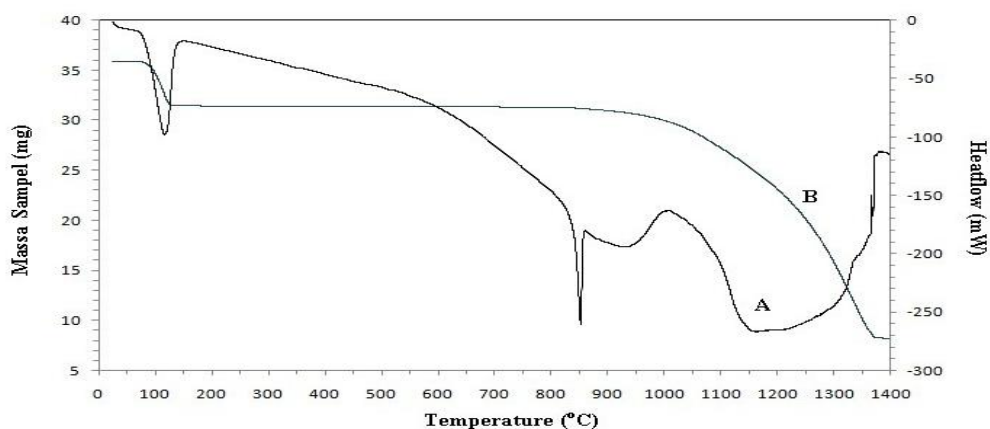
Tabel 4.5 Analisis DSC-TGA Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 9 M

Range temperatur (°C)	Kehilangan massa (%)	Puncak endoterm (°C)	Puncak eksoterm (°C)	Entalpi (mJ/mg)
80,34-131,40	7,72	107,61	-	245
831,23-858,90	8,51	846,73	-	7 x 10 <sup>3</sup>
1177,06-1200,37	38,47	-	1184,51	16,17 x 10 <sup>3</sup>

Berdasarkan Gambar 4.22 dapat dilihat kurva DSC dan TGA pada sampel ini sama dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar, namun pada Tabel 4.5 sampel ini memiliki range suhu yang membentuk puncak endoterm dan eksoterm yang berbeda dengan standar.

### 3. Hasil Analisis Termal Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Hasil Sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 10 M

Termogram perubahan termal sampel Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 10 M menggunakan DSC-TGA ditunjukkan pada Gambar 4.23 dan hasil analisis dapat dilihat pada Tabel 4.6.



Gambar 4.23 Termogram Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Hasil Sintesis CO<sub>2</sub> dengan 10 M NaOH (A) DSC (B) TGA.

Tabel 4.6 Analisis DSC-TGA Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> hasil sintesis CO<sub>2</sub> dengan NaOH 10 M

Range temperatur (°C)	Kehilangan massa (%)	Puncak endoterm (°C)	Puncak eksoterm (°C)	Entalpi (mJ/mg)
76,43-136,65	12,35	112,90	-	854,32
823,39-856,34	13,16	844,14	-	9235,88
873,47-995,28	16,24	-	995,28	13 x 10 <sup>3</sup>

Berdasarkan Gambar 4.23, hasil analisis sampel ini sama dengan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> standar dan hasil sintesis sebelumnya, namun dapat dilihat pada Tabel 4.6 sampel ini menunjukkan puncak eksoterm ketiga yang sudah terbentuk pada suhu 995,28 °C, puncak ini mengindikasikan mulai terjadinya peleburan Na<sub>2</sub>O dengan melepaskan

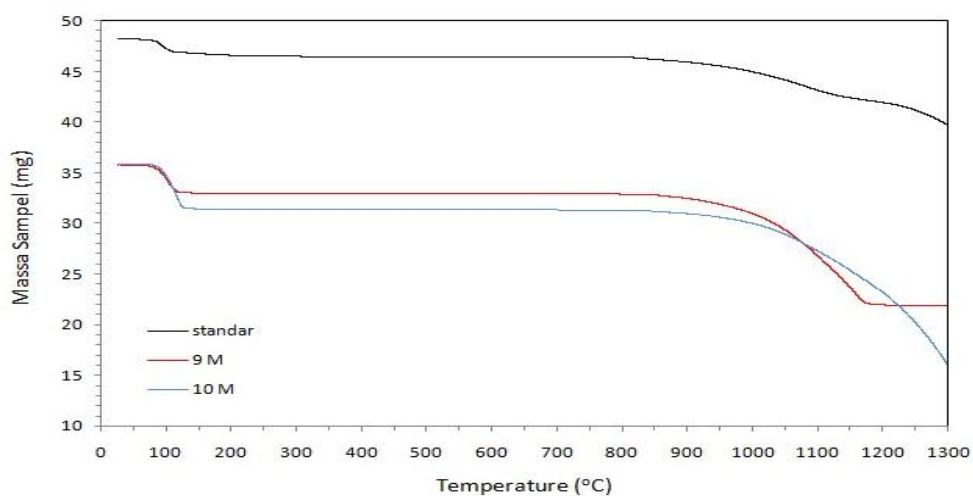


kalor sebanyak  $13 \times 10^3$  mJ/mg dan ditandai dengan kehilangan massa sebanyak 16,24%.

#### 4. Pengaruh Perlakuan Termal Terhadap Sampel $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Standar, Hasil Sintesis $\text{CO}_2$ dengan NaOH 9 dan 10 M

##### a. Analisis Perubahan Massa Sampel $\text{Na}_2\text{CO}_3$ Standar, Hasil Sintesis $\text{CO}_2$ dengan NaOH 9 dan 10 M Menggunakan TGA

Perbedaan perubahan massa akibat perlakuan termal pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar, hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M ditunjukkan pada Gambar 4.24 dan analisis perubahan massa sampel dirangkum pada Tabel 4.7.



Gambar 4.24 Termogram Perubahan Massa Pada Sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Standar, Hasil Sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M.

Tabel 4.7 Analisis perubahan massa sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar, hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  9 dan 10 M

Range Suhu ( $^{\circ}\text{C}$ )	Massa Sampel yang Hilang (%)		
	Standar	9 M	10 M
70 - 140	3,05	7,77	12,36
240 - 270	3,68	8,04	12,47
300 - 800	3,84	8,1	12,91
800 - 900	4,89	9,3	13,73
900 - 1300	17,81	38,69	55,71

Pada Gambar 4.24 dapat dilihat perbedaan kurva termogram perubahan massa akibat perlakuan termal terhadap ketiga sampel. Pada range suhu 70-140  $^{\circ}\text{C}$  (Tabel 4.7), ketiga sampel kehilangan massa pada range suhu tersebut karena terjadi proses peruraian molekul air pada sampel. Karena sampel sebelum disintering masih mengandung molekul air, hal ini didukung oleh karakterisasi XRD pada suhu tersebut fasa sampel adalah *Thermonatrite* ( $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) (Rosaline, 2013; Ningrum, 2013). Pada range suhu 240-270  $^{\circ}\text{C}$  sampel standar kehilangan massa yang lebih banyak dibandingkan dengan sampel lainnya, hal ini terjadi karena pada suhu tersebut masih terjadi proses peruraian molekul air berkelanjutan pada sampel standar disebabkan sampel tidak dikalsinasi sebelum dilakukan karakterisasi.

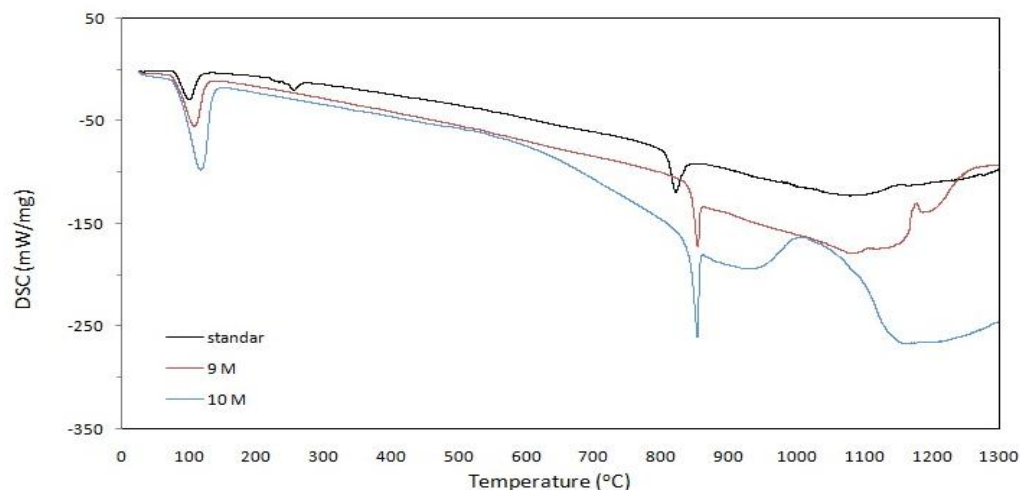
Ketiga sampel mengalami kestabilan termal pada range suhu 300-800  $^{\circ}\text{C}$ , namun sampel 9 M dapat mempertahankan massa lebih baik dibandingkan dengan sampel yang lain. Kestabilan massa pada range suhu tersebut mengindikasikan bahwa molekul air pada sampel telah terurai sehingga sampel menjadi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Range suhu 800-900  $^{\circ}\text{C}$  sampel 9 M kehilangan massa lebih banyak dibandingkan

sampel lain, hal ini menunjukkan proses dekomposisi dan perubahan fasa pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$ . Pada range suhu 900-1300 °C terjadi kehilangan massa yang sangat drastis pada ketiga sampel. Sampel 10 M kehilangan massa yang lebih banyak dibandingkan dengan sampel lain yakni sebanyak 55,71%, sedangkan standar dan 9 masing-masing sebanyak 17,81 dan 38,69%. Hilangnya massa sampel ini menunjukkan terjadinya peleburan  $\text{Na}_2\text{O}$ .

Dari hasil analisis TGA pada ketiga sampel dapat disimpulkan bahwa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar dapat mempertahankan massa lebih baik dibandingkan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan konsentrasi NaOH 9 dan 10 M. Sedangkan sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan konsentrasi NaOH 10 M dibandingkan dengan kedua sampel lainnya tidak dapat mempertahankan massanya ditandai dengan banyaknya massa yang hilang yang pada range suhu 900-1300 °C.

**b. Analisis Termal  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Standar, Hasil Sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M Menggunakan DSC**

Termogram DSC sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Standar, Hasil Sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M ditunjukkan pada Gambar 4.25, hasil analisis dirangkum pada Tabel 4.8 dan 4.9.



Gambar 4.25 Termogram DSC sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar, hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M.

Tabel 4.8 Suhu Puncak Endoterm dan Eksoterm Sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Standar, Hasil Sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M.

Sampel	Puncak endoterm 1 (°C)	Puncak endoterm 2 (°C)	Puncak endoterm 3 (°C)	Puncak eksoterm (°C)
standar	101,67	253,15	812,69	1153,17
9 M	107,61	-	846,73	1184,51
10 M	112,9	-	844,14	995,28

Tabel 4.9 Entalpi Puncak Endoterm dan Eksoterm Sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Standar, Hasil Sintesis  $\text{CO}_2$  dengan NaOH 9 dan 10 M.

Sampel	Entalpi (mJ/mg)			
	Puncak endoterm 1	Puncak endoterm 2	Puncak endoterm 3	Puncak eksoterm
standar	50,39	144,59	$3 \times 10^3$	$7,9 \times 10^3$
9 M	245	-	$7 \times 10^3$	$16,17 \times 10^3$
10 M	854,32	-	9325,88	$13 \times 10^3$

Berdasarkan Gambar 4.25, dapat dilihat terdapat beberapa perbedaan dari ketiga sampel. Perbedaan yang pertama terletak pada range suhu 70-140 °C yang membentuk puncak endoterm pertama. Puncak endoterm  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar terbentuk pada suhu 101,67 °C dengan sampel menerima kalor sebanyak 50,39 mJ/mg. Sedangkan puncak endoterm sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  9 dan 10 M masing-masing pada suhu 107,61 dan 112,90 °C dengan menerima kalor sebesar 245 dan 854,32 mJ/mg (Tabel 4.8 dan 4.9). Puncak endoterm yang pertama ini mengindikasikan adanya proses hidrasi pada sampel yang didukung dengan hasil analisis perubahan massa sampel dengan TGA sebelumnya.

Perbedaan selanjutnya terletak pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar yang memiliki puncak endoterm yang terbentuk pada suhu 253,15 °C (Tabel 4.8). Puncak endoterm ini hanya terdapat pada sampel standar, hal ini terjadi karena proses hidrasi yang berkelanjutan pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar ini dibuktikan dengan sampel menerima kalor sebesar 144,59 mJ/mg (Tabel 4.9).

Perbedaan yang ketiga terletak pada puncak endoterm yang terbentuk pada range suhu 800-859 °C. Dapat dilihat pada Tabel 4.8 dan 4.9 puncak endoterm  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar terjadi pada suhu 812,69 °C dan kalor yang diterima sebesar  $3 \times 10^3$  mJ/mg. Sedangkan puncak endoterm sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  9 dan 10 M masing-masing pada suhu 846,73 dan 844,14 °C dengan menerima kalor sebesar  $7 \times 10^3$  dan 9235,88 mJ/mg. Puncak endoterm pada suhu tersebut mengindikasikan terjadinya dekomposisi dan perubahan fasa pada sampel yakni menjadi fasa  $\text{Na}_2\text{O}$ . Dari ketiga sampel dapat diketahui bahwa sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  9 M memiliki tinggi lebur yang lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang lain.

Perbedaan yang terakhir terletak pada suhu range 900-1300 °C yakni terjadi puncak eksoterm pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar 1153,17 °C. Puncak eksoterm tersebut mengindikasikan terjadinya peleburan  $\text{Na}_2\text{O}$  pada sampel ditandai dengan kalor yang dilepaskan sebesar  $7,9 \times 10^3$  mJ/mg. Berbeda dengan sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  9 dan 10 M puncak eksoterm masing-masing terjadi pada suhu 1184,51 dan 995,28 °C dengan melepaskan kalor sebesar  $16,17 \times 10^3$  dan  $13 \times 10^3$  mJ/mg. Dapat dilihat bahwa titik lebur  $\text{Na}_2\text{O}$  pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  9 M mendekati titik lebur  $\text{Na}_2\text{O}$  pada sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar, sedangkan sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan  $\text{NaOH}$  10 M memiliki titik lebur  $\text{Na}_2\text{O}$  yang lebih rendah dari sampel lainnya.

Dari analisis termal ketiga sampel dengan DSC disimpulkan diantaranya titik lebur pada ketiga sampel dalam penelitian ini berbeda yakni lebih rendah dibandingkan dengan penelitian Knacke *et al.* (1991) dan Örgül (2003) yang menyatakan bahwa  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  mengalami dekomposisi dan perubahan fasa menjadi  $\text{Na}_2\text{O}$  pada suhu 850 °C dan 854 °C. Hal ini terjadi disebabkan oleh faktor bahan baku dan komposisi yang digunakan berbeda. Selain itu, sampel  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan konsentrasi  $\text{NaOH}$  9 M memiliki titik lebur  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{O}$  lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang lain. Namun,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  standar lebih memiliki kestabilan termal yang baik dibandingkan dengan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  hasil sintesis  $\text{CO}_2$  dengan konsentrasi  $\text{NaOH}$  9 dan 10 M.