

SINTESIS ZSM-5 DARI FLY ASH SAWIT SEBAGAI SUMBER SILIKA DENGAN VARIASI TEMPERATUR KALSINASI DAN WAKTU KALSINASI

Rosy Arnovitri, Ida Zahrina, Yelmida

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Riau, Pekanbaru 28293

E-mail: Ocy_89@yahoo.com

ABSTRACT

Fly ash is a solid waste produced by Palm Oil Industry (POI). Fly ash are contains silica that can be used as raw material synthesis of Zeolite Socony Mobile-5 (ZSM-5). ZSM-5 is a synthetic zeolite having a high activity and selectivity so that used in industrial hydrocarbon cracking. This study aimed to synthesize ZSM-5 of fly ash as a source of silica with various calcination temperature and calcination period. Synthesis performed at 150°C, molar ratio of 7.4 Na₂O/Al₂O₃ with molar ratio Si / Al 35 for 18 hours. Calcination is done by variation of calcination temperature 450, 500, 550 and 600°C and at 4, 5, 6, and 7 hours. From the FTIR analysis showed that product syntesis have a pattern in asymmetric range, symmetric range and Si-O bending, but in the double ring bending have no patterns. Results of analysis of Fourier Transform Infra Red (FTIR) also showed no secondary is formed, but only the primary is formed. From FTIR, the best condition is at calcination temperature 500°C for 7 hours. And then, the best product syntesis from FTIR is analyzed by XRD, showed that ZSM-5 is not have been identified in the product syntesis because no formation of secondary.

Key words: ZSM-5, Calcination, Fly Ash

PENDAHULUAN

Katalisator adalah suatu bahan yang mempengaruhi laju reaksi kimia tetapi pada akhirnya keluar tanpa mengalami perubahan. Katalis memegang peranan penting dalam perkembangan industri kimia (Levenspiel,1999). Saat ini zeolit merupakan katalis yang cukup banyak digunakan. Katalis zeolit digunakan dalam proses dehidrasi, isomerisasi, polimerisasi, perengkahan, dan alkilasi. Zeolit adalah kristal alumina-silika yang mempunyai struktur berongga atau pori yang mempunyai sisi aktif yang bermuatan negatif yang mengikat secara lemah kation penyeimbang muatan (Bekum, 2003). Salah satu jenis zeolit yang digunakan pada industri adalah *Zeolite Socony Mobil-5* (ZSM-5). Keistimewaan dari ZSM-5 sebagai katalisis antara lain adalah mempunyai sisi asam yang kuat, stabilitas termal yang tinggi sehingga dapat dipakai untuk reaksi pada suhu tinggi, dan struktur pori yang sangat selektif terhadap reaktan, proses

dan hasil (Grieken, 2000 *dalam* Hamid, 2010).

ZSM-5 dapat disintesis dari campuran silika dan alumina dengan komposisi dan kondisi operasi tertentu. Salah satu sumber silika terdapat pada abu terbang sawit (*fly ash* sawit). *Fly ash* sawit merupakan limbah padat yang dihasilkan oleh pabrik kelapa sawit (PKS). Produksi pabrik kelapa sawit (PKS) di Provinsi Riau mencapai 6 juta ton per tahun, atau setara dengan 26% produksi nasional. Setiap ton minyak sawit yang dihasilkan akan menghasilkan limbah padat sebanyak 2,1 ton dengan 15% atau sekitar 0,315 ton berat abu akan diperoleh dari total berat cangkang dan abu sawit di pembakaran boiler (Saputra dkk, 2004). Jika ditinjau dari komposisinya, limbah *fly ash* sawit ini mempunyai potensi untuk diolah menjadi ZSM-5. Berdasarkan penelitian Febrianto (2010), diketahui bahwa *fly ash* sawit memiliki kadar silika 87,6%.

Beberapa penelitian telah dilakukan mengenai ZSM-5. Vempati (2002) mensintesis ZSM-5 dengan menggunakan

abu sekam padi sebagai sumber silika. Dilakukan dengan nisbah molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 15-150, nisbah molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 2-10, pemanasan bahan dilakukan dalam sistem tertutup pada suhu $150\text{-}220^\circ\text{C}$ dan rentang waktu yang digunakan antara 6-40 jam. Kalsinasi dilakukan pada suhu $450\text{-}550^\circ\text{C}$ dan pada waktu 6-12 jam. ZSM-5 fasa tunggal diperoleh pada nisbah $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 35, pada temperatur 190°C selama 18 jam dengan nisbah molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7,4. Pada nisbah $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 35 luas permukaan yang didapat yaitu $800\text{ m}^2/\text{gr}$.

Febrianto (2010) mensintesis ZSM-5 dengan menggunakan *fly ash* sawit sebagai sumber silika. Sintesis dilakukan dengan variasi nisbah molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 30-40 pada nisbah molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7,4. Variasi temperatur sintesis antara $150\text{-}190^\circ\text{C}$, waktu sintesis selama 18 jam. Kalsinasi dilakukan pada suhu 500°C selama 6 jam. Dari penelitiannya didapatkan zeolit sintesis pada nisbah molar Si/Al 40, dan temperatur sintesis 150°C .

Saripin dan Kurniawan (2010) melakukan sintesis katalis HZSM-5 dengan impregnasi logam palladium pada rentang suhu kalsinasi $500\text{-}800^\circ\text{C}$ dan waktu kalsinasi pada 3, 4, 5, dan 6 jam. Didapat bahwa waktu dan suhu kalsinasi berbanding lurus dengan luas permukaan katalis, jadi seiring dengan peningkatan suhu dan waktu kalsinasi maka luas permukaan katalis akan semakin bertambah besar.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis ZSM-5 dengan menggunakan bahan *fly ash* sawit sebagai sumber silika dengan memvariasikan waktu dan temperatur kalsinasi. Variasi waktu yang digunakan yaitu 4, 5, 6, dan 7 jam. Temperatur kalsinasi yaitu 450, 500, 550, dan 600°C . Berdasarkan penelitian Saripin dan Kurniawan (2010), diketahui bahwa luas permukaan katalis HZSM-5 berbanding lurus dengan suhu dan waktu kalsinasi. Dengan memvariasikan waktu dan temperatur kalsinasi diharapkan dapat

meningkatkan luas permukaan. Bila limbah ini dimanfaatkan sebagai bahan baku untuk pembuatan ZSM-5, maka akan mengurangi pencemaran lingkungan, memiliki nilai guna serta menambah nilai ekonomis dari pemanfaatannya. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis ZSM-5 dari *fly ash* sawit sebagai sumber silika dengan mempelajari pengaruh waktu kalsinasi dan temperatur kalsinasi.

BAHAN DAN METODE

Penelitian ini terdiri dari beberapa tahap, sebagai berikut:

a. Pembuatan Natrium Aluminat

Natrium aluminat dibuat dengan cara melarutkan 109,5 gr NaOH dalam 1000 ml aquades, kedalam larutan tersebut dimasukkan sebanyak 76 gr $\text{Al}(\text{OH})_3$ sambil diaduk. Setelah semua $\text{Al}(\text{OH})_3$ larut kemudian dibiarkan hingga terbentuk endapan. Endapan kemudian disaring dan dipanaskan dalam oven sampai kadar airnya konstan (Zahrina, 2006).

b. Preparasi *fly ash*

Fly ash sawit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari PT. Serikat Putera PKS di Sorek. Sebelum digunakan, *fly ash* sawit terlebih dahulu diayak dan dianalisis kadar silika.

c. Sintesis ZSM-5

Sintesis ZSM-5 mengacu pada prosedur dan kondisi proses yang telah dilakukan oleh Febrianto (2010). Dua gram *fly ash* sawit dicampur dengan aquades 8,4 gr (suspensi 1). Natrium aluminat dan NaOH dicampurkan dengan nisbah $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 40 dengan aquades 10 gr (suspensi 2). Selanjutnya suspensi 1 dicampur dengan suspensi 2 sehingga menghasilkan suspensi 3 (Febrianto, 2010). Suspensi 3 selanjutnya ditambah dengan asam silikat sebanyak 1% dari massa campuran suspensi 3. Campuran ini dilakukan pengadukan selama 30 menit yang kemudian dimasukkan kedalam *autoclave* pada suhu 150°C dilakukan selama 18 jam. Padatan yang terbentuk

dari pemanasan dicuci dengan aquades dan dikeringkan pada suhu 110°C selama 6 jam. Setelah itu produk dikalsinasi di dalam *furnace* dengan suhu yang tertentu sesuai dengan variabel yang telah ditentukan (450, 500, 550, dan 600 °C) selama (4, 5, 6, dan 7jam).

c. Analisa produk

Produk sintesis dianalisis dengan metoda spektrofotometer FTIR (Fourier Transform Infra Red) dan difraksi sinar X (*X-Ray Diffraction*). Analisis Spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui ikatan yang terbentuk dan analisis difraksi sinar x secara kualitatif untuk mengetahui keberadaan ZSM-5 dalam produk sintesis dan dilakukan dengan cara membandingkan difraktogram produk dengan difraktogram standar.

HASIL DAN PEMBAHASAN

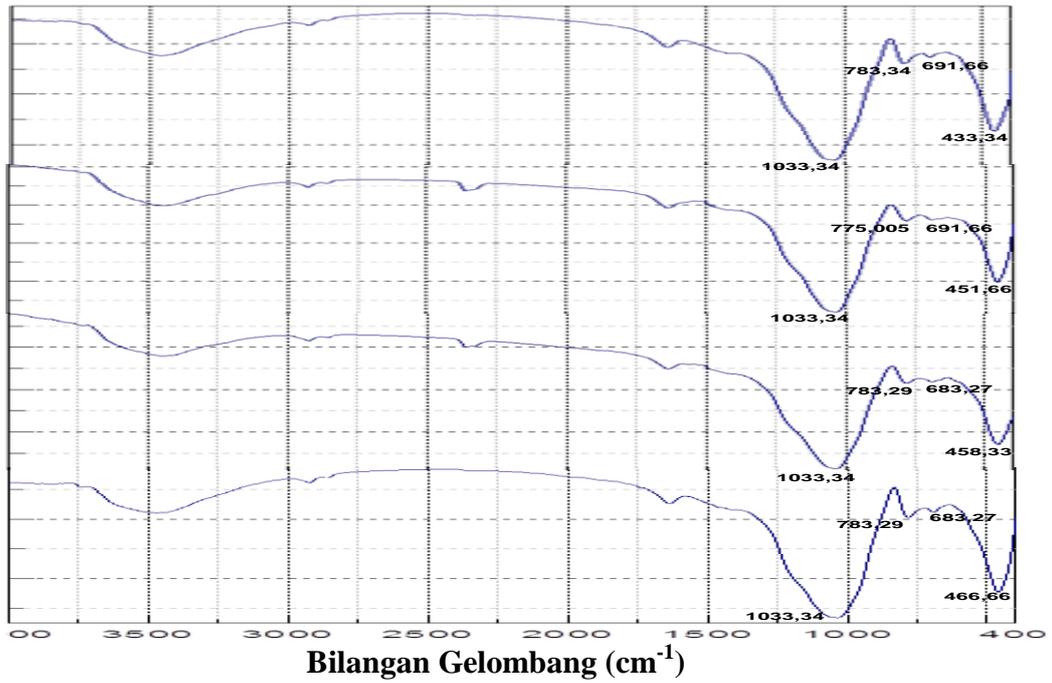
Komposisi Bahan Baku

Fly ash sawit diperoleh dari PT. Sarikat Putra Sorek, Pelalawan, Propinsi Riau. *Fly ash* sawit di analisa dengan metode SNI 13-3608-1994 dan diperoleh kadar silika pada *fly ash* sawit sebesar 50,62%.

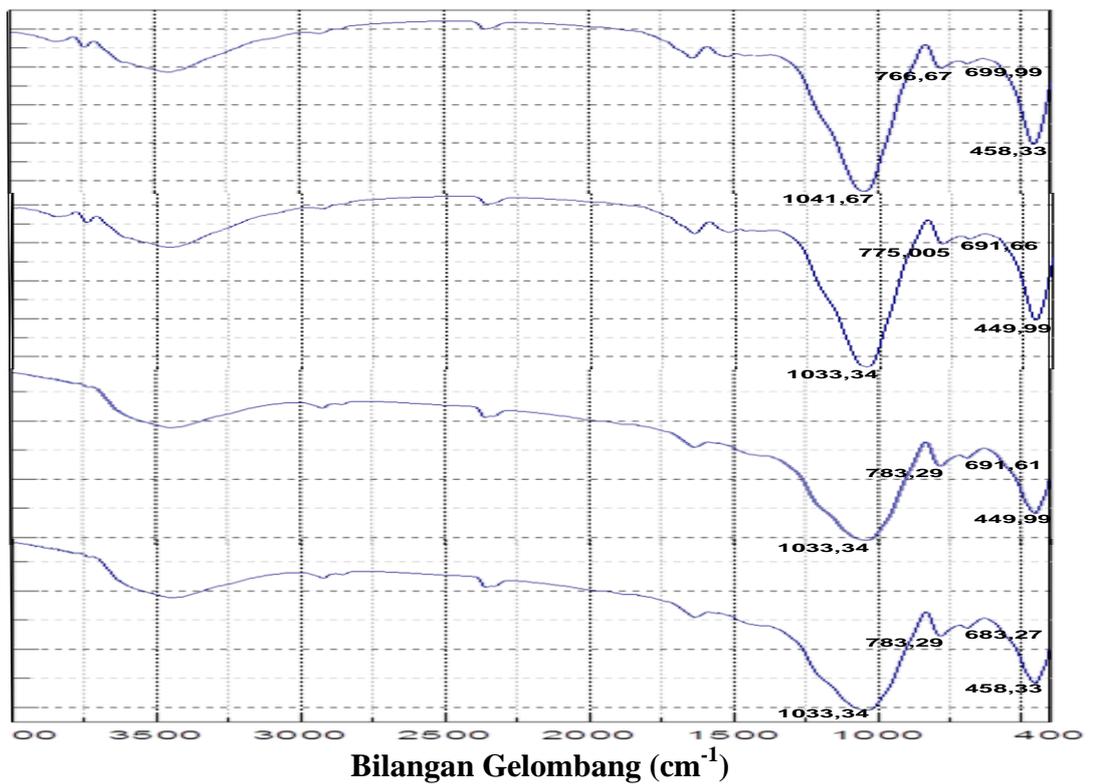
Pengaruh Temperatur dan Waktu Kalsinasi Pada Sintesis ZSM-5

Kalsinasi adalah perlakuan panas terhadap zeolit pada temperatur yang relatife tinggi dalam tungku pemanas, bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaan pori-pori zeolit bertambah. Selain itu juga untuk menghilangkan zat-zat organik yang terkandung dalam zeolit. Pada saat kalsinasi dapat terjadi penyusunan kembali alumina-silika yang tidak stabil menjadi bentuk yang lebih stabil dan menghasilkan susunan kristal yang lebih baik (Susanto, 2008).

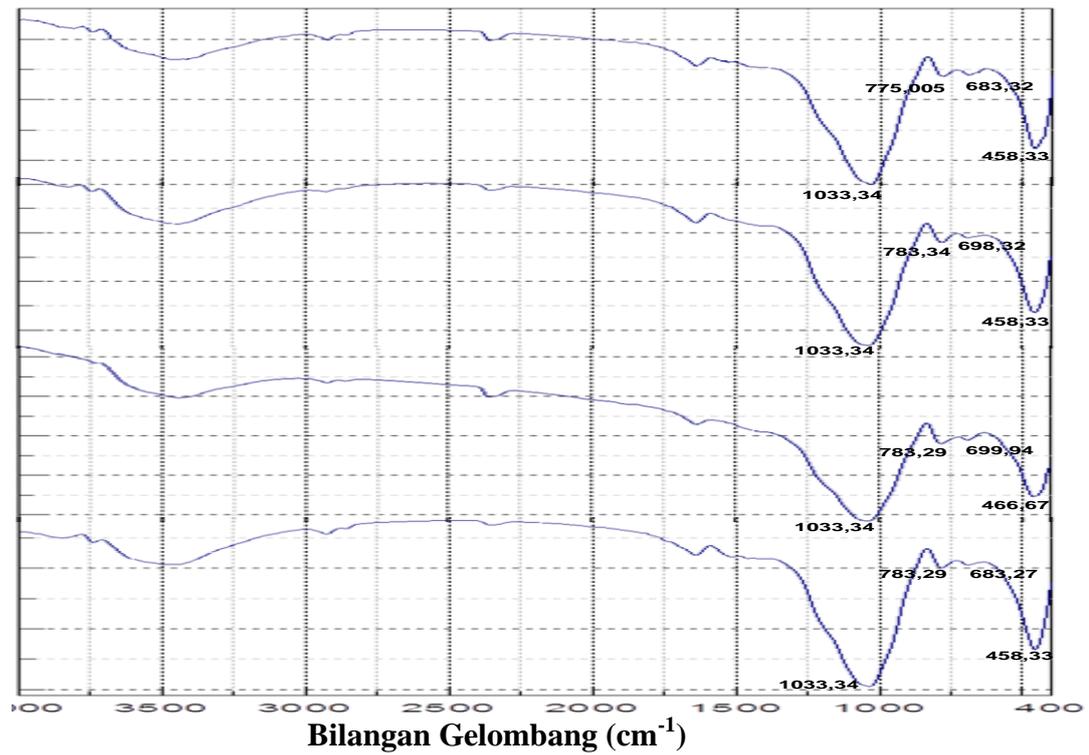
Hasil FTIR produk sintesis dengan kondisi variasi kalsinasi pada suhu 450⁰C, 500⁰C, 550⁰C, dan 600⁰C serta pada waktu selama 4 jam, 5 jam, 6 jam, dan 7 jam ditunjukkan pada Gambar 1, Gambar 2, Gambar 3, dan Gambar 4. Vibrasi kerangka zeolit menghasilkan model pita serapan yang khas pada daerah vibrasi eksternal dan vibrasi internal. Vibrasi internal disebabkan oleh vibrasi antar atom-atom dalam satu tetrahedral sedangkan vibrasi eksternal disebabkan oleh vibrasi antar tetrahedral (Karge, 2001).



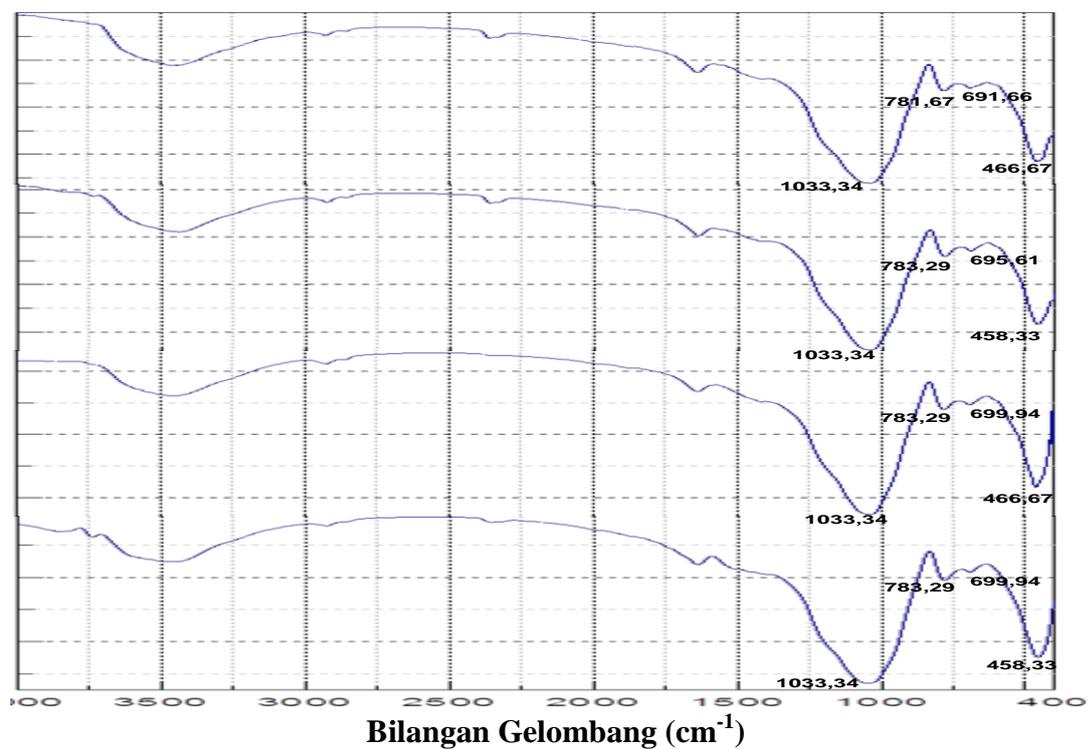
Gambar 1 Spektogram FTIR Produk Sintesis dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Selama 4 Jam



Gambar 2 Spektogram FTIR Produk Sintesis dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Selama 5 Jam



Gambar 3 Spektogram FTIR Produk Sintesis dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Selama 6 Jam

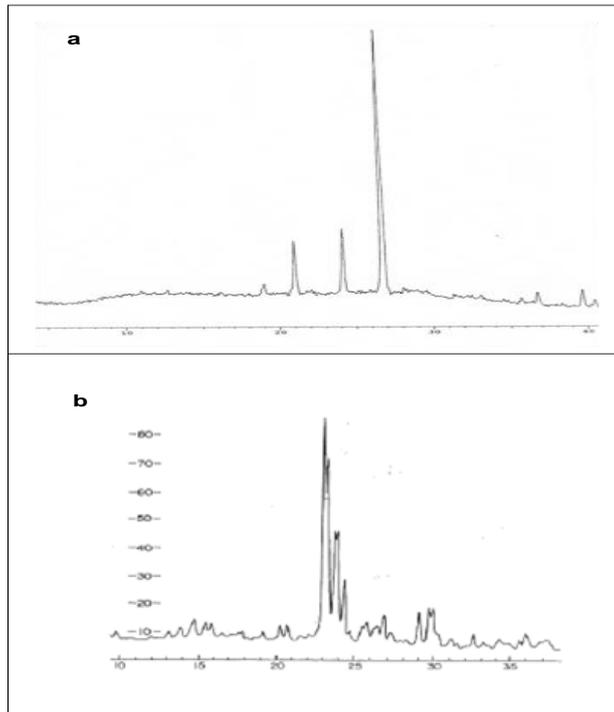


Gambar 4 Spektogram FTIR Produk Sintesis dengan Variasi Temperatur Kalsinasi Selama 7 Jam

Vempati (2002) melakukan sintesis ZSM-5 menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika. Menurut Vempati (2002) karakterisasi terbentuknya ZSM-5 ditandai dengan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1212–1040 cm^{-1} , 820–650 cm^{-1} , 618–541 cm^{-1} , dan 500–420 cm^{-1} . Serapan pada bilangan gelombang 1212–1040 cm^{-1} menyatakan adanya rentang asimetris pada ikatan TO_4 tetrahedral. Serapan pada bilangan gelombang 820–650 cm^{-1} merupakan adanya rentang simetris antar ikatan TO_4 tetrahedral. Serapan pada bilangan gelombang 618–541 cm^{-1} merupakan serapan vibrasi cincin ganda polyhedral kerangka zeolit ZSM-5. Serapan pada bilangan gelombang 500–420 cm^{-1} menyatakan adanya ikatan Si–O. Berdasarkan data dari Gambar 1, Gambar 2, Gambar 3, dan Gambar 4 pada rentang asimetris (1041,67 – 1033,34 cm^{-1}), rentang simetris (783,34 – 683,32 cm^{-1}) dan ikatan Si-O (466,67- 433,34 cm^{-1}) semua data sesuai dengan standar bilangan gelombang untuk ZSM-5. Namun pada rentang vibrasi cincin ganda tidak ditemukan vibrasi untuk semua spektrum FTIR sampel yang dilaporkan Vempati (2002). Vibrasi cincin ganda ini merupakan jalinan eksternal antara lapisan zeolit satu dengan lainnya. Tidak adanya rentang vibrasi cincin ganda menunjukkan bahwa tidak terbentuknya bangun sekunder yang menyusun kerangka zeolit (Sriatun dan Darmawan, 2005). Struktur zeolit terbentuk dari unit bangun primer, berupa tetrahedral yang kemudian menjadi unit bangun sekunder dan membentuk polyhedral. Produk sintesis yang dihasilkan hanya membentuk bangun primer (kerangka aluminosilikat) yang ditandai adanya vibrasi rentang simetris, rentang asimetris, dan ikatan Si-O. Satuan bangun primer struktur zeolit adalah suatu tetrahedral terdiri atas suatu atom pusat Si atau Al yang dikelilingi oleh empat atom oksigen (Barrer, 1982 dalam Warsito, 2008).

Belum teridentifikasinya kristal ZSM-5 dalam produk sintesis ini disebabkan oleh kurang tingginya kadar silika yang terdapat dalam bahan baku pembuatan zeolit yaitu hanya mencapai 50,62%. Nilai kadar silika 50,62% ini menunjukkan bahwa masih ada kandungan lainnya didalam *fly ash* sawit yang berupa pengotor (*impurities*). Menurut Musyoka, dkk (2009) keberadaan pengotor tertentu dapat mempengaruhi sintesis zeolit hal ini dikarenakan pengotor tertentu yang tidak larut dalam air selama proses kristalisasi dapat menyebabkan spesi yang tidak diinginkan membentuk inti kristal ataupun menyebabkan pengendapan spesi silikat yang tidak larut. Menurut Graile (1985), kandungan yang terdapat pada abu sawit (selain silika adalah kalium (K), Natrium (Na), Kalsium (Ca), Magnesium (Mg), Klor (Cl), Karbonat (CO_3), Nitrogen (N), dan Posfat (P).

Dilihat dari spektogram FTIR produk sintesis menunjukkan bahwa produk sintesis terbaik terdapat pada temperatur kalsinasi 500 °C selama 7 jam. Pada produk sintesis temperatur kalsinasi 500 °C selama 7 jam memberikan serapan tajam pada semua bilangan gelombang yang menjadi karakteristik ZSM-5, tetapi hanya pada vibrasi cincin ganda yang tidak terdapat dalam produk sintesis. Jadi untuk kondisi terbaik pada penelitian ini adalah pada temperatur kalsinasi 500 °C dan waktu kalsinasi 7 jam dan selanjutnya dilakukan analisa XRD untuk produk sintesis ini. Difraksi sinar-x merupakan metoda penting untuk mengkarakterisasi zeolit baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Hasil analisa produk pada temperatur kalsinasi 500 °C dan waktu kalsinasi 7 jam dengan menggunakan difraksi sinar-x dapat dilihat pada Gambar 2. Perbandingan difraksi sinar x produk sintesis dengan ZSM-5 standar ditampilkan pada Gambar 2. Pola difraksi sinar x ZSM-5 standar diperoleh dari literatur (Onodera dkk., 1990).



Keterangan gambar :

- a. Hasil XRD pada penelitian ini (T kalsinasi : 500°C, t kalsinasi: 7 jam)
- b. Hasil XRD ZSM-5 standar diperoleh dari literatur (Onodera dkk., 1990)

Gambar 2 Difraktogram Sinar X Produk Sintesis dan ZSM-5 Standar

Berdasarkan difraktogram yang ditampilkan pada Gambar 2, terlihat bahwa tiga puncak terkuat pada pola difraksi ZSM-5 standar terletak pada sudut 2θ antara 22 – 25. Pola difraksi produk sintesis pada temperatur kalsinasi 500°C dan waktu kalsinasi 7 jam belum sama dengan pola difraksi ZSM-5 standar, namun demikian terdapat 1 puncak yang berada pada rentang 22-25 yaitu pada nilai 24 derajat. Artinya, belum terdapat kristal ZSM-5 dalam produk tersebut. Pada penelitian ini terdapat puncak yang tinggi pada sudut 2θ pada 26,75 derajat yang menunjukkan adanya kuarsa yang terbentuk (Treacy dan Higgins, 2001).

Munculnya puncak kuarsa diduga berasal dari bahan baku *fly ash*. Pada penelitian ini *fly ash* yang telah dipreparasi, dicampurkan langsung dengan natrium aluminat, sehingga jika ada kuarsa dari bahan dasar, akan selalu terbawa dalam produk sintesis. Kuarsa merupakan fraksi kristalin yang bersifat sangat stabil.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang dilakukan maka dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut :

1. Sintesis ZSM-5 dari *fly ash* sawit pada temperatur sintesis 150°C selama 18 jam, nisbah molar Si/Al 40, nisbah molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7,4 serta temperatur kalsinasi (450-600°C) dan waktu kalsinasi (4-7 jam) belum dapat menghasilkan ZSM-5.
2. Berdasarkan hasil spektrum FTIR, pada temperatur kalsinasi 500°C dan waktu kalsinasi 7 jam terdapat serapan yang tajam pada bilangan gelombang 1033,34 cm^{-1} , 783,29 cm^{-1} , 695,61 cm^{-1} , dan 458,33 cm^{-1} , yang memenuhi bilangan gelombang ZSM-5 standar. Akan tetapi ZSM-5 belum teridentifikasi karena tidak ada munculnya vibrasi cincin ganda.

- Berdasarkan hasil XRD, pada temperatur kalsinasi 500⁰C dan waktu kalsinasi 7 jam belum berhasil terbentuk kristal ZSM-5.

SARAN

Sebaiknya dilakukan penelitian lanjutan, dengan melakukan preparasi bahan baku *fly ash* sawit terlebih dahulu sebelum dicampurkan dengan natrium aluminat.

DAFTAR PUSTAKA

- Barrer, R., 1982, *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*, Academic Press Inc, London.
- Bekkum, H. E., Flaningen, M., and Jansen J.C., 1991, *Introduction to Zeolite Science and Practice*, Elsevier, New York.
- Febrianto, H., 2010, "Pengaruh Temperatur Dan Nisbah Molar SiO₂/Al₂O₃ Pada Sintesis Zsm-5 Tanpa Templat Dari Fly Ash Sawit", *Skripsi*, Universitas Riau.
- Hamid, A., dan Prasetyoko, D., 2010, "Sintesis ZSM-5 Mesopori dengan Metode Pemeraman dan Kristalisasi: Pengaruh Waktu Kristalisasi", *Skripsi*, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Jestyssa, A.H., 2010, "Optimasi Proses Aktivasi Katalis Zeolit Alam dengan Uji Proses Dehidrasi Etanol", *Skripsi*, Universitas Diponegoro.
- Levenspiel, O., 1999, *Chemical Reaction engineering*, John Wiley and Sons, New York.
- Musyoka, N.M., Petrik, L.F., Balfour, G., Natasha, M., Gitari, W., dan Mabovu, B., 2009, "Removal of Toxic Elements from Brine Using Zeolit Na-P1 Made from A South African Coal fly ash. *Proceedings ISBN Number:978-0-9802623-5-3. Pretoria South Africa.*
- Onodera, et.al., 1990, "Preparation of Crystalline Aluminosilicate Zeolite and Its Product", *United States Patent 4,954,326.*
- Saputra, E., Utama, P.S., Yenti, S.R., 2004, "Isolasi Silikat (SiO₂) dari Abu Sabut Sawit Limbah Pada Industri Sawit: Pengaruh Suhu Pirolisis, Jenis dan Konsentrasi Asam", *Prosiding Seminar Nasional Utilitas Sumber Daya Alam Indonesia Inovasi dan Pencapaiannya Dalam Teknologi Proses Kimia*, UI, Jakarta.
- Sriatun dan Darmawan, A., 2005 "Dealuminasi Zeolit Alam Cipatujah Melalui Penambahan Asam dan Oksidator", *Skripsi*, Universitas Diponegoro.
- Susanto, B.H., 2008, "Sintesis Pelumas Dasar Bio melalui Esterifikasi Asam Oleat Menggunakan Katalis Asam Heteropoli/ Zeolit", *Tesis*, Universitas Indonesia.
- Treacy M.M.J., dan Higgins J.B., 2001, "Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites", Published on behalf of the Stucture Commision of the International Zeolite Association Fourth Revised Edition, Amsterdam.
- Vempati, R.K., 2002, "ZSM – 5 Made from Siliceoush Ash" *US Patent 6, 368, 571.*
- Warsito, S., 2008, "Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y", *Skripsi*, Universitas Diponegoro.
- Zahrina, I., Saputra, E., Evelyn, Santoso, I. A., dan Ramelo, R., 2006, "Sintesis ZSM-5 Tanpa Templat Menggunakan Silika Presipitasi Asal Abu Sawit sebagai Sumber Silika", *Jurnal Natur Indonesia*, Volume 9, Nomor 2, Lembaga Penelitian Universitas Riau, Pekanbaru.

