

Sintesis Zeolit 4A dari Fly Ash Sawit Dengan Variasi Waktu Pengadukan dan Waktu Pemanasan Gel

Yelmida, Ida Zahrina, Fajril Akbar, Adelia Suchi
Laboratorium Teknik Reaksi Kimia
Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau
Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km 12,5 Pekanbaru 28293
yelmida_azis@yahoo.com

Abstrak

Saat ini, penggunaan mineral zeolit semakin meningkat dari industri kecil hingga industri besar. Kebanyakan industri lebih menyukai penggunaan zeolit sintetis dibandingkan dengan zeolit alam karena keaktifan, selektivitas dan kestabilannya yang lebih baik. Salah satu jenis zeolit sintetis adalah zeolit 4A yang dapat disintesis dari natrium silikat dan natrium aluminat. Sebagai sumber silika pada sintesis zeolit 4A dapat digunakan fly ash batu bara atau limbah padat industri sawit, yaitu abu dari hasil pembakaran sabut sawit. Pada penelitian ini, sebagai sumber silika untuk pembuatan natrium silikat yaitu fly ash yang berasal dari sisa pembakaran sabut dan cangkang di boiler. Sintesis zeolit 4A pada penelitian ini dilakukan dalam reaktor berpengaduk dengan perbandingan volume reaktan 60/40, kecepatan pengadukan 200 rpm, temperatur pemanasan gel 80 °C dan temperatur pengeringan 120°C. Sintesis dilakukan dengan memvariasikan waktu pengadukan (2, 3, 4 dan 5 jam) dan waktu pemanasan gel (6, 7, 8 dan 9 jam). Produk sintesis kemudian dianalisis secara kualitatif menggunakan spektroskopi inframerah dan difraksi sinar X. Berdasarkan hasil analisis spektroskopi inframerah dan difraksi sinar X, zeolit 4A terbentuk pada waktu pengadukan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam.

Kata kunci: Difraksi Sinar X, Fly Ash Sawit, Spektroskopi Inframerah, Zeolit 4A

1 Pendahuluan

Perkembangan industri kimia mengakibatkan meningkatnya kebutuhan zeolit sebagai adsorben, penukar ion, dan katalis pada berbagai proses katalitik. Zeolit digunakan sebagai pengemban karena struktur kristalnya berpori dan memiliki luas permukaan yang besar, tersusun oleh kerangka silika-alumina, memiliki stabilitas termal yang tinggi, harganya murah serta keberadaannya cukup melimpah. Kebanyakan industri lebih menyukai penggunaan zeolit sintetis dibandingkan dengan zeolit alam. Zeolit sintetis lebih disukai karena keaktifan, selektivitas, kestabilannya yang lebih dibandingkan dengan zeolit alam. Pada saat ini penggunaan mineral zeolit semakin meningkat, dari penggunaan dalam industri kecil hingga dalam industri berskala besar (Ulfah dkk., 2006).

Salah satu zeolit sintetis adalah zeolit 4A. Zeolit 4A dapat disintesis dari campuran silika dan alumina dengan komposisi dan kondisi operasi tertentu. Sumber silika dapat berupa natrium silikat, silikat hidrat, *water glass*, silika sol, silika gel, *clay*, silika terpresipitasi dan *calcined silica*. Sedangkan sumber alumina berupa natrium aluminat, aluminium sulfat dan aluminium hidroksida (Ismail, 2006).

Sumber silika untuk pembuatan reaktan natrium silikat pada sintesis zeolit 4A dapat diperoleh dari abu

terbang (*fly ash*) batu bara, abu hasil pembakaran sabut sawit dan abu *fly ash* sawit, yaitu limbah padat industri pabrik kelapa sawit. Limbah padat industri sawit dalam bentuk *fly ash* di propinsi Riau meningkat jumlahnya seiring dengan meningkatnya luas perkebunan dan industri sawit. Perkembangan industri sawit akan berdampak pada peningkatan kuantitas limbah yang akan dibuang ke lingkungan. Untuk setiap pengolahan 30 ton/jam tandan buah segar (TBS) akan dihasilkan 13,14% sabut dan 6,29% cangkang yang sering digunakan sebagai bahan bakar *boiler*. Dari total berat cangkang dan sabut sawit yang dibakar, dapat diperoleh 15% berat abu hasil pembakaran *boiler* (PTPN V, 2011). *Fly ash* biasanya hanya ditumpuk di sekitar area pabrik dan kemudian dibuang ke tempat pembuangan. Abu sabut dan cangkang sawit asal Provinsi Riau berkadar silika berturut-turut 61,3 dan 76,5% berat (Zahrina, 2007). Zahrina dkk. (2010) melaporkan bahwa *fly ash* sawit mempunyai kadar silika 86,7% berat. Pada penelitian ini akan digunakan *fly ash* sawit sebagai sumber silika pada sintesis zeolit 4A, karena dibandingkan dengan abu dasar (*bottom ash*), *fly ash* memiliki kadar silika yang cukup tinggi dan masih berbentuk amorf.

Murni dan Helmawati (2006) mensintesis zeolit 4A menggunakan sumber silika yang berasal dari abu sabut sawit. Hasil dari analisis yang telah dilakukan oleh

Murni dan Helmawati (2006), zeolit 4A dapat terbentuk pada perbandingan volume reaktan (natrium silikat dan natrium aluminat) 60/40, waktu pengadukan reaktan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam. Menurut Murni dan Helmawati (2006) ada beberapa hal yang dapat mempengaruhi sintesis zeolit 4A, seperti perbandingan volume reaktan, waktu pengadukan dan waktu pemanasan gel. Murni dan Helmawati (2006) mensintesis zeolit 4A dengan menggunakan metode presipitasi. Pada penelitian ini, sebagai sumber silika akan digunakan *fly ash* dari limbah padat industri sawit. Sintesis zeolit 4A akan dilakukan dengan memvariasikan waktu pengadukan dan waktu pemanasan gel. Penggunaan *fly ash* ini dilakukan berdasarkan pertimbangan pada ketersediaan dan kemudahan untuk memperoleh sumber silika, terutama di Propinsi Riau. Perbandingan volume reaktan yang digunakan adalah 60/40. Untuk variabel waktu pengadukan akan dilakukan variasi 2, 3, 4 dan 5 jam, sedangkan untuk variabel waktu pemanasan akan dilakukan variasi 6, 7, 8 dan 9 jam. Pada penelitian ini, metode yang digunakan untuk mensintesis zeolit 4A adalah metode presipitasi.

Penelitian ini bertujuan sebagai berikut:

1. Melakukan sintesis zeolit 4A menggunakan *fly ash* sawit sebagai sumber silika dengan memvariasikan waktu pengadukan dan waktu pemanasan gel.
2. Mendapatkan kondisi terbaik dari variasi waktu pengadukan dan waktu pemanasan gel berdasarkan hasil karakterisasi dengan spektroskopi inframerah dan difraksi sinar X.

2 Metodologi

2.1 Persiapan *Fly Ash* Sawit

Fly ash sawit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari PT. Serikat Putra, Pelalawan, Riau. Sebelum digunakan, *fly ash* sawit terlebih dahulu diayak dan dianalisis kadar silika.

2.2 Pembuatan Reaktan

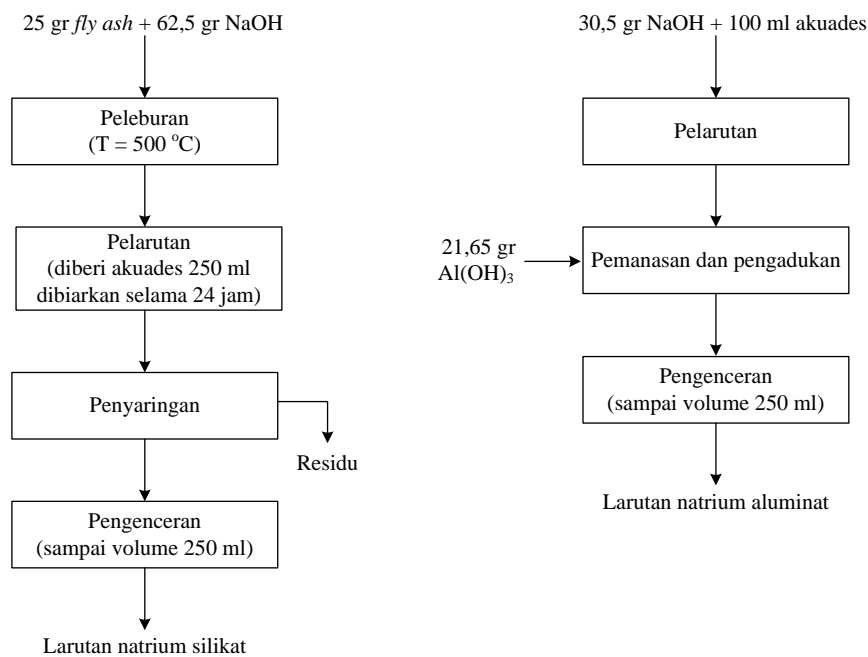
Bahan reaktan yang digunakan dalam sintesis zeolit 4A adalah natrium silikat dan natrium aluminat. Larutan natrium silikat dibuat dengan melebur 25 gram *fly ash* sawit dan 62,5 gr NaOH pada temperatur 500 °C di dalam *furnace* selama 1 jam. Setelah hasil leburan dingin, hasil leburan diberi akuades 250 ml dan dibiarkan selama 24 jam agar natrium silikat dapat larut sempurna. Larutan kemudian disaring dan filtratnya diencerkan sampai volume 250 ml.

Larutan natrium aluminat dibuat dengan melarutkan 30,5 gram NaOH dalam 100 ml akuades dan dipanaskan. Kedalam larutan itu ditambahkan sebanyak 21,65 gr Al(OH)₃ sambil diaduk. Setelah semua Al(OH)₃ larut kemudian diencerkan sampai volume 250 ml. Tahapan pembuatan reaktan natrium silikat dan natrium aluminat ditampilkan pada Gambar 1.

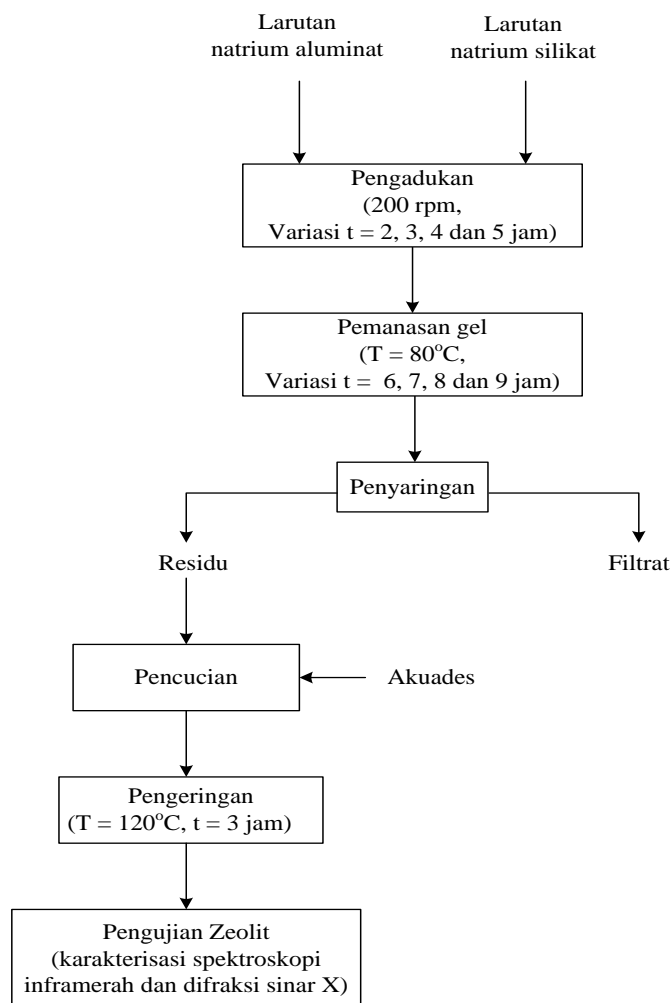
2.3 Sintesis Zeolit 4A

Sintesis zeolit 4A dilakukan dengan menambahkan larutan natrium aluminat secara perlahan-lahan ke dalam larutan natrium silikat dengan perbandingan volume 60/40 (Murni dan Helmawati, 2006) sambil diaduk dengan variasi waktu pengadukan 2, 3, 4 dan 5 jam hingga homogen dan akan terbentuk gel yang berwarna putih. Kemudian gel tersebut dimasukkan kedalam oven pada temperatur 80°C dan dilakukan variasi waktu pemanasan 6, 7, 8 dan 9 jam. Hasil sintesis disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH netral, kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur 120°C selama 3 jam. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan alat spektrofotometer inframerah.

Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari spektroskopi inframerah, maka dilanjutkan karakterisasi dengan menggunakan difraktometer sinar X. Tahapan sintesis zeolit 4A yang telah diuraikan di atas diringkaskan pada Gambar 2.



Gambar 1. Skema pembuatan larutan natrium silikat dan natrium aluminat



Gambar 2. Skema tahapan sintesis Zeolit 4A

3 Hasil dan Pembahasan

3.1 Komposisi bahan baku

Fly ash sawit yang digunakan pada penelitian ini berasal dari PT.Serikat Putra, Pelalawan, Riau. *Fly ash* terlebih dahulu dianalisis kadar silikanya secara gravimetri. Hasil analisis yang dilakukan di UPT Pengujian dan Sertifikasi Mutu Barang, Pekanbaru, Riau, diperoleh kadar silika sebesar 50,62 %. Adanya kadar silika ini memperlihatkan potensi *fly ash* untuk dijadikan sebagai sumber silika pada pembuatan reaktan untuk sintesis zeolit 4A.

3.2 Hasil analisis spektroskopi inframerah pada sintesis zeolit 4A dari fly ash sawit dengan variasi waktu pengadukan dan waktu pemanasan gel

Pada penelitian ini dipelajari pengaruh waktu pengadukan (2, 3, 4 dan 5 jam) dan waktu pemanasan gel (6, 7, 8 dan 9 jam).. Dari spektrum inframerah untuk waktu pengadukan 2-5 jam, dapat dihitung rasio Si/Al yaitu rasio pada bilangan gelombang 650-500/500-420, untuk menentukan tingkat pembentukan kristal zeolit 4A seperti ditampilkan pada Tabel 1 sampai dengan Tabel 4.

Tabel 1. Rasio pita serapan pada variasi waktu pemanasan gel dengan waktu pengadukan 2 jam

Waktu pemanasan gel	Pita Serapan Inframerah				Rasio pita serapan Si/Al
	Bilangan gelombang 650-500 cm ⁻¹	Serapan (Å)	Bilangan gelombang 500-420 cm ⁻¹	Serapan (Å)	
6	551,944	0,275	460,092	0,176	1,566
7	551,658	0,178	461,787	0,125	1,430
8	551,729	0,231	459,844	0,141	1,638
9	547,770	0,111	459,240	0,081	1,370

Tabel 2. Rasio pita serapan pada variasi waktu pemanasan gel dengan waktu pengadukan 3 jam

Waktu pemanasan gel	Pita Serapan Inframerah				Rasio pita serapan Si/Al
	Bilangan gelombang 650-500 cm ⁻¹	Serapan (Å)	Bilangan gelombang 500-420 cm ⁻¹	Serapan (Å)	
6	558,291	0,254	470,546	0,151	1,685
7	560,555	0,792	470,389	0,468	1,692
8	560,860	0,756	470,556	0,446	1,694
9	558,291	0,363	467,653	1,173	0,309

Tabel 3. Rasio pita serapan pada variasi waktu pemanasan gel dengan waktu pengadukan 4 jam

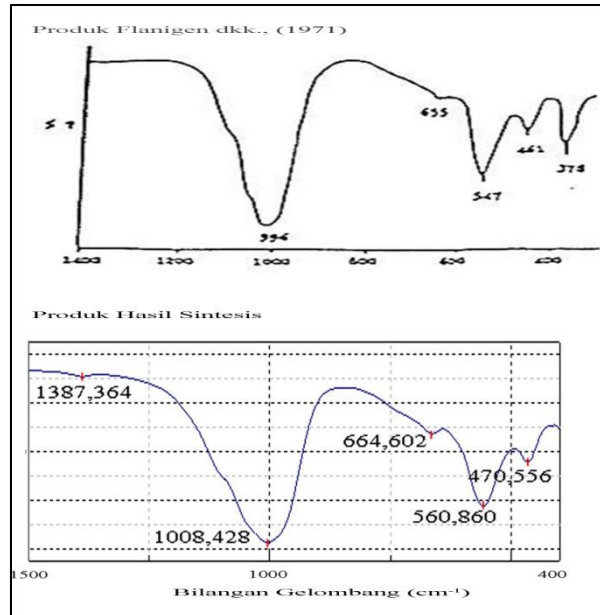
Waktu pemanasan gel	Pita Serapan Inframerah				Rasio pita serapan Si/Al
	Bilangan gelombang 650-500 cm ⁻¹	Serapan (Å)	Bilangan gelombang 500-420 cm ⁻¹	Serapan (Å)	
6	550,405	0,279	452,421	0,201	1,389
7	551,694	0,305	468,925	0,206	1,481
8	560,606	0,214	462,626	0,152	1,408
9	550,645	0,245	460,774	0,161	1,522

Tabel 4. Rasio pita serapan pada variasi waktu pemanasan gel dengan waktu pengadukan 5 jam

Waktu pemanasan gel	Pita Serapan Inframerah				Rasio pita serapan Si/Al
	Bilangan gelombang 650-500 cm ⁻¹	Serapan (Å)	Bilangan gelombang 500-420 cm ⁻¹	Serapan (Å)	
6	557,327	0,522	467,653	0,322	1,621
7	557,327	0,180	468,792	0,136	1,324
8	554,434	0,139	469,582	0,099	1,404
9	560,220	0,176	462,832	0,747	0,236

Menurut Imbert dkk., (1994), kristalisasi dari zeolit 4A dapat ditentukan berdasarkan besarnya rasio pita serapan pada daerah bilangan gelombang 650-500/500-420 cm^{-1} . Waktu pengadukan campuran reaktan selama 3 jam dan waktu pemanasan gel selama 8 jam, merupakan kondisi sintesis yang terbaik untuk menghasilkan zeolit 4A. Hal ini dapat diketahui karena

pada kondisi tersebut diperoleh rasio serapan tertinggi, yaitu 1,695. Sehingga, produk sintesis dengan waktu pengadukan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam diduga merupakan zeolit 4A. Gambar 3 dibawah ini menyajikan perbandingan spektrum inframerah zeolit 4A standar dengan zeolit hasil sintesis pada waktu pengadukan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam.

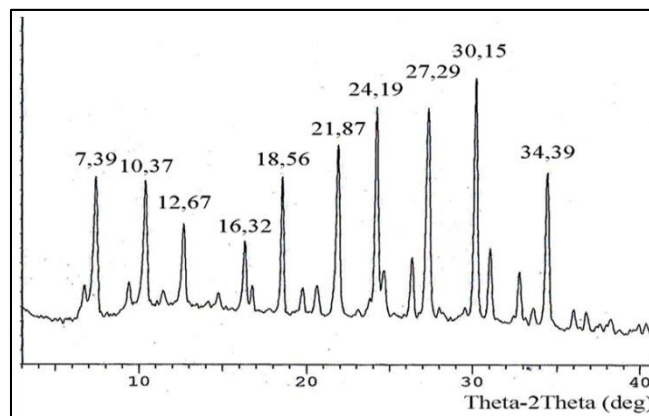


Gambar 3. Spektrum inframerah Zeolit 4A standar (Flanigen dkk., 1971) dan zeolit hasil sintesis

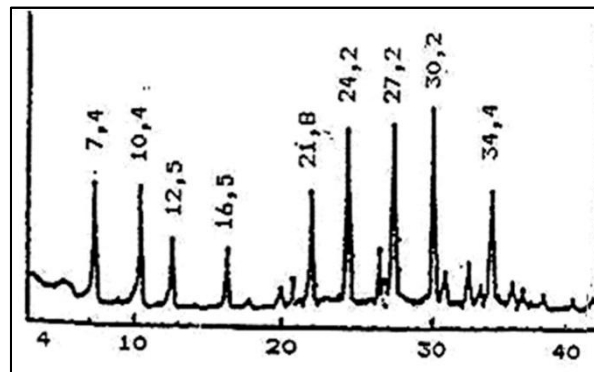
Berdasarkan spektrum inframerah yang ditampilkan pada Gambar 3, dapat dilihat terdapatnya serapan khas zeolit 4A pada rentang asimetris ikatan TO_4 tetrahedral dengan bilangan gelombang antara 1000-1009 cm^{-1} , vibrasi cincinganda polihedral kerangka zeolit dengan bilangan gelombang antara 546-562 cm^{-1} dan vibrasi tekuk ikatan TO_4 dengan bilangan gelombang antara 459-470 cm^{-1} . Nammun, tidak terlihat adanya pori-pori terbuka dari zeolit yang ditandai dengan bilangan gelombang antara 420-300 cm^{-1} .

3.3 Hasil analisis difraksi sinar X pada sintesis zeolit 4A dari fly ash sawit

Untuk memperkuat kebenaran hasil karakterisasi dari spektroskopi inframerah, maka zeolit yang disintesis pada waktu pengadukan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam dikarakterisasi lebih lanjut dengan difraksi sinar X. Hasil analisis difraksi sinar X diperlihatkan pada Gambar 4. Difraktogram ini akan dibandingkan dengan difraktogram zeolit 4A standar (Gambar 5).



Gambar 4. Difraktogram sinar X zeolit hasil sintesis



Gambar 5. Difraktogram sinar X Zeolit 4A standard (Murat dkk., 1992)

Dari Gambar 4, terlihat adanya satu puncak sudut 2θ yang tidak terdapat pada difraktogram zeolit standar (Gambar 5) yaitu pada puncak sudut 2θ 18,56. Puncak sudut 18,56 ini merupakan puncak yang belum teridentifikasi. Dari perbandingan difraktogram produk hasil sintesis dengan difraktogram standar terlihat adanya kemiripan sudut 2θ , sehingga dapat disimpulkan bahwa zeolit hasil sintesis pada penelitian ini merupakan zeolit 4A.

4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian ini memberikan beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. *Fly ash* sawit dapat digunakan sebagai sumber silika pada sintesis Zeolit 4A.
2. Berdasarkan hasil karakterisasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah dan difraksi sinar X, kondisi terbaik untuk sintesis Zeolit 4A adalah pada waktu pengadukan 3 jam dan waktu pemanasan gel 8 jam.

Daftar Pustaka

Flanigen, E.M., H. Khatami and H.A Szimanzki. 1971. Infrared Structure Studies of Zeolit Framework. Molecular Sieve Zeolit-I, American Society Advances in Chemistry Series No.101. Washington D.C.

- Imbert. F.E., C. Moreno and A. Montero. 1994. Venezuelan Natural Aluminosilicate as Feedstock in the Synthesis of Zeolit A. *Zeolit*. 14, 374-378.
- Ismail, R.M. 2006. Synthesis of Nanosized ZSM-5 Using Different Alumina Sources. *The Journal Of Central Metallurgical R&D Institute*. Cairo.
- Murat, M., A. Anokrane, J.P. Bastide and L. Montanaro. 1992. Syntesis of Zeolite from Thermally Activated kaolinite. Some Observations on Nucleation and Growth. *Clay Mineral*. 27. 119 – 130.
- Murni, D. dan Helmawati. 2006. Studi Pemanfaatan Abu Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit 4A, *Laporan Penelitian*, Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau, Pekanbaru.
- Ulfah., M. Eli, A.Y. Fani dan Istadi. 2006. Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology. Universitas Diponegoro. Semarang.
- Zahrina, I. 2007. Pemanfaatan Abu Sabut dan Cangkang Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis ZSM-5 dari Zeolit Alam. *Jurnal Sains dan Teknologi*. 6(2).
- Zahrina, I., Yelmida, F. Akbar. 2010. Sintesis ZSM-5 dari Fly Ash Sawit Sebagai Sumber Silika Dengan Variasi Nisbah Molar Si/Al dan Temperatur Sintesis. *National Conference on Chemical Engineering Science and Applications (ChESA)*. Banda Aceh.