



Synthesis of Zeolite from Bagasse and Rice Husk Ashes as Surfactant Builder on Detergency Process: Variation of NaOH Concentration for Silica Isolation

Arnelli^{a*}, Bara Yunianto Fathoni^a, Teguh Iman P^a, Ahmad Suseno^a, Yayuk Astuti^a

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

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

<https://doi.org/10.14710/jksa.21.3.139-143>

Article Info

Article history:

Received: 1 July 2018
 Revised: 25 July 2018
 Accepted: 26 July 2018
 Online: 31 July 2018

Keywords:

zeolite; surfactant
 builder; detergency;
 rice husk; ash bagasse

Abstract

Zeolite was successfully synthesised from ash bagasse and from rice husk ash as source of silica and applied to surfactant builder. The removal of silica from bagasse ash and from rice husk ash was influenced by NaOH concentration to obtain sodium silicate. This research aimed to synthesize zeolite, determine the optimum concentration of NaOH to synthetic zeolite, identify the zeolite mineral type, morphology, determine cation exchange rate and detergency by using synthesized zeolite as builder. Synthesis of zeolite was undertaken by sol-gel method followed by hydrothermal process. The stages of this study included the production of bagasse and rice husk ashes, isolation of silicate using a variation of NaOH concentration of 1.67, 3.33, 5.00, 6.67 and 8.30 M in the form of sodium silicate. Synthesis of zeolite was carried out by reacting sodium silicate and sodium aluminate using hydrothermal method. The synthesized zeolites were characterized using XRD and SEM. The results of this research indicated the types of zeolite minerals formed, namely, zeolite A, Na-A, Na-Y and sodalite. The morphology of the synthesized zeolites from both samples was quite homogeneous, NaOH concentration used to produce zeolite from bagasse ash was 1.67 M with value of cation exchange capacity (CEC) and detergency were respectively 121.14 meq/100 gram and 92.09% while synthesis zeolite from rice husk ash was generated using 8.3 M NaOH concentration with value of cation exchange capacity (CEC) and detergency were 65,71 meq / 100 gram and 94,313%, respectively.

Abstrak

Kata Kunci:

zeolit; builder
 surfaktan; detergensi;
 sekam padi; ampas
 tebu

Telah dilakukan sintesis zeolit dari abu ampas tebu dan dari abu sekam padi sebagai sumber silika dan diaplikasikan untuk builder surfaktan. Pengambilan silika dari abu ampas tebu dan dari abu sekam padi dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH untuk memperoleh natrium silikat. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis zeolit, menentukan konsentrasi optimum NaOH terhadap zeolit sintesis, jenis mineral zeolit, morfologi, menentukan nilai tukar kation dan deterjensi dengan menggunakan zeolit hasil sintesis sebagai *builder*. Sintesis zeolit dilakukan dengan metode sol-gel dilanjutkan proses hidrotermal. Tahapan penelitian ini meliputi pengabuan ampas tebu dan pengabuan sekam padi, pengambilan silikat menggunakan variasi konsentrasi NaOH 1,67; 3,33; 5; 6,67 dan 8,3 M sebagai natrium silikat. Sintesis zeolit dilakukan dengan mereaksikan natrium silikat dengan natrium aluminat kemudian dilanjutkan proses hidrotermal. Zeolit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM. Hasil penelitian ini menunjukkan Jenis mineral zeolit yang terbentuk antara lain zeolit A, Na-A, Na-Y dan sodalit. Morfologi zeolit hasil sintesis dari kedua sampel cukup

homogen, konsentrasi NaOH optimum adalah 1,67 M dengan nilai kapasitas tukar kation (KTK) dan detergensi berturut-turut 121,14 mek/100 gram dan 92,09 % untuk sampel abu ampas tebu sedangkan zeolit sintesis dari abu sekam padi optimum pada konsentrasi NaOH 8,3 M dengan nilai KTK dan detergensi yaitu 65,71 mek/100 gram dan 94,313%.

1. Introduction

Abu ampas tebu tersusun dari beberapa jenis partikel dengan komposisi ukuran, morfologi dan kandungan kimia yang berbeda. Partikel-partikel halus sebagian besar berisi silika yang jumlahnya sebesar 49,58% sementara itu abu sekam padi mengandung 91,65%. Silika dapat diisolasi menggunakan metode alkali konvensional sehingga pada pengambilan silika dari abu ampas tebu dan dari abu sekam padi sangat dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH yang digunakan, Silika yang diperoleh kemudian dapat digunakan untuk sintesis material berbasis silika seperti zeolit ([1]).

Zeolit adalah mineral aluminosilikat terhidrasi dengan struktur tiga-dimensi terbuka sehingga dapat dimanfaatkan sebagai adsorben atau penukar kation. Zeolit dapat disintesis dengan menggunakan metode sol gel yang dilanjutkan proses hidrotermal [2]. Berdasarkan penelitian Hanipa *dkk.* [3] zeolit-A terbentuk pada proses hidrotermal selama 1,2 dan 3 hari. Kemampuan zeolit dalam pertukaran kation dapat dimanfaatkan oleh industri, salah satunya pada industri deterjen sebagai builder [4]. Zat pembangun (*builder*) pada deterjen berfungsi dalam meningkatkan efisiensi pencuci dari surfaktan dengan cara menonaktifkan mineral penyebab kesadahan air (ion Ca^{2+} dan Mg^{2+}).

Banyak diantara deterjen yang menggunakan *builder* jenis *sodium tripolyphosphate* (STPP) dan *tetra sodium pyrophosphate* (TSPP), namun *builder* jenis tersebut dapat menyebabkan deposit fosfat dalam air dan berakibat eutrofikasi [5]. Zeolit mampu menggantikan peran fosfat sebagai pembentuk *builder* dalam deterjen, karena zeolit dapat mencegah pembentukan garam-garam anorganik yang kurang larut dalam air [4].

Penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit berbahan dasar abu ampas tebu dan abu sekam padi sebagai sumber Si menggunakan metode sol gel yang dilanjutkan proses hidrotermal, dengan variasi konsentrasi NaOH 1,67; 3,33; 5; 6,67 dan 8,3 M. Zeolit hasil sintesis kemudian diaplikasikan sebagai *builder* dalam proses deterjensi.

Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis zeolit, menentukan konsentrasi optimum NaOH terhadap zeolit sintesis, jenis mineral zeolit, morfologi, menentukan nilai tukar kation dan deterjensi dengan menggunakan zeolit hasil sintesis sebagai *builder*.

2. Metodologi Penelitian

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaOH, abu ampas tebu, abu sekam padi, $\text{Al}(\text{OH})_3$,

H_2O , kain katun, Soduim Lauryl Sulfat, kotoran standart dan Na_2SO_4 .

Pembuatan Abu Ampas Tebu dan abu sekam padi

Ampas tebu dan sekam padi dicuci, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari hingga kering, kemudian diarangkan. Arang yang diperoleh kemudian difurnace selama 4 jam dengan suhu 700°C kemudian didinginkan dan dihaluskan.

Pengambilan Natrium Silikat

Sebanyak 10 gram abu yang diperoleh dilarutkan ke dalam 50 mL NaOH dengan berbagai konsentrasi yaitu 1.67, 3.33, 5, 6.67 dan 8,3 M, distirer selama 2 jam 300 rpm pada suhu 80°C kemudian disaring dan filtratnya sebagai natrium silikat.

Pembuatan Natrium Aluminat

Sebanyak 20 g NaOH yang dilarutkan dalam 100 mL akuades dipanaskan dan di tambahkan 8,5 g $\text{Al}(\text{OH})_3$ disertai pengadukan.

Sintesis Zeolit

Sebanyak 25 mL natrium Silikat (5 variasi konsentrasi NaOH) dan 25 mL natrium Aluminat dicampurkan kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam pada 300 rpm sehingga terbentuk gel. Selanjutnya dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 340 menit dalam keadaan tertutup rapat. Hasil yang terbentuk kemudian di saring dengan kertas saring Whatmann. Padatan yang terbentuk kemudian dicuci dengan Aquades hingga pH filtrat 10-11. Selanjutnya dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam [2], dikarakterisasi dan digunakan sebagai buider.

Proses Deterjensi

Detergensi adalah sifat spesifik dari zat aktif permukaan (Surfaktan) untuk membersihkan suatu permukaan dari kotoran [6]. Proses deterjensi dilakukan dengan cara kain ukuran tertentu dikotori dengan kotoran standar, dikeringkan dan ditimbang dicatat sebagai berat kain kotor. Kotoran standar terbuat dari campuran *kaolin*, *feriklorida*, karbon hitam, bensin mobil dan lemak sapi, masing-masing disuspensikan dalam aseton. Kain kotor kemudian dicuci dengan larutan surfaktan dengan penambahan zeolit hasil sintesis sebagai builder. Kain di bilas, dikeringkan dan ditimbang dan di catat berat bersihnya. Sebagai pembanding digunakan *Sodium tripolyphosphate* (STPP) sebagai builder. Penentuan persentase deterjensi digunakan persamaan sebagai berikut:

$$\text{Detergensi} = \frac{BKL}{BKM} \times 100\%$$

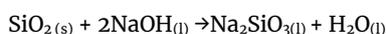
di mana BKL merupakan jumlah kotoran yang lepas dan BKM adalah jumlah kotoran yang menempel.

3. Hasil dan Pembahasan

Sintesis Zeolit

Penghilangan kandungan karbon dari ampas tebu dan dari sekam padi dilakukan dengan cara pengabuan arang dengan pemanasan suhu tinggi pada 700°C selama 4 jam. Pengabuan pada suhu 700°C bertujuan untuk mendapatkan Si dalam fasa amorf. Silika dalam kondisi fasa amorf memiliki sifat kelarutan yang khas, di mana silika amorf mempunyai kelarutan yang tinggi pada kondisi alkalis dari pada silika yang berbentuk kristalin contohnya mullite dan kuarsa [2]. Dalam proses pengabuan, hidrokarbon dalam kedua sampel teroksidasi menghasilkan CO₂ dan H₂O yang menguap sehingga yang tersisa adalah bahan anorganik terutama SiO₂.

Abu ampas tebu ditambahkan NaOH dengan variasi konsentrasi 1,67; 3,33; 5; 6,67 dan 8,3 M untuk mendapatkan larutan natrium silikat [2]. Reaksinya:

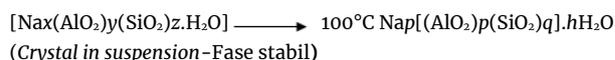
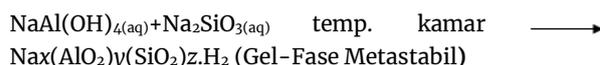
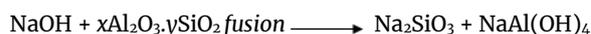


Tujuan variasi NaOH yaitu untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH terhadap berat produk zeolit yang terbentuk. Penggunaan konsentrasi NaOH 1,67 M dengan volume NaOH 50 mL mengakibatkan silika yang terdapat dalam abu ampas tebu tidak habis. Silika dalam abu ampas tebu mulai habis pada konsentrasi NaOH 3,33 M karena berdasarkan stoikiometri untuk 10 gram abu ampas tebu dengan kandungan SiO₂ sebesar 34,7806 % (0,0579 mol) dibutuhkan minimal 0,1158 mol NaOH sehingga reaksi tersebut sesuai dengan stoikiometri reaksi perbandingan koefisien dan mol. Sementara itu silika dalam sampel abu sekam padi lebih banyak dari abu ampas tebu maka konsentrasi NaOH 8,3 M. Sumber alumina dalam sintesis zeolit adalah natrium aluminat yang dibuat dari Al(OH)₃ di tambahkan NaOH. Reaksinya:



Pada reaksi antara natrium silikat dengan natrium aluminat terbentuk gel. berwarna putih yang memperlihatkan adanya interaksi antara natriumsilikat dan natrium aluminat. Pada proses tersebut terjadi reaksi kondensasi dan diikuti oleh polimerisasi larutan jenuh membentuk ikatan Si-O-Al. Berdasarkan penelitian Wang dkk. [2] sintesis zeolit A memberikan hasil yang optimum pada waktu hidrotermal 340 menit, menurut Arnelli dkk. [7] menyatakan bahwa waktu hidrotermal dapat mempengaruhi nilai kapasitas tukar kation maka dalam sintesis zeolit ini digunakan perlakuan waktu hidrotermal selama 340 menit dengan suhu 100°C (Sumber silika dari abu ampas terbu) sedangkan berdasarkan penelitian Arnelli dkk. [8] bila sumber silika dari abu sekam padi waktu hidrotermal optimum pada 420 menit dengan suhu 100°C akan terbentuk zeolit Na-A.

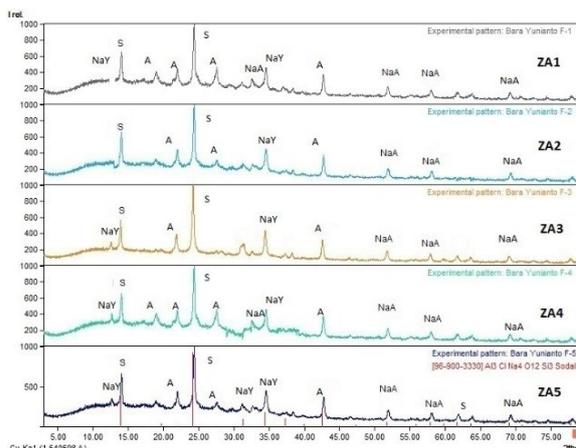
Pada proses hidrotermal, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada struktur zeolitnya. Struktur zeolit tersebut akan lebih teratur dan ikatannya lebih kuat sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal [9].



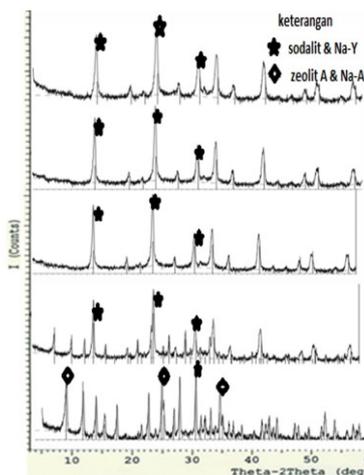
Kristal zeolit hasil proses hidrotermal disaring kemudian dicuci dengan akuabides. Pencucian ini bertujuan untuk menurunkan pH filtrat dari 14 sampai antara 10-11. Padatan yang terbentuk kemudian di panaskan untuk menghilangkan molekul air yang terperangkap secara bebas pada zeolit. Zeolit yang terbentuk berupa padatan putih dan tidak ada perbedaan yang signifikan antara sifat fisik zeolit dengan konsentrasi NaOH. XRD dari kelima variasi NaOH baik untuk abu ampas tebu maupun abu sekam padi berupa mineral yang sama yaitu zeolit Na-Y, zeolit Na-A, zeolit-A dan sodalit.

Karakterisasi dengan X-Ray Diffractometer (XRD)

Penentuan jenis mineral menggunakan data JCPDS-ICDD nomor 11-0401 (Sodalit/ Na₄(Al₃Si₃O₁₂)/OH), nomor 31-1269 (zeolit A/ Na₁₂Al₁₂Si₁₂O₄₈ · xH₂O), nomor 43-0168 (zeolit Na-Y/ Na₂Al₂Si_{4,5}O₁₃ · xH₂O), dan nomor 38-0241 (zeolit Na-A/ Na₂Al₂Si_{1,85}O_{7,7} · 5.1 H₂O).



Gambar 1: Difraktogram Zeolit Hasil Sintesis dari abu ampas tebu

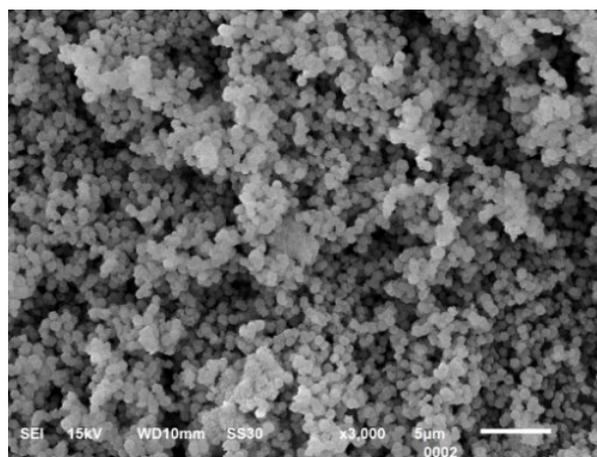


Gambar 2: Difraktogram Zeolit Hasil Sintesis dari abu sekam padi

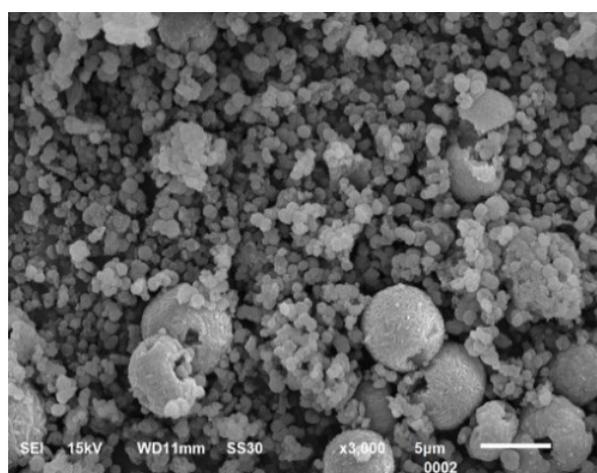
Gambar 1 menunjukkan hasil analisa XRD pada kelima sampel zeolit hasil sintesis dari abu ampas tebu dengan keterangan ZA1, ZA2, ZA3, ZA4, ZA5 berturut turut merupakan zeolit hasil sintesis dengan variasi konsentrasi NaOH sebesar 1,67; 3,33; 5; 6,67 dan 8,3 M. Puncak A, HS, NaA dan NaY pada XRD berturut-turut merupakan jenis mineral zeolit yang terbentuk yaitu zeolit A, sodalit, zeolit Na-A dan zeolit Na-Y. Pada gambar 2 (XRD zeolit sintesis dari abu sekam padi) juga menunjuk adanya mineral zeolit A, sodalit, zeolit Na-A dan zeolit Na-Y. Ketidakmurnian zeolit yang terbentuk atau tidak terbentuknya zeolit dengan satu jenis mineral zeolit tertentu dikarenakan orientasi pembentukan kristal pada mineral zeolit tersebut kurang maksimal. Hal ini disebabkan pembentukan kerangka zeolit berbeda sesuai dengan waktu yang dibutuhkan dan rasio Si/Al.

Karakterisasi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisa sampel menggunakan SEM dilakukan pada sampel zeolit hasil sintesis dengan variasi konsentrasi NaOH 1,67 M dan 8,3 M. Hal tersebut dilakukan karena pada hasil analisa KTK, zeolit hasil sintesis menunjukkan kecenderungan nilai KTK semakin turun berdasarkan kenaikan konsentrasi NaOH. Selain itu, pengambilan sampel dari variasi konsentrasi NaOH terendah (1,67 M) dan tertinggi (8,3 M) diharapkan mampu memberikan gambaran morfologi dan homogenitas dari permukaan zeolit hasil sintesis berdasarkan kenaikan konsentrasi NaOH.



Gambar 3 Hasil SEM zeolit hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 1,67 M



Gambar 4 Hasil SEM zeolit hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 8,3 M

Pada Gambar 3 terlihat morfologi pada zeolit pada NaOH 1,67 M halus dengan diameter *grain* lebih kecil dari pada zeolit hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 8,3 M (Gambar 4). Selain itu, pada zeolit ini mempunyai tekstur *grain* yang lebih homogen dibanding dengan zeolit hasil sintesis dengan konsentrasi NaOH 8,3 M.

Kapasitas Tukar Kation

Hasil kapasitas tukar kation pada zeolit hasil sintesis dapat dilihat pada Tabel 1. Berdasarkan **tabel 1** nilai KTK yang paling tinggi adalah pada ZA1 sebesar 121,14 mek/100gram untuk zeolit dari ampas tebu sedangkan 90 mek/100g untuk zeolit dari abu sekam padi. Semakin besar konsentrasi NaOH nilai KTK dari zeolit hasil sintesis cenderung turun, hal ini menunjukkan semakin berkurang muatan negatif pada Al dan semakin berkurang juga kation Na⁺ yang dapat dipertukarkan atau jumlah Si semakin meningkat dibandingkan Al di dalam zeolit sintesis.

Tabel 1: Hasil Kapasitas Tukar Kation (KTK) Zeolit hasil sintesis.

Zeolit	KTK1 mek/100 g	KTK2 mek/100g
ZA1	121,14	90,00
ZA2	90,91	55,56
ZA3	118,92	66,67
ZA4	100,00	78,72
ZA5	96,86	65,71

Kemampuan Detergenasi**Tabel 2** detergenasi surfaktan sodium lauryl sulphat (SLS) dengan Builder zeolit sintesis

Sampel*	Rata-rata % Deterjensi Abu ampas tebu	Rata-rata % Deterjensi Abu sekam padi
S1	93,57	85,60
S2	89,42	87,14
S3	92,34	92,33
S4	89,88	93,39
S5	85,97	94,31
STPP	73,61	70,47
Tanpa builder	48,70	85,60

*S1 – S5 yaitu surfaktan dengan penambahan zeolit sintesis dengan variasi konsentrasi NaOH 1,67; 3,33; 5; 6,67 dan 8,3 M

Tabel 2 menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis dari abu ampas tebu memiliki kemampuan sebagai builder surfaktan lebih baik dibandingkan dengan STPP (Sodium Tripoli phosphat). Hasil detergenasi optimal diperoleh pada sampel S1 dengan konsentrasi NaOH sebesar 1,67 M dan detergenasi 93,57%. Sedangkan untuk zeolit sintesis dari abu sekam padi, detergenasi optimum pada sampel S5 yaitu konsentrasi NaOH 8,3 M dengan detergenasi sebesar 94,31%. Fungsi builder pada detergenasi antara lain adalah mengikat kation Ca dan Mg pada air sadah dan mempertahankan pH. Mengikat kation Ca dan Mg pada air sadah berkaitan dengan KTK zeolit, semakin tinggi KTK makin banyak kation Ca dan Mg yang dapat diikat oleh builder sehingga kation-kation tersebut tidak mengganggu proses detergenasi dan detergenasi dapat meningkat. Hal ini sesuai untuk zeolit sintesis dari abu ampas tebu, tetapi pada zeolit sintesis dari abu sekam padi tidak demikian. Abu sekam padi mengandung silika yang sangat tinggi sehingga untuk mengambil silika dibutuhkan konsentrasi NaOH yang lebih tinggi. Detergenasi juga dipengaruhi pH, pH optimum berkisar 10–11,5 atau pH basa karena ada pengaruh muatan negatif (OH^-) yang terdistribusi pada kain dan kotoran sehingga kotoran mudah terlepas. Larutan surfaktan dengan penambahan zeolit sintesis dari abu sekam padi mencapai pH optimum pada konsentrasi NaOH 8,3 M.

4. Kesimpulan

Jenis mineral zeolit yang terbentuk dari bahan dasar abu ampas tebu dan abu sekam padi antara lain zeolit A, Na-A, Na-Y dan sodalit. Morfologi zeolit hasil sintesis

dengan konsentrasi NaOH 1,67 M cukup homogen dengan ukuran grain kristal rata-rata kecil, sedangkan konsentrasi NaOH 8,33 M kurang homogen dengan grain kristal rata-rata besar. Nilai KTK dan Uji deterjensi menunjukkan hasil optimal pada konsentrasi NaOH 1,67 M masing-masing yaitu 121,14 mek/100 gram dan 92,09 % untuk zeolit sintesis dari abu ampas tebu dan pada konsentrasi NaOH 8,3 M yaitu 65,71 mek/100 gram dan 94,31 % untuk zeolit sintesis dari abu sekam padi.

5. Daftar Pustaka

- [1] Chandra Wahyu Purnomo, Chris Salim, Hirofumi Hinode, Synthesis of pure Na-X and Na-A zeolite from bagasse fly ash, *Microporous and Mesoporous Materials*, 162, (2012) 6-13 <http://dx.doi.org/10.1016/j.micromeso.2012.06.007>
- [2] Chun-Feng Wang, Jian-Sheng Li, Lian-Jun Wang, Xiu-Yun Sun, Influence of NaOH concentrations on synthesis of pure-form zeolite A from fly ash using two-stage method, *Journal of Hazardous Materials*, 155, 1, (2008) 58-64 <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.11.028>
- [3] Pungki Hanipa, Pardoyo Pardoyo, Taslimah Taslimah, Arnelli Arnelli, Yayuk Astuti, Pengaruh Variasi Waktu Hidrotermal terhadap Sintesis dan Karakterisasi Nanokristal Zeolit A dari Abu Sekam Padi, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 20, 2, (2017) 79-83 <https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.79-83>
- [4] 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>
- [5] J. S. Udhoji, Amit Kumar Bansiwala, 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
- [6] Milton J Rosen, Joy T Kunjappu, Surfactants and interfacial phenomena, John Wiley & Sons, 2012.
- [7] Arnelli Arnelli, Noor Afifah, Narita Rizki, Tri Windarti, Yayuk Astuti, Synthesis of Zeolite from Sugar Cane as Detergent Builder: Variation of Si/Al Ratio and Hydrothermal Time, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 21, 1, (2018) 24-28 <https://doi.org/10.14710/jksa.21.1.24-28>
- [8] Arnelli Arnelli, Fitriani Solichah, Alfiansyah Alfiansyah, Ahmad Suseno, Yayuk Astuti, Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi menggunakan Metode Hidrotermal: Variasi Waktu dan Temperatur, *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, 20, 2, (2017) 58-61 <https://doi.org/10.14710/jksa.20.2.58-61>
- [9] Jean-Francois Le Page, Applied heterogeneous catalysis: design, manufacture, use of solid catalysts, Technip, 1987.