

Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi menggunakan Metode Hidrotermal :Variasi Waktu dan Temperatur

Arnelli^{a*}, Fitriani Solichah^a, Alfiansyah^a, Ahmad Suseno^a, Yayuk Astuti^a

^a Physical Chemistry Laboratory, Chemistry Department, Faculty of Sciences and Mathematics, Diponegoro University, Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275

* Corresponding author: arnelli@live.undip.ac.id

Article Info	Abstract
<p>Keywords:</p> <p>Zeolites, rice husk ash</p>	<p>The synthesis of zeolites from rice husk ash by varying hydrothermal time and temperature has been conducted. The results obtained are Na-A zeolite having KTK value 53.23 meq/100 gram at 7 hours hydrothermal time variation and at 100°C temperature obtained Na-A zeolite with KTK value of 132.8 meq/100 gram</p>
<p>Kata kunci:</p> <p>Zeolite, abu sekam padi</p>	<p>Abstrak</p> <p>Telah disintesis zeolit dari abu sekam padi dengan memvariasikan waktu dan temperatur hidrotermal. Hasil yang diperoleh merupakan zeolit Na-A yang mempunyai nilai KTK 53,23 meq/100 gram pada variasi waktu hidrotermal 7 jam dan pada temperatur 100 oC diperoleh zeolit Na-A dengan nilai KTK 132,8 meq/100 gram</p>

1. Pendahuluan

Zeolit mengandung kation-kation untuk menstabilkan muatan zeolit serta sejumlah molekul air [1] dan memiliki kemampuan melakukan pertukaran kationnya tersebut [2]. Kation-kation tersebut dapat dipertukarkan dengan kation sejenis, kemampuan inilah yang banyak dimanfaatkan di industri, salah satunya pada industri deterjen, diantaranya menurunkan kesadahan air dengan cara pertukaran ion natrium yang dilepaskan zeolit dan digantikan ion kalsium dari air sadah [3]. Zeolit jenis A, X, dan P. Zeolit jenis A memiliki kemampuan dalam selektifitas adsorpsi yang tinggi terhadap ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} serta memiliki diameter pori-pori sebesar 0,42 nm dan rasio Si/Al mendekati 1 [4].

Peranan silika pada sintesis zeolit sebagai bahan dasar sangat mutlak disamping alumina. Salah satu sumber di alam yang kaya akan silika adalah sekam padi, dimana sekam padi selama ini kurang dimanfaatkan penggunaannya. Kandungan silika dalam abu sekam padi mencapai 86,9-97,80%. Katsuki dan Komarneni [5] telah mensintesis zeolit Na-A dari bahan dasar sekam padi menunjukkan rasio Si/Al sebesar 2 dengan diameter pori-pori 3,9 nm dan nilai KTK 506 meq/100 gram.

Hui dan Chao [6] telah mensintesis zeolit 4A dari fly ash batu bara dengan menggunakan metode hidrotermal menunjukkan bahwa zeolit yang terbentuk adalah zeolit 4A. Sintesis tersebut dapat menghilangkan ion kalsium dalam air sadah, namun dalam bentuk morfologi kristal serta ukuran diameter pori-pori kurang baik yaitu dengan diameter pori-pori sebesar 2-4,5 μm dan nilai KTK sebesar 190 meq/100 gram.

Jiang dkk. [7] telah melakukan sintesis zeolit A dari palygorskite dengan variasi waktu hidrotermal menghasilkan zeolit sintesis dengan ukuran diameter pori-pori 2 μm dan nilai KTK 318 meq/100 gram dan rasio Si/Al sebesar 1,53-3,05 pada waktu hidrotermal 5 jam. Waktu hidrotermal dalam sintesis zeolit berpengaruh terhadap ukuran pori, luas permukaan, volume zeolit, dan kristalinitas zeolit.

Berdasarkan kajian penelitian diatas, maka pada penelitian ini di lakukan sintesis zeolit dari sekam padi dengan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi waktu dan suhu hidrotermal, kemudian dikarakterisasi dengan XRD dan ditentukan nilai KTK.

2. Metodologi

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi alat hidrotermal, X-Ray Diffractometer (XRD) Shimadzu X-2000 dan bahan yang digunakan adalah Natrium hidroksida (Merck), sekam padi, Al(OH)₃ (Merck), aquades, aquabides,

Natrium silikat yang diperoleh dari abu sekam padi dicampur dengan Natrium aluminat yang dibuat dari NaOH dan Al(OH)₃ kemudian diaduk dengan menggunakan magnetik stirrer selama 2 jam, selanjutnya dimasukkan ke dalam botol teflon kemudian di tempatkan pada alat hidrotermal dan dipanaskan selama waktu (3, 4, 5, 6, dan 7 jam) dengan kode sampel Z1, Z2, Z3, Z4, dan Z5, variasi temperatur (50, 100, dan 150°C) dengan kode sampel Z50, Z100, Z150. Padatan yang terbentuk disaring kemudian dicuci dengan aquabides hingga pH filtrat 10-11, kemudian dikeringkan, dikarakterisasi dengan XRD dan ditentukan nilai tukar kation (KTK)

3. Hasil Dan Pembahasan

Karakterisasi dengan XRD

Hasil difraktogram XRD dapat dilihat pada gambar 1 dan sudut 2θ dari masing-masing zeolit sintesis serta perbandingan referensi dirangkum pada tabel 1 sampai 5.

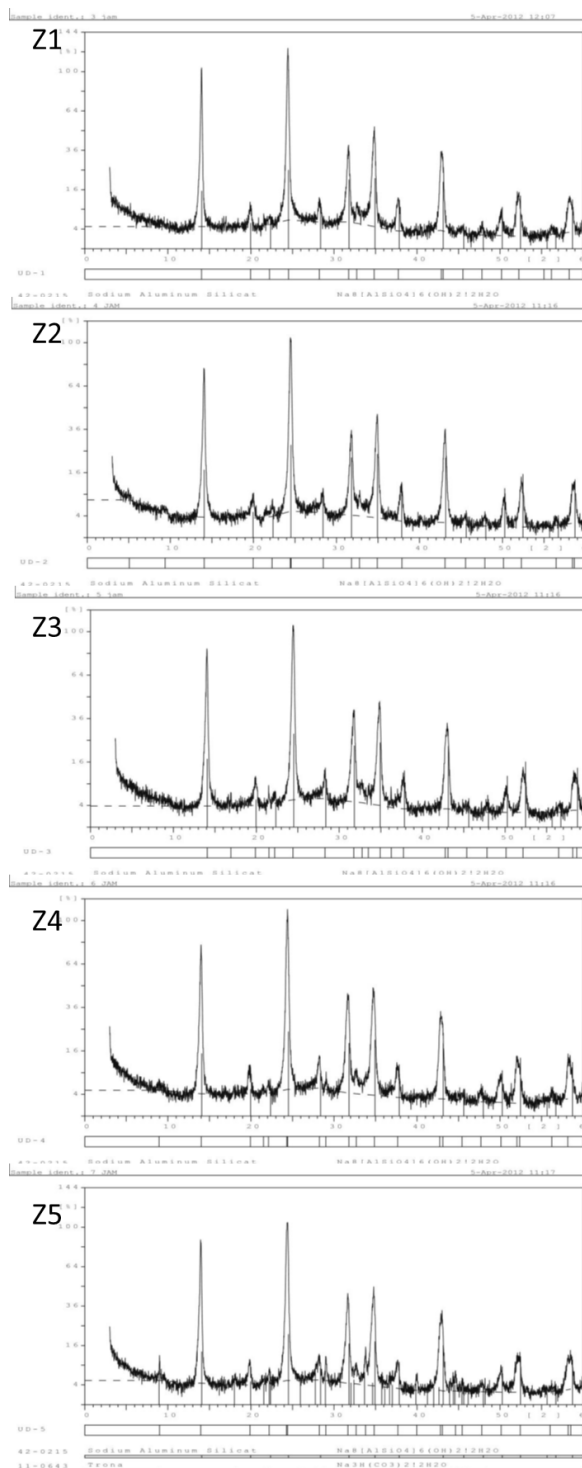
Berdasarkan data JCPDS nomor 11-0401 (Sodalite), nomor 47-0162 (zeolit A/ Na₁₂Al₁₂Si₁₂O₄₈.27H₂O), dan nomor 38-0241 (zeolit Na-A/ Na₂Al₂Si_{1.85}O_{7.7} 5.1H₂O) menunjukkan bahwa hasil dari difraktogram zeolit sintesis pada kelima variasi waktu hidrotermal adalah sodalite dan zeolit Na-A, berikut adalah tabel perbandingan puncak tertinggi difraktogram dari zeolit sintesis dengan referensi.

Tabel 1. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 3 jam (Z1) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z1	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
14,039	14,091	-	-
24,420	24,502	-	-
31,73	31,819	-	-
42,972	-	-	42,759
52,520	-	-	52,454
58,559	-	-	58,477

Tabel 2. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 4 jam (Z2) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z2	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
14,054	14,091	-	-
24,470	24,502	-	-
31,776	31,819	-	-
47,514	-	-	42,759
52,440	-	-	52,454
58,661	-	-	58,477



Gambar 1. Difraktogram zeolit sintesis

Tabel 3. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 5 jam (Z3) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z3	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
14,022	14,091	-	-
24,470	24,502	-	-
31,776	31,819	-	-
42,964	-	-	42,759
52,196	-	-	52,454
58,260	-	-	58,477

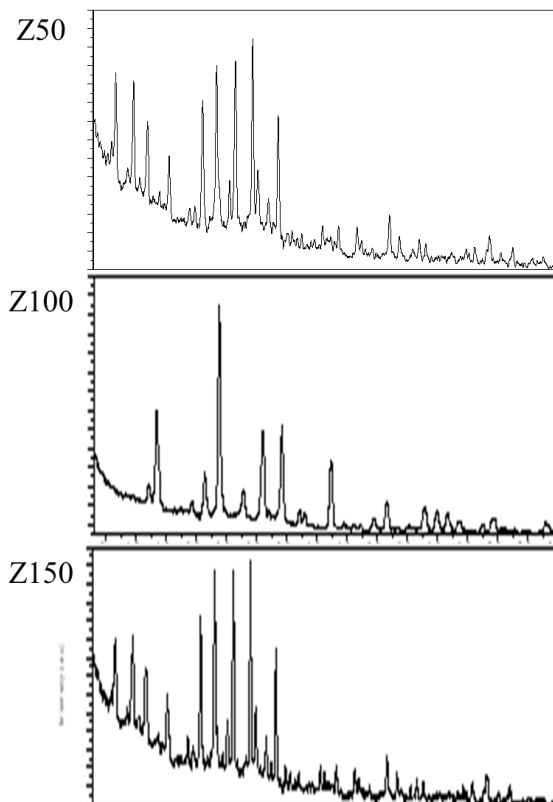
Tabel 4. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 6 jam (Z4) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z4	2θ (°) REFERENSI		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
24,379	24,502	-	-
28,218	28,493	-	-
31,659	31,819	-	-
42,903	-	-	42,759
52,052	-	-	52,454
58,424	-	-	58,477

Tabel 5. Perbandingan 2θ zeolit dengan waktu hidrotermal 7 jam (Z5) dengan 2θ referensi

2θ (°) Z5	2θ (°) Referensi		
	Sodalit	Zeolit-A	Zeolit-Na A
24,361	24,502	-	-
31,652	31,819	-	-
42,906	-	-	42,759
50,076	50,255	-	-
52,109	-	-	52,454
58,463	-	-	58,477

Kelima zeolit sintesis menunjukkan terbentuknya sodalit dan zeolit Na-A namun tidak menunjukkan adanya zeolit-A hal ini disebabkan suhu hidrotermal yang tidak konstan dan tekanan gas dalam alat hidrotermal tidak cukup untuk penataan ulang Si-Al dalam kerangka zeolit. Sintesis zeolit selanjutnya dilakukan pada suhu hidrotermal yang dapat diatur dan lebih konstan. Hasil difraktogram sebagai berikut.



Gambar 2. Difraktogram zeolit sintesis, variasi suhu hidrotermal

Tabel 6. Nilai 2θ Puncak Difraktogram tertinggi zeolit dengan variasi suhu hidrotermal

Z50	Z100	Z150
23,3381	23,2618	13,4527
26,4383	26,3687	23,7785
29,3033	29,2187	30,9885

Sesuai dengan database JCPDS nomor 39-0222 ($\text{Na}_{96}\text{Al}_{96}\text{Si}_{96}\text{O}_{384}\cdot 216\text{H}_2\text{O}$) dan JCPDS nomor 38-0241 ($\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{1.85}\text{O}_{7.7}\cdot 5.1\text{H}_2\text{O}$), sehingga dapat disimpulkan bahwa zeolit tersebut berupa zeolit Na A dengan struktur kristal yang berbentuk kubus, Z100 sesuai dengan database JCPDS nomor 39-0222 ($\text{Na}_{96}\text{Al}_{96}\text{Si}_{96}\text{O}_{384}\cdot 216\text{H}_2\text{O}$) dan JCPDS nomor 38-0241 ($\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{1.85}\text{O}_{7.7}\cdot 5.1\text{H}_2\text{O}$), dapat disimpulkan bahwa zeolit tersebut berupa zeolit Na A dengan struktur kristal berbentuk kubus dan Z150 sesuai dengan database JCPDS nomor 43-0168 ($\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_{4.5}\text{O}_{13}\cdot x\text{H}_2\text{O}$), dapat disimpulkan bahwa zeolit tersebut memiliki pola difraktogram yang mirip dengan zeolit Na Y dengan struktur kristal berbentuk kubus. Sintesis zeolit yang dilakukan pada suhu hidrotermal 150°C memberikan hasil berupa difraktogram yang berbeda daripada difraktogram zeolit yang disintesis pada suhu hidrotermal 50°C dan 100°C. Hal ini dikarenakan pada suhu 150 °C , tekanan gas semakin meningkat sehingga mempengaruhi penataan ulang ikatan antara Si-Al , mengakibatkan terjadinya perubahan struktur kerangka zeolit sintetis.

Nilai Kapasitas Tukar Kation (KTK)

Tabel 7. Hasil Kapasitas Tukar Kation Zeolit hasil sintesis (Variasi waktu hidrotermal)

Zeolit	KTK (meq/100 g)
Z1	47,00
Z2	39,26
Z3	39,04
Z4	50,36
Z5	53,23

Pada tabel 7 dapat dilihat kecenderungan nilai KTK, semakin meningkat waktu hidrotermal semakin meningkat pula nilai KTK zeolit sintesis dan tertinggi pada waktu hidrotermal 7 Jam (Z5). Nilai KTK zeolit yang disintesis dengan variasi suhu hidrotermal dapat dilihat pada tabel 8. Pada variasi suhu hidrotermal yang memberikan nilai KTK tertinggi yaitu hidrotermal 100°C. Hal ini menunjukkan bahwa zeolit sintesis ini mengandung Al yang lebih banyak , muatan negatif pada zeolit terdistribusi pada Al sehingga perlu dinetralkan dengan kation (Na) dan kation ini dapat dipertukarkan dengan kation lain.

Tabel 8. Hasil Kapasitas Tukar Kation Zeolit hasil sintesis (Variasi Suhu hidrotermal)

Zeolit	KTK (meq/100 g)
Z50	80,80
Z100	132,80
Z150	50,80

4. Kesimpulan

Zeolit sintesis dengan variasi waktu hidrotermal adalah termasuk zeolit-Na dengan nilai Kapasitas Tukar Kation 53,23 dan variasi suhu hidrotermal adalah zeolit-Na dan Zeolit-Y dengan nilai Kapasitas Tukar Kation 132,80.

5. Referensi

- [1] Takeshi Kadono, Takeshi Kubota, Hironori Chatani, Takao Kawabata, Yasuaki Okamoto, Structure Control of Molybdenum Sulfide Clusters Encaged in Zeolite Prepared by a CVD Technique, in: E.M. Gaigneaux, M. Devillers, D.E. De Vos, S. Hermans, P.A. Jacobs, J.A. Martens, P. Ruiz (Eds.) *Studies in Surface Science and Catalysis*, Elsevier, 2006, pp. 849-856.
- [2] Claudia Belviso, Francesco Cavalcante, Antonio Lettino, Saverio Fiore, Zeolite synthesised from fused coal fly ash at low temperature using seawater for crystallization, *Coal Combustion and Gasification Products*, 1, 1, (2009) 8-1
- [3] J. S. Udhoji, Amit Kumar Bansiwali, S. U. Meshram, S. S. Rayalu, Improvement in optical brightness of fly ash based zeolite-A for use as detergent builder, *Journal of Scientific and Industrial Research*, 64, (2005) 367-371
- [4] Anonim, Zeolites for Detergents as nature intended, in, Zeodet, Association of Detergent Zeolite Producers, 2011.
- [5] Hiroaki Katsuki, Sridhar Komarneni, Synthesis of Na-A and/or Na-X zeolite/porous carbon composites from carbonized rice husk, *Journal of Solid State Chemistry*, 182, 7, (2009) 1749-1753 <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2009.04.022>
- [6] K. S. Hui, C. Y. H. Chao, Pure, single phase, high crystalline, chamfered-edge zeolite 4A synthesized from coal fly ash for use as a builder in detergents, *Journal of Hazardous Materials*, 137, 1, (2006) 401-409 <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.02.014>
- [7] Jinlong Jiang, Liangdong Feng, Xu Gu, Yunhua Qian, Yaxin Gu, Chuansong Duanmu, Synthesis of zeolite A from palygorskite via acid activation, *Applied Clay Science*, 55, Supplement C, (2012) 108-113 <https://doi.org/10.1016/j.clay.2011.10.014>