

Sintesis Zeolit 4A dengan Metoda Konversi Hydrothermal Kaolin

Fajril Akbar, Zultiniar, Arman Faluti

Laboratorium Produk

Jurusan Teknik Kimia Universitas Riau

Kampus Binawidya Jl. HR Subrantas Km. 12,5 Pekanbaru 28293

IHP 081365699798, email: a_fajril@ymail.com

Abstract

The synthesis of zeolite 4A from kaolinite has been done. The synthesis was carried out by mixing of kaolinite and sodium hydroxide in aqueous solution for 8 hours, then the solution was crystallized at 100°C for 8 hours. The product was washed out until neutral pH and followed by drying at 120°C for 3 hours. The product was then characterized by using infrared spectrophotometry and x-ray diffractometry. Some physical parameter of the reaction, those are the variation amount of sodium hydroxide (10/4; 10/6; 10/8; and 10/12), time of gel formation, and particle size of kaolinite (100, 200, and 400 mesh). To obtain more crystallinity of zeolite 4A, the effect of temperature and gel formation at 70 °C by mixing 3 hours have also been studied. The results show that the zeolite 4A can be obtained in the ratio 12/10 of kaolinite to sodium hydroxide and temperature of gel formation at 70 °C.

Key words: infrared spectrophotometry, palm fly ash, synthesis, x-ray diffractometry, zeolite 4A.

1. Pendahuluan

Riau merupakan daerah yang banyak memiliki sumber daya alam. Disamping minyak bumi, Riau mempunyai kaolin sebagai salah satu potensi pertambangan yang sampai saat ini belum bisa dieksploitasi dan dimanfaatkan secara efektif. Dari analisis-analisis yang telah dilakukan diperoleh bahwa kaolin yang terdapat di Desa Sincalang Kabupaten Inderagiri Hilir mempunyai kandungan silika yang cukup besar dan diharapkan bisa dimanfaatkan sebagai bahan dasar sintesis zeolit 4A.

Zeolit 4A merupakan salah satu zeolit sintetis yang mempunyai struktur yang khas. Penggunaannya sangat luas dalam proses penyaringan, penyerapan dan penukar ion. 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]. Zeolit adalah kristal aluminasilika dengan kerangka tiga dimensi yang tersusun dari tetrahedra silika (SiO_4^{4-}) dan alumina (AlO_4^{5-}) yang diikat oleh atom oksigen (Hamdan, 1992).

Salah satu pemanfaatan zeolit sintetis 4A adalah dalam industri deterjen. Zeolit sebagai penukar ion dapat menggantikan ion Ca^{+2} dan Mg^{+2} dalam air dengan ion yang lunak seperti Na^+ (Rachmawati dan Sutarti 1994).

Keuntungan lain adalah Ca^{+2} dan Mg^{+2} akan membentuk endapan, sedangkan Na^+ tidak membentuk endapan. Sebuah paten di Eropa menyebutkan zeolit dapat dipakai sebagai bahan pembentuk deterjen (Rachmawati dan Sutarti 1994).

Pemakaian kompleks fosfat, seperti natrium tripolifosfat atau tetranatriumfosfat sebagai bahan pembentuk deterjen tidak efektif. Walaupun sifat pencuciannya lebih unggul, tetapi penggunaan fosfat ini dapat memperbesar *eutrophication* air permukaan, yaitu memperbesar persediaan makanan dalam air yang menyebabkan berkembang biaknya ganggang dan tumbuhan-tumbuhan lain, sehingga menghilangkan oksigen dalam air yang dibutuhkan bagi kehidupan ikan, dan dapat mengubah sebagian kecil badan air menjadi rawa atau daratan (Akbar, 1996). Oleh karena itu perlu dibuat bahan pembentuk deterjen yang ramah lingkungan. Berdasarkan hal tersebut di atas maka zeolit 4A sintetis dapat digunakan sebagai salah satu bahan pengganti fosfat sebagai bahan pembentuk deterjen.

Salah satu bahan galian yang masih belum dioptimalkan penggunaannya adalah Kaolin. Sebagian besar komponen yang terkandung dalam kaolin adalah silika dan alumina. Desa Sincalang Kabupaten Inderagiri Hilir merupakan deposit Kaolin di Riau yang belum dimanfaatkan secara optimal. Dari analisis-analisis yang telah dilakukan diperoleh bahwa kandungan kaolin di daerah ini adalah : $\text{SiO}_2 = 54,53 - 63,39\%$, $\text{Al}_2\text{O}_3 = 9,50 -$

17,85%, $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 1,13 - 3,2\%$. Besarnya kandungan silika dan alumina dalam kaolin memungkinkan digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit (Dinas Pertambangan, 2003).

Zeolit mempunyai spektra yang spesifik, sehingga dapat digunakan untuk mengidentifikasi dan membedakan beberapa zeolit dalam kelompoknya. Secara umum zeolit mempunyai model spektra IR yang spesifik baik untuk vibrasi internal maupun eksternal seperti terlihat pada tabel 1. Dari beberapa pita serapan pada tabel 1 terdapat 2 pita spektra yang berlaku untuk semua kelompok zeolit, yaitu pada daerah $950-1250 \text{ cm}^{-1}$ dan $420-500 \text{ cm}^{-1}$ (Flanigen dkk, 1971).

Tabel 1. Model Spektra Inframerah spesifik zeolit.

Internal Tetrahedral	Ikatan eksternal
Rent. Asimetri $1250-950 \text{ cm}^{-1}$	2 ring $650-500 \text{ cm}^{-1}$
Rent. Simetri $720-650 \text{ cm}^{-1}$	Pori terbuka $300-420 \text{ cm}^{-1}$
Ikatan T-O $420-500 \text{ cm}^{-1}$	Rent. Simetri $750-820 \text{ cm}^{-1}$
	Rent. Asimetri $1050-1150 \text{ cm}^{-1}$

Dalam penelitian ini akan dipelajari kondisi dari campuran reaktan, untuk mempelajari kondisi campuran reaktan ini dilakukan dengan cara mereaksikan kaolin dengan natrium hidroksida (NaOH), dimana jumlah berat natrium hidroksidanya divariasikan sedangkan jumlah berat kaolin tetap. Dalam penelitian ini juga akan dipelajari waktu pembentukan gel dan ukuran partikel kaolin.

2. Bahan dan Metode

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah: kaolin diperoleh dari Desa Sincalang Kecamatan Kerintang Kabupaten Inderagiri Hilir, NaOH, $\text{Al}(\text{OH})_3$, dan Aquades.

Alat-alat yang digunakan: *Heating Stearer*, Labu leher dua, pendingin, *oil batch*, *sentrifuge*, timbangan analitik, oven, kertas saring, kertas pH universal, dan spektrofotometer Inframerah.

2.1. Prosedur Penelitian

Persiapan Bahan Baku

Kaolin dicuci dengan aquades beberapa kali untuk menghilangkan kotoran yang menempel, kemudian dikeringkan dalam oven. Kaolin digiling dengan *crusher* dan diayak dengan ayakan ukuran 100, 200, dan 400 mesh. Kaolin siap digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit.

2.2. Pelaksanaan Penelitian

Dalam penelitian ini, sintesis zeolit 4A dilakukan dengan metoda Murat dan juga dilakukan sintesis dengan menggunakan metoda Murat yang telah dimodifikasi. Kaolin dan natrium hidroksida direaksikan dalam media larutan dalam hal ini aquadest.

2.3. Proses Sintesis

Timbang 10 gram kaolin, masukkan kedalam labu leher dua dan tambahkan natrium hidroksida dengan variasi berat tertentu (4, 6, 8, dan 12 gram) kemudian tambahkan aquades sehingga volume campuran menjadi 100 mL. Aduk campuran selama 3 jam, panaskan campuran pada suhu 100°C selama 8 Jam (Akbar, 1996). Hasil sintesis disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH netral, keringkan pada oven dengan suhu 120°C selama 3 jam. Kemudian cuplikan hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan alat spektrofotometer inframerah. Dalam penelitian ini juga dikaji pengaruh ukuran partikel kaolin pada proses sintesis, dimana ukuran partikel tersebut adalah 100, 200 dan 400 mesh.

Kajian pengaruh pembentukan gel

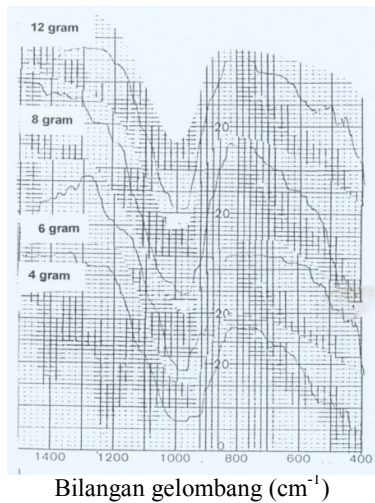
Untuk pengkajian pengaruh pembentukan gel terhadap hasil zeolit sintetis, perlakuannya sama dengan prosedur diatas, dan hanya dilakukan untuk ukuran kaolin 200 mesh. Perbedaanya adalah campuran kaolin dan natrium hidroksida diaduk sambil dipanaskan pada suhu 70°C selama 3 jam kemudian baru dipanaskan pada suhu 100°C selama 8 Jam (Akbar, 1996). Kemudian cuplikan hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan alat spektrofotometer inframerah.

3. Hasil dan Pembahasan

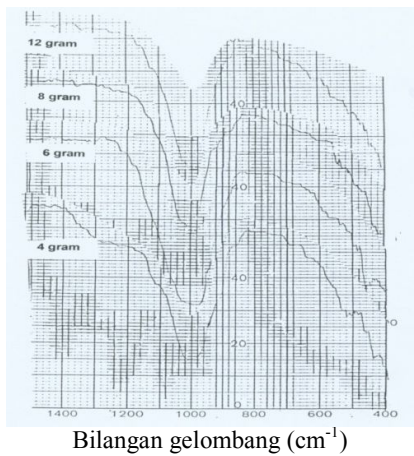
Tujuan kajian ini ingin mendapatkan kondisi perbandingan antara jumlah berat kaolin dan natrium hidroksida yang sesuai dengan komposisi terbentuknya zeolit 4A. Hasil reaksi dari kaolin dengan natrium hidroksida didapat berupa padatan.

Zeolit hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan alat spectrofotometer inframerah. Spektroskopi inframerah adalah metode yang sangat mudah dan cepat untuk karakterisasi struktur zeolit yang memberikan informasi tentang keberadaan satuan pembangun tetrahedral. Pada daerah bilangan gelombang $1300 - 300 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi dasar dari struktur TO_4 tetrahedral, (Imbert, 1994 ; Akbar, 2006 ; Akbar, 2008). Spektrogram pada daerah $1500 - 400 \text{ cm}^{-1}$ dari hasil penelitian dari berbagai variasi jumlah berat natrium hidroksida dan ukuran partikel kaolin, ditunjukkan pada Gambar 1, 2, dan 3.

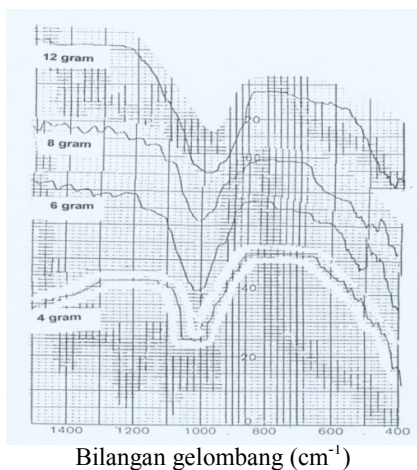
Berdasarkan variasi ukuran partikel kaolin dari beberapa cuplikan hasil sintesis perlakuan variasi natrium hidroksida dapat diklasifikasikan dalam 3 kelompok, yaitu kelompok I untuk cuplikan yang dibuat dengan ukuran partikel kaolin 100 mesh, gambar 1. Dari kelompok ini untuk semua perlakuan variasi natrium hidroksida dihasilkan spektra dengan pita serapan kuat yang muncul pada daerah bilangan gelombang 1000 cm^{-1} , yang menyatakan adanya rentang asimetri dari ikatan TO_4 tetrahedral. Kemudian muncul pita serapan pada daerah bilangan gelombang 556 cm^{-1} , untuk perlakuan 12 gram natrium hidroksida dengan 10 gram kaolin, merupakan serapan vibrasi cincin ganda polyhedral kerangka zeolit. Sedangkan pada perlakuan 4, 6, dan 8 gram natrium hidroksida tidak menghasilkan pita serapan pada daerah



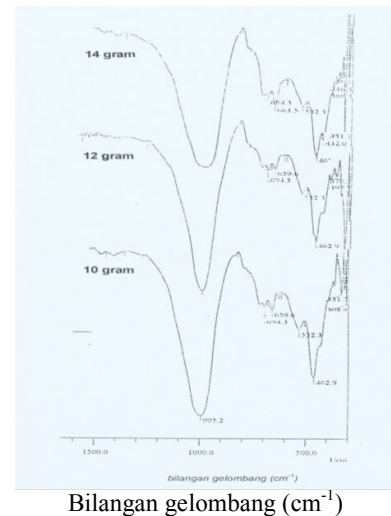
Gambar 1. Spektra infra merah hasil sintesis untuk ukuran partikel kaolin 100 mesh



Gambar 2. Spektra infra merah hasil sintesis untuk ukuran partikel kaolin 200 mesh



Gambar 3. Spektra infra merah hasil sintesis untuk ukuran partikel kaolin 400 mesh



Gambar 4. Spektra infra merah hasil sintesis dengan pemanasan gel 70°C, untuk ukuran partikel kaolin 200 mesh.

556 cm^{-1} tersebut. Dan munculnya pita serapan pada daerah 458 cm^{-1} juga untuk perlakuan 12 gram natrium hidroksida yang menyatakan vibrasi tekuk ikatan TO_4 tetrahedral. Sebaliknya untuk perlakuan 4, 6, dan 8 gram natrium hidroksida tetap tidak menghasilkan pita serapan pada daerah tersebut.

Kelompok II untuk cuplikan yang dibuat dengan ukuran partikel kaolin 200 mesh, gambar 2. Pada kelompok ini spektra yang dihasilkan ternyata berbeda, dimana tidak munculnya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 456 cm^{-1} dan 556 cm^{-1} . Tidak munculnya pita serapan pada daerah 556 cm^{-1} , menyatakan belum terbentuknya cincin ganda polyhedral kerangka zeolit. Hanya untuk perlakuan 6 gram natrium hidroksida muncul pita serapan yang lemah pada daerah gelombang 456 cm^{-1} , yang menyatakan adanya sedikit vibrasi tekuk ikatan TO_4 tetrahedral. Pita serapan kuat hanya muncul pada daerah gelombang 1000 cm^{-1} , yang menyatakan adanya rentang asimetri dari ikatan TO_4 tetrahedral.

Kelompok III untuk cuplikan yang dibuat dengan menggunakan ukuran kaolin 400 mesh, gambar 3, juga tidak menghasilkan pita serapan pada daerah gelombang 456 cm^{-1} dan 556 cm^{-1} . Hal ini juga menyatakan tidak terbentuknya cincin ganda polyhedral kerangka zeolit. Dan pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1000 cm^{-1} muncul sangat tajam. Berarti untuk perlakuan ukuran partikel 400 mesh dinyatakan tidak menghasilkan zeolit.

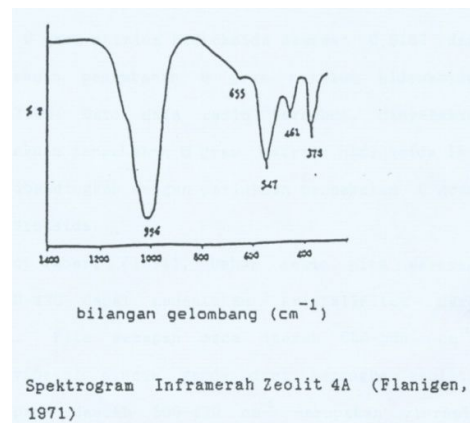
Tahap pembentukan gel adalah sangat penting untuk memastikan penyempurnaan peleburan kaolin dalam media reaksi sebelum dimulainya pembentukan inti. Tahap ini untuk mendapatkan komposisi gel yang homogen sehingga memungkinkan terbentuknya zeolit. Perlakuan pemanasan pada tahap ini gunanya untuk mempercepat peleburan campuran kaolin dan natrium hidroksida, dan pemanasan dilakukan sebelum reaksi sintesa berlangsung. Pada penelitian ini lama pemanasan dilakukan selama 3 jam (Akbar, 1996), sedangkan suhu pemanasan ditetapkan

Tabel 2. Perbandingan antara hasil penelitian dengan standar zeolit 4A

No.	Ukuran partikel	Hasil Penelitian	Standar Zeolit 4A Menurut Flanigen	Keterangan
1.	100 Mesh	<ul style="list-style-type: none"> - Muncul pita serapan pada bilangan gelombang 556 cm^{-1} dan 458 cm^{-1} untuk perlakuan 12 gram NaOH dengan 10 gram kaolin - Sedangkan untuk perlakuan 4, 6 dan 8 gram NaOH dengan 10 gram kaolin tidak menghasilkan pita serapan pada gelombang 556 cm^{-1} dan 458 cm^{-1} 	<ul style="list-style-type: none"> - Munculnya pita serapan pada daerah $300\text{-}420\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan adanya pori terbuka dari zeolit - Munculnya pita serapan pada daerah $420\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan vibrasi tekuk ikatan TO4 Tetrahedral 	Untuk ukuran partikel 100 mesh tidak menghasilkan zeolit karena tidak memenuhi standar zeolit
2.	200 mesh	<ul style="list-style-type: none"> - Tidak muncul pita serapan pada bilangan gelombang 556 cm^{-1} dan 456 cm^{-1} untuk perlakuan 4, 8 dan 12 gram NaOH dengan 10 gram kaolin. - Muncul pita serapan yang lemah pada daerah gelombang 456 cm^{-1}. 	<ul style="list-style-type: none"> - Munculnya pita serapan pada daerah $500\text{-}650\text{ cm}^{-1}$ yang menandakan terbentuknya cincin ganda zeolit 	Untuk ukuran partikel 200 mesh tidak menghasilkan zeolit karena tidak memenuhi standar zeolit
3.	400 mesh	<ul style="list-style-type: none"> - Tidak muncul pita serapan pada bilangan gelombang 556 cm^{-1} dan 456 cm^{-1} untuk semua perlakuan (4, 6, 8 dan 12 gram NaOH dengan 10 gram kaolin). 		Untuk ukuran partikel 400 mesh tidak menghasilkan zeolit karena tidak memenuhi standar zeolit
4.	200 mesh Pembentukan gel Pemanasan gel 70°C	Muncul pita serapan sesuai dengan standar zeolit		Untuk ukuran partikel 200 mesh perlakuan pembentukan gel bisa menghasilkan zeolit, tapi belum murni karena puncak yang terbentuk belum sempurna.

70°C . Perlakuan tahap ini dilakukan untuk mengkaji pengaruh pemanasan pada pembentukan gel yang menghasilkan zeolit 4A yang lebih baik, ditunjukkan pada Gambar 4.

Karakterisasi dengan spektrofotometer inframerah, dari hasil tiga sampel perlakuan pembentukan gel, didapatkan spektrogram inframerah yang pita serapannya muncul pada empat daerah yang merupakan ciri khas vibrasi dari zeolit 4A, yaitu pada daerah bilangan gelombang $1250\text{-}950\text{ cm}^{-1}$, $650\text{-}500\text{ cm}^{-1}$, $500\text{-}420\text{ cm}^{-1}$ dan $420\text{-}300\text{ cm}^{-1}$, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Pita serapan yang muncul ada kemiripan dengan pita serapan zeolit 4A standar pada spektrogram inframerah hasil penelitian Flanigen, dkk (1971), Gambar 5. Dari hasil pembahasan beberapa kajian diatas dapat dibuat tabel perbandingan antara hasil penelitian yang didapat dengan standar zeolit 4A Flanigen, dkk (1971), ditampilkan pada Tabel 2.

**Gambar 5.** Spektra infra merah zeolit 4A (Flanigen, 1971)

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat diambil beberapa kesimpulan, yaitu:

1. Kaolin dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuat zeolit 4A, karena komponen utamanya adalah alumina dan silika.
2. Dari hasil karakterisasi dengan spektroskopi inframerah menyatakan bahwa untuk perlakuan ukuran partikel kaolin 200 mesh dengan pemanasan gel 70 °C menunjukkan karakterisasi zeolit 4A.
3. Pada perlakuan pembentukan gel menghasilkan zeolit yang lebih baik dibandingkan dengan reaksi sintesis langsung tanpa pembentukan gel.

Daftar Pustaka

- Akbar, F., 1996, "Sintesis dan Karakterisasi Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu Layang", Tesis, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Akbar, F., Yelmida A. dan Zultiniar, 2006, "Sintesis Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu
- Sabut Kelapa Sawit", *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia Teknologi Oleo Dan Petrokimia Indonesia*, ISSN 1907-0500, Pekanbaru.
- Akbar, F., Yelmida A. dan Ida Zahrina, 2008, "Sintesis Zeolit 4A dari Bahan Dasar Abu
- Sabut Kelapa Sawit, Pengaruh Variasi Campuran Reaktan dan Waktu Pemanasan Gel", *Prosiding Seminar UNRI-UKM*, Pekanbaru.
- Flanigen, E.M., Khatami, H., dan Szimanski, H.A., 1971, "Infrared Structure studies of Zeolite Framework, Molecular Sieve Zeolite-I", American Society Advances in Chemistry Series No. 101. Washington D.C.
- Hamdan, H., 1992, "Introduction to Zeolite: Syntesis, Characterization and Modification", University Teknologi Malaysia.
- Hsin C.Hu dn Ting Y.Lee., 1990 "Synthesis Kinetics of Zeolit 4A", *Ind. Eng. Chem.Res.*
- Imbert, F.E., Moreno, C. dan Montero, A., 1994 "Venezuelan Natural Aluminosilicates as a Feedstock in the Synthesis of Zeolit A", *Zeolites*.
- Murat, M., Amokrane, A., Bastide, J. P., and Montanaro, L., 1992, "Synthesis of Zeolite from Thermally Activated kaolinite. Some Observations on Nucleation and Growth", *Clay Mineral*.
- Rachmawati, M., dan Sutarti, M, dan 1994, "Zeolit Tinjauan Literatur", Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah, LIPI.
- Setyoprato ,P., Gandhi, W., dan Richard, A., 2004, "Pengaruh Kecepatan Pengadukan Terhadap Metastable Zone Width pada Kristalisasi KNO₃ dengan Pendinginan", *Prosiding, Universitas Surabaya*.
- Sukandarrumidi, 1999, "Bahan Galian Industri", Gadjah Mada University Press, Yogyakarta.