

Sintesa Zeolit 4A dari Kaolin Menggunakan Proses Peleburan dengan Variasi Perbandingan Volume Reaktan

Ryan Prakarsa Putra*, Fajril Akbar**, Zultiniar**

*Alumni Teknik Kimia Universitas Riau **Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau
Kampus Binawidya Km 12,5 Simpang Baru Panam, Pekanbaru 28293

Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau

ryan.prakarsa.putra@gmail.com

ABSTRAK

Zeolite 4A can be used as phosphate replacement for detergents synthesis. It can be synthesized from calcined kaolinite . The results of the kaolin analysis indicated that composition of silica in kaolin larger than alumina, there for in the process of zeolite 4A synthesis need additional of alumina compound. In this research examine the possibility of kaolin as the source of silica in zeolite 4A synthesis with variations in the volume of reactants (20:80 , 40:60 , 50:50 , 60:40 , 80:20). The reactant compound was synthesis by reaction of sodium silicate (kaolin remelting with sodium hydroxide) and sodium aluminate . Zeolite 4A was synthesis by stirring up the sodium silicate with sodium aluminate for 2 hours until white gel formed. Then synthesized at 80 °C temperature for 8 hours. The result of the synthesis filtered and washed with distilled water until neutral pH, and then dried in oven at 120°C temperature for 3 hours. The forming of zeolite characterized by infrared spectrophotometry and X-ray diffractometer. Maximal zeolite 4A synthesized was form the variation of sodium silicate and sodium aluminate ratio at 60:40 with 1.53 ratio. The comparison of diffractogram concluded that zeolit synthesis in this study was zeolite 4A..

Keywords : *Infrared Spectroscopy , Kaolin ,X-Ray Diffraction , Zeolite 4A*

I. PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini, pembuatan zeolit sintesis masih terus dilakukan di negara-negara maju, seperti Amerika dan Jepang, dengan memanfaatkan bahan alam di negara mereka. Diantara zeolit sintesis, zeolit 4A digunakan dalam industri detergen [Flanigen dkk, 1971]. Bahan pembentukan detergen berfungsi untuk menambah kekuatan detergen [Austin, 1984] dan juga berfungsi untuk melunakkan sifat air, menurunkan kation Ca^{2+} dan Mg^{2+} di dalam air dengan membentuk kompleks [de Lucas dkk, 1992]. Bahan pembentuk detergen dari kompleks fosfat, seperti natrium trifosfat atau tetranatriumfosfat, paling banyak digunakan karena jauh lebih baik dari pada bahan penurun kesadahan yang bisa digunakan untuk menghilangkan ion kation Ca^{2+} dan Mg^{2+} [Austin, 1984].

Walaupun sifat pencuciannya lebih unggul, tetapi penggunaan fosfat pembentuk detergen semakin dikedam, karena fosfat dapat memperbesar eutrophication air permukaan (sungai dan danau-danau), yaitu memperbesar persediaan makana dalam air yang menyebabkan berkembang biaknya ganggang dan tumbuhan lain, sehingga menghilangkan oksigen dalam air yang dibutuhkan bagi kehidupan ikan, dan dapat mengubah sebagian kecil badan air menjadi rawa atau daratan. Oleh karena itu perlu dibuat pembentuk detergen pengganti dengan bahan tanpa fosfat [Kurzendofer dkk, 1987].

Pada studi tentang penukaran zeolit telah ditunjukkan bahwa zeolit 4A adalah sangat efektif untuk menghilangkan ion Ca^{2+} dan Mg^{2+} . Berdasarkan alternatif tersebut zeolit 4A dapat digunakan

sebagai pengganti fosfat untuk pembentuk detergen [de Lucas dkk, 1992].

Zeolit didefinisikan sebagai kristal aluminasilika yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi. Zeolit terbentuk oleh tetrahedral silica (SiO_4^{4-}) dan alumina (AlO_4^{5-}) dengan rongga-rongganya terisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air [Robeiro dkk, 1984]. Kaolin dengan rumus kimia $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ adalah batuan yang tersusun dari mineral lempung dengan kandungan besi yang rendah [Sukandarumidi, 1999]. Kaolin umumnya berwarna putih sebagian besar komponen yang terkandung dalam kaolin adalah silika dan alumina. Besarnya kandungan silika dan alumina dalam kaolin, diharapkan kaolin dapat digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit. Dengan anggapan tersebut diatas dalam penelitian ini akan diteliti pemanfaatan kaolin sebagai bahan dasar sintesis zeolit 4A.

Zeolit 4A dapat di sintesis dari kaolinit yang telah dikalsinasi. kaolinit adalah mineral utama dari kaolin. hasil kalsinasi dari kaolinit dapat digunakan untuk sintesis zeolit atau penyaring molekul dengan perlakuan hydrothermal dalam media alkali. Nilai rasio molar Si / Al dalam metakaolinit (suatu padatan lebih reaktif dari pada kaolinit) adalah sama dengan satu, dan bersesuaian untuk komposisi zeolit 4A [Murat dkk, 1992]. Akbar (1996); Akbar dkk.(2006); Zahrina (2012); dan Yelmida (2012) dengan bahan dasar *fly ash* sepakat bahwa proses sintesa zeolit 4A terbaik adalah pengadukan Natrium Silikat dan Natrium Aluminat dengan perbandingan volume 60ml/40ml selama 3 jam, kemudian dilanjutkan dengan pemanasan gel selama 8 jam pada suhu 80°C , penyaringan, pencucian dan pengeringan zeolit 4A. Larutan natrium Silikat dibuat dari peleburan 25 gram bahan dengan komposisi silika yang tinggi (misal: *fly ash sawit*) dengan 62,5 gram NaOH, yang diikuti peleburan dan pengenceran hingga 250 ml. Sedangkan larutan natrium aluminat dibuat dari

pelarutan 30,5 gram NaOH dan 21,65 $\text{Al}(\text{OH})_3$ dalam 100 ml diikuti pemanasan kemudian dilanjutkan dengan pengenceran hingga 250 ml . Kaolin dikalsinasi pada suhu 700°C dan pengadukan gel selama 2 jam merupakan kondisi terbaik pada pembentukan zeolit 4A [Taufik, 2013].

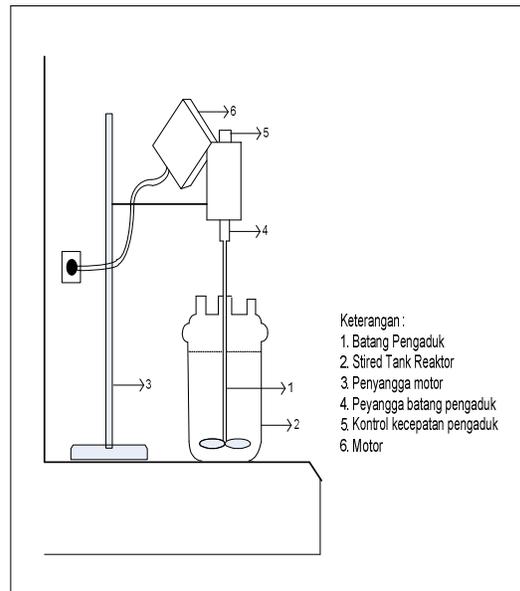
II. METODOLOGI PENELITIAN

Bahan yang digunakan

Kaolin, Natrium Hidroksida (NaOH) , Alumunium Hidroksida ($\text{Al}(\text{OH})_3$), Akuades.

Alat yang digunakan

Alat yang digunakan adalah satu set reaktor *batch* berpengaduk,, oven, furnace, timbangan analitik, batang pengaduk, timer, termometer, kertas saring, labu ukur, erlenmeyer, kertas pH universal, spektrofotometer inframerah, difraktometer sinar-x



Gambar 1. Rangkaian Alat Penelitian

Variabel yang digunakan

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari variabel tetap dan variabel bebas. variabel tetap adalah temperatur kalsinasi 700°C , temperatur peleburan 500°C , waktu peleburan 5 menit, lama pengadukan 2 jam, temperature sintesa zeolit 4A 80°C ,

waktu pemanasan gel 8 jam, temperature pengovenan 120°C selama 3 jam, ukuran partikel kaolin 200 mesh. Variabel bebas adalah perbandingan volume reaktan (natrium silikat/ natrium aluminat) : 80/20, 60/40, 50/50, 40/60, 20/80

Prosedur Penelitian

Penelitian ini terdiri dari 2 tahap, yaitu pelaksanaan dan analisa hasil.

1. Pelaksanaan

Bahan reaktan yang digunakan dalam sintesis zeolit adalah natrium silikat dan natrium aluminat.

a. Pembuatan Larutan Natrium Silikat

Larutan natrium silikat dibuat dengan melebur 25 gram sampel kaolin dan 62,5 gram NaOH, kemudian dilebur pada temperatur 500°C selama 5 menit. Setelah dingin, leburan tersebut diberi akuades secukupnya dan dibiarkan selama 24 jam agar larut sempurna. Larutan kemudian disaring dan diencerkan sampai 250 ml.

b. Pembuatan Larutan Natrium Aluminat

Larutan aluminat dibuat dengan melarutkan 30,5 gram NaOH dalam 100 ml akuades dan dipanaskan. Kedalam larutan ini dimasukkan sebanyak 21,65 gram Al(OH)₃ sambil diaduk. Setelah semua Al(OH)₃ larut kemudian diencerkan sampai 250 ml.

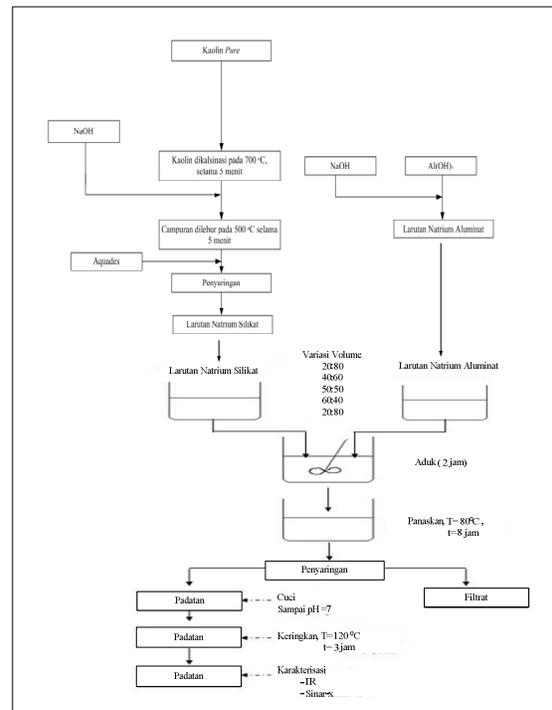
1. Proses Sintesa

Proses sintesa zeolit 4A dilakukan dengan menambahkan larutan natrium aluminat secara perlahan lahan kedalam larutan natrium silikat dengan perbandingan yaitu 20:80, 40:60, 50:50, 60:40,20:80, sambil diaduk selama 2 jam dan akan terbentuk gel yang berwarna putih. Kemudian dilakukan sintesis pada temperatur 80°C selama 8 jam. Hasil sintesis disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral, kemudian

dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 3 jam seperti pada Gambar 2. Cuplikan hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan alat spektrofotometer inframerah. Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari spektrofotometer inframerah, maka dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan Difraktometer sinar-X.

Karakterisasi Zeolit

Pada penelitian ini, karakterisasi zeolit 4A dilakukan menggunakan spektrofotometri inframerah untuk mengetahui terbentuknya zeolit 4A, Karakterisasi yang merupakan ciri khas terbentuknya zeolit 4A ditandai dengan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1250-950 cm⁻¹,650-500cm⁻¹,500-420 cm⁻¹,dan 420-300 cm⁻¹ (Flanigen dkk, 1971). Setelah uji ini memberikan karakterisasi berupa serapan vibrasi dari zeolit 4A, maka untuk membuktikan kebenaran tersebut perlu dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-X.



Gambar 2. Diagram Alir Proses Sintesis Zeolit 4A

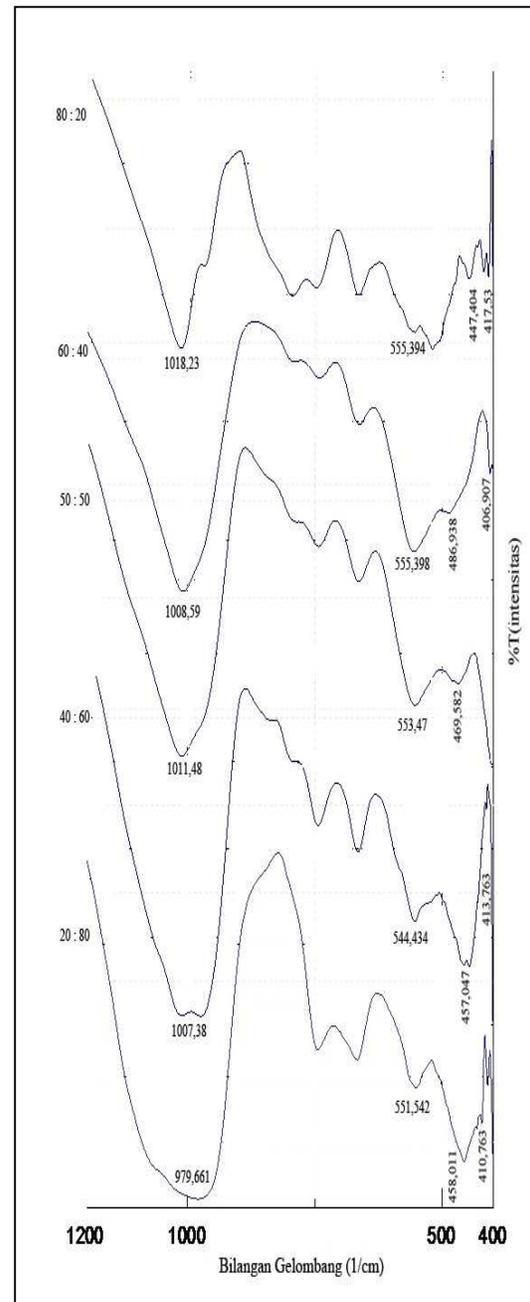
III. Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi yang merupakan ciri khas terbentuknya zeolit 4A ditandai dengan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1250-950 cm^{-1} , 650-500 cm^{-1} , 500-420 cm^{-1} , dan 420-300 cm^{-1} . Serapan pada bilangan gelombang 1250-950 cm^{-1} menyatakan adanya rentang asimetri dari ikatan TO_4 tetrahedral. Serapan pada bilangan gelombang 650-500 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi cincin ganda polihedral kerangka zeolit. Serapan pada bilangan gelombang 500-420 cm^{-1} menyatakan serapan vibrasi tekuk ikatan TO_4 . Serapan pada bilangan gelombang 420-300 cm^{-1} menyatakan adanya pori terbuka dari zeolit 4A. Spektrogram inframerah pada daerah bilangan gelombang 1500-400 cm^{-1} (Flanigen dkk, 1971). Hasil penelitian variasi volume reaktan ditunjukkan pada Gambar 3.1.

Dari hasil spektrogram tersebut diatas dapat dinyatakan bahwa, untuk semua variasi perbandingan natrium silikat dengan natrium aluminat dihasilkan pita serapan yang sesuai dengan karakterisasi zeolit 4A. Untuk menentukan peleburan berat natrium hidroksida yang lebih baik, dapat ditentukan dengan membandingkan rasio serapan pada bilangan gelombang 650-500 cm^{-1} dan 500-420 cm^{-1} .

Dari Tabel 1 dapat diketahui bahwa untuk perbandingan natrium silikat dengan natrium aluminat 20:80 dan 40:60 rasio serapannya sebesar 0,667 dan 0,875 dimana kerangka zeolit 4A yang terbentuk lebih sedikit dibandingkan ikatan TO_4 yang terbentuk, sedangkan perbandingan natrium silikat dan natrium aluminat 50:50, 60:40 dan 80:20 rasio serapannya 1,500, 1,536, 1,400 menunjukkan kerangka zeolit yang terbentuk lebih besar dari kerangka TO_4 yang terbentuk. Dari data rasio serapan tersebut dapat dinyatakan bahwa perbandingan natrium silikat dan natrium aluminat 60:40 lebih baik dibandingkan dengan perbandingan natrium silikat dan natrium aluminat yang lain. Semakin besar harga rasio serapan

yang didapat, berarti semakin besar pula serapan yang terjadi pada daerah bilangan gelombang 650-500 cm^{-1} , yang menyatakan banyak terbentuk cincin ganda dari tetrahedral TO_4 . Semakin besar harga rasio serapan yang didapat maka semakin besar kristalinitas zeolit 4A yang terbentuk.



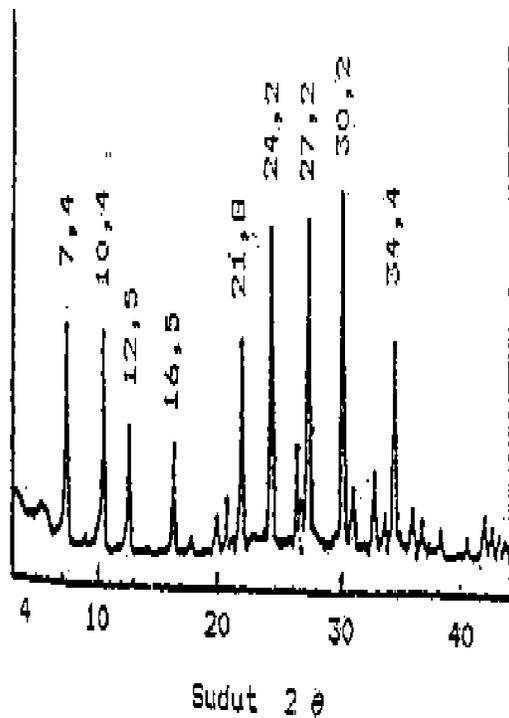
Gambar 3. Spektrogram Inframerah Hasil Sintesis dari Variasi Volume Reaktan

Tabel 1. Data Rasio Pita Serapan IR untuk Variasi Volume Reaktan

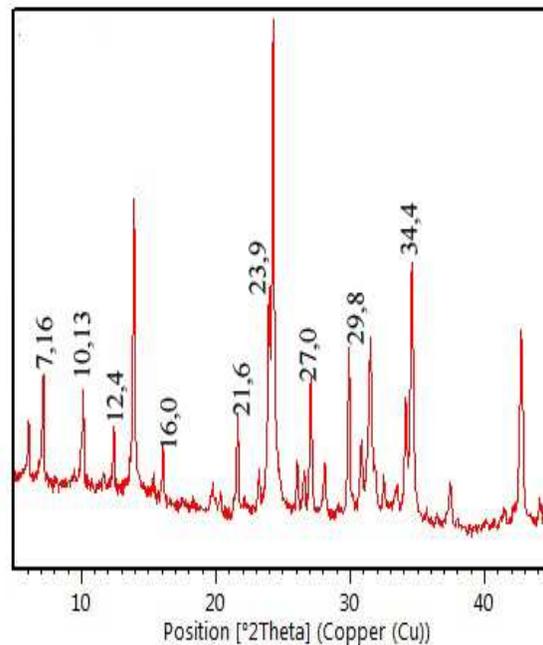
Natrium Silikat : Natrium Aluminat	Pita Serapan IR				Rasio Luas Area Serapan
	650-500 cm^{-1}	Luas Area Serapan	500-420 cm^{-1}	Luas Area Serapan	
20:80	551,54	270,83	458,01	400,08	0,667
40:60	554,43	291,66	457,04	333,33	0,875
50:50	553,47	189,58	469,58	125,02	1,516
60:40	555,39	66,591	486,93	43,333	1,536
80:20	553,39	23,333	444,40	16,670	1,400

Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari spektroskopi inframerah, maka dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar-x. Karakterisasi zeolit 4A hasil penelitian ini diukur pada daerah sudut difraksi (2θ) dari

4° hingga 40° . Untuk menguji kebenaran hasil sintesis ini, dilakukan dengan cara membandingkan pola difraksi zeolit 4A dengan standar. Pola difraksi zeolit 4A standar disajikan pada Gambar 4.



t 4A Standar



lit 4A Hasil Penelitian

Perbandingan sudut 2θ ($^\circ$) dan nilai d (Å) zeolit 4A standar gambar 4 dengan

zeolit 4A hasil penelitian gambar 5 dapat dilihat pada Tabel 2 dibawah ini :

Tabel 2 Perbandingan Zeolit 4A Standar dengan Zeolit 4A Hasil Penelitian

Sudut 2 θ ($^{\circ}$)		Nilai d (\AA)	
Zeolit 4A Standar	Zeolit Hasil Penelitian	Zeolit 4A Standar	Zeolit Hasil Penelitian
7,4	7,16	12,29	12,33
10,4	10,13	8,71	8,72
12,5	12,4	7,11	7,12
16,5	16,0	5,51	5,51
21,8	21,6	4,10	4,11
24,2	23,9	3,71	3,71
27,2	27,0	3,27	3,29
30,2	29,8	2,98	2,98
34,4	34,4	2,62	2,62

Dari tabel 4.3 dapat dimati bahwa analisa Sinar-X hasil penelitian ini mirip dengan standar, dan harga pori terbuka d (\AA) standar 4,10 sangat dekat dengan hasil penelitian ini yaitu 4,11

Dengan membandingkan harga 2θ dan harga d (\AA) zeolit hasil sintesis dengan zeolit 4A standar, maka dapat disimpulkan bahwa zeolit 4A hasil sintesis pada penelitian ini sesuai dengan standar.

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan :

1. Kaolin dapat digunakan sebagai sumber silika pada sintesa zeolit 4A.
2. Dari hasil karakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah menyatakan perbandingan natrium silikat dengan natrium aluminat 60:40 merupakan kondisi optimum pada sintesis zeolit 4A.

Saran

Untuk penelitian selanjutnya dapat menggunakan kaolin yang langsung dari alam sebagai sumber silika.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada bapak Dr. Fajril Akbar.,M.Si dan ibu Dra. Zultiniar M.Si selaku pembimbing yang telah mengarahkan dan membimbing penulis selama penelitian ini. Terima kasih kepada kedua orang tua dan

keluarga yang telah memberikan dukungan dan motivasi selama ini. Terima kasih kepada para sahabat nithron, rekan tim penelitian serta rekan-rekan Teknik Kimia Angkatan 2009 yang telah banyak membantu penulis dalam skripsi ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Akbar, F., 1996, *Sintesis dan Karakterisasi Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu Layang*, Tesis, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Akbar, F., Yelmida dan Zultiniar. 2006. *Sintesis Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu Sabut Kelapa Sawit.*, Seminar Nasional Teknik Kimia Teknologi Oleo dan Petrokimia Indonesia
- Austin, G. T., 1984, *Shereve's Chemical Industries*, 5th ed., McGraw-Hill Book Company, New York.
- Bekkum, H.V., Flanigen E.M. dan Jansen J.C, (Eds) 1991, "Introduction to Zeolite Science and Practice", *Stud. Sur. Sci. Catal.*, Netherlands: Elsevier, 58.
- Broach, R.W.,2010, *Zeolite in Industrial Separation and Catalysis*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim.
- Burzeo, F., dan Pasetti, A., 1983, *Industrial interest in the utilization of zeolites in detergents*, Riv. Ital. Sostanze Grasse, 60, 7 .

- Cheetan, A. K., dan Day, P., 1992, *Solid State Chemistry Compound*, Clarendon Press Oxford university, New York.
- Costa, E., de Lucas, A., Zarca, J. Dan Sanz, F. J., 1987, *Ion Exchange Equilibrium between 4A Type Zeolite and Ca²⁺ and Mg²⁺ ions* Rev. Latinoam., Ing. Quim. Apl., 17, 135-148.
- Costa, E., de Lucas, A., Uguina, M. A., dan Ruiz, J. C., 1988, *Synthesis of 4A zeolite from calcined Kaolins for use in Detergent*, Ind. Eng. Chem. Res, 27, 1291 - 1296.
- de Lucas, A., Uguina, M. A., Covian, I., dan Rodrigues, L., 1992, *Synthesis of 13 X Zeolite from Calcined Kaolins and Sodium Silicate for use in Detergens*, Ind. Eng. Chem. Res., 31 2134 – 2140.
- Flanigen, E.M., Khatami, H., dan Szimanzki, H.A., 1971, *Infrared Structure Studies of Zeolite Framework, Molecular Sieve Zeolit-I*, American Society Advances in Chemistry Series No.101. Washington D.C., 201-229.
- Hamdan, H., 1992, *Introduction to Zeolite: Synthesis, Characterization and modification*, University Teknologi Malaysia.
- Handayani, S. dan Haryadi, W., 1998, *Modifikasi Sintesis Zeolit A Sebagai Bahan Pengisi Deterjen (Builder)*, FPMIPA IKIP Yogyakarta.
- Hsin, C.Hu. dan Ting Y. Lee, 1990, *Synthesis Kinetics of Zeolite A*, Ind. Eng. Chem. Res., 29, 749-754.
- Imbert. F.E., Moreno, C., dan Montero, A., 1994, *Venezuelan Natural Aluminosilicate as Feedstock in the Synthesis of Zeolit A*, Zeolit, 14
- Kirk and Orthmer, 1981, *Encyclopedia of Chemical Tehnology*, 3nd Ed., 15 Jhon Wiley and Son Inc., USA.
- Kovo.A.S. 2011. *Development Of Zeolites And Zeolite Membranes From Ahoko Nigerian Kaolin*.Thesis. School Of Chemical Engineering And Analytical Science,University of Manchester,UK.
- Kurzendofer, C. P., Liphrd, M., von Rybinski, W., dan Schwerger, M., 1987, *J.Sodium-Aluminium Silicates in the washing process. Part IX: Mode of Action of Zeolite A additive System*, Colloid Polym-Sci, 265, 542-7.
- Murat, M., Anokrane, A., Bastide, J.P., and Montanaro, L., 1992, *Synthesis of Zeolite from Thermally Activated kaolinite. Some Obsevation on Nucleation and Growth*, Clay Mineral, 27,
- Petrov,I and Michalev,T.2012. *Synthesis of Zeolite A: A Review*. Zlatarov University
- Ribeiro, R. F., Ridrigues, A. E., Rollman, L. D., dan Naccache, C., 1984, *Zeolite : Science and Technology*, Martinus Nijhoff Publishers, Netherland, 3-12.
- Sukandaumidi, 1999, *Bahan Galian Industri*, Gajah Mada University Press, Yogyakarta, 185 – 186.
- Sutarti, M. dan Rachmawati, M., (1994). *Zeolit, Tinjauan Literatur*, LIPI.
- Taufik, Affandri, 2013, *Pengaruh Suhu Metakaolinisasi pada Sintesis Zeolit 4A dari Kaolin dengan Metode Kalsinasi*, Universitas Riau, Riau
- Yelmida, Zahrina, I., F. Akbar., Suchi, A. 2012. *Sintesis Zeolit 4A dari Fly Ash Sawit Dengan Variasi Waktu Pengadukan dan Waktu Pemanasan Gel*. Seminar Nasional Teknik Kimia Teknologi Petro dan Oleo.Riau
- Zahrina, I., Yelmida, Lestari H.A. 2012. *Sintesis Zeolit 4A Dari Fly Ash Sawit dengan Variasi Rasio Massa Reaktan (Fly Ash/NaOH) dan Kecepatan Pengadukan Gel*. Seminar Nasional Teknik Kimia Teknologi Petro dan Oleo.Riau