

Penelitian Dasar



LAPORAN KEGIATAN

**MODEL REGRESI REAKSI KRISTALISASI ZEOLIT
SINTESIS Y DARI SEKAM PADI :
PENGARUH SUHU DAN WAKTU KRISTALISASI**

Oleh

Ir. Didi Dwi Anggoro, MEng, PhD
Suherman, ST, MT

Dibiayai oleh Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi,
Departemen Pendidikan Nasional DIPA Nomor SP:
058.0/23-04.0/-/2005, sesuai dengan Surat Perjanjian
Pelaksanaan Pekerjaan Penelitian Nomor:
031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005, tanggal 11 April 2005

PUSAT PENELITIAN PENGEMBANGAN TEKNOLOGI
LEMBAGA PENELITIAN
UNIVERSITAS DIPONEGORO
NOPEMBER, 2005

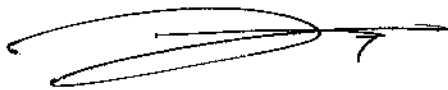
UPT-PUSTAK-UNDIP

No. Daft.: 662/14/177/05

LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN

1. Judul Penelitian : Model Regresi Reaksi Kristalisasi Zeolit Sintesis Y Dari Sekam Padi : Pengaruh Suhu dan Waktu Kristalisasi
2. Ketua Peneliti
- a. Nama : Ir. Didi Dwi Anggoro MEng, PhD.
 - b. Jenis Kelamin : Laki-laki
 - c. Pangkat/Golongan/NIP : Penata Muda Tk1/ IIIb/ 132065526
 - d. Jabatan Fungsional : Lektor
 - e. Fakultas/ Jurusan : Teknik / Teknik Kimia
 - f. Universitas : Diponegoro
 - g. Pusat Penelitian : Pusat Penelitian Pengembangan Teknologi Lemlit UNDIP
3. Jumlah Tim Peneliti : 1 (satu) orang
4. Lokasi Penelitian : Laboratorium Rekayasa Proses Jurusan Teknik Kimia FT UNDIP
5. Kerjasama dengan Institusi lain: -
- a. Nama Instansi :-
 - b. Alamat :-
6. Masa Penelitian : 10 bulan
7. Biaya yang Diperlukan : Rp. 15.000.000,-
(Lima Belas Juta Rupiah)

Mengetahui,
Kepala Pusat Penelitian
Pengembangan Teknologi



(Dr. Ir. Agung Sudaryono, MSc)
NIP. 131 863 776

Semarang, Nopember 2005
Ketua Peneliti,



(Ir. Didi Dwi Anggoro, MEng, PhD)
NIP. 132 065 526



Ketua Lembaga Penelitian
Universitas Diponegoro,

(Ign Riwanto Sp Bd.)
NIP. 130 529 454

RINGKASAN DAN SUMMARY

Katalis zeolit Y merupakan salah satu komponen penting dalam proses industri kimia dan perminyakan. Sampai saat ini kebutuhan katalis dipenuhi dengan impor katalis dari luar negeri. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian untuk memanfaatkan sumber daya alam yang dapat diperbaharui sebagai upaya mengurangi ketergantungan import katalis.

Sekam padi merupakan sumber daya alam yang dapat diperbaharui yang keberadaannya sangat melimpah di Indonesia. Sedangkan abunya apabila dikalsinasi pada suhu 600-700°C akan menghasilkan senyawa silikat yang merupakan senyawa penting dalam pembuatan zeolit Y. Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh suhu dan waktu kristalisasi dalam pembuatan katalis zeolit sintesis Y dari abu sekam padi.

Pada penelitian ini sekam padi dikalsinasi dalam furnace pada suhu 700 °C selama 2 jam. Komposisi bahan yang digunakan untuk membuat zeolit Y dari abu sekam padi yaitu 2.24 Na₂O : Al₂O₃ : 8 SiO₂ : 112 H₂O. Campuran gel yang terbentuk diletakkan dalam autoclave dan diaduk pada suhu kamar selama 24 jam. Setelah itu dipanaskan dalam oven pada suhu dan waktu tertentu sebagai variabel bebas. Kristal zeolit sintesis HY yang terbentuk disaring kemudian dicuci sampai pH kurang dari 10 lalu dikeringkan dalam oven. Setelah itu produk dianalisa dengan *X-Ray Diffraction (XRD)*. Dari analisa XRD akan didapatkan kondisi terbaik untuk sintesa zeolit Y dari abu sekam padi adalah pada suhu kristalisasi 100°C selama 48 jam. Dari analisa data persen kristalinitas dari produk zeolit Y menggunakan *software statistica* dapat ditentukan model regresinya, sebagai berikut:

$$Z = 229.33489360326 (1.7232233047033.X) + (0.004399999999999997.X^2) - (1.7050206303681.Y) + (0.0033637152777777.Y^2) + (0.007500000000000001.X.Y)$$

Dimana Z adalah persen kristalinitas, X adalah temperatur, dan Y adalah waktu kristalinitas.

PRAKATA

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat ALLOH SWT yang atas berkatnya laporan akhir pelaksanaan Penelitian Dasar yang berjudul "Model Regresi Reaksi Kristalisasi Zeolit Sintesis Y Dari Sekam Padi : Pengaruh Suhu dan Waktu Kristalisasi" telah dapat kami selesaikan dengan baik. Kegiatan penelitian ini dibiayai oleh Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi, Departemen Pendidikan Nasional DIPA Nomor SP: 058.0/23-04.0/-/2005, sesuai dengan Surat Perjanjian Pelaksanaan Pekerjaan Penelitian Nomor: 031/SPPP/PP/DP3M/IV/2005, tanggal 11 April 2005

Kegiatan penelitian ini dilaksanakan selama 10 bulan dengan program pembuatan alat kristalisasi sintesa zeolit Y dari abu sekam padi dan menentukan model regresinya. Kegiatan ini dilakukan Laboratorium Rekayasa Proses Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.

Semoga hasil kegiatan ini dapat memberikan sumbangsih bagi penerapan ilmu pengetahuan dan teknologi pada masyarakat. Selain dari pada itu juga dapat memberikan andil yang besar dalam menurunkan ketergantungan katalis zeolit Y import, sehingga industri kimia dan minyak semakin meningkat.

Kami menyadari, bahwa dalam penulisan laporan kegiatan ini masih jauh dari kesempurnaan. Untuk itu kritik dan saran dari para pembaca sangat kami harapkan. Akhirnya kepada semua pihak yang telah membantu kelancaran pelaksanaan kegiatan penelitian ini, kami ucapkan terima kasih.

Semarang, 14 Nopember 2005

Penyusun

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN.....	ii
RINGKASAN DAN SUMMARY.....	iii
PRAKATA.....	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR GAMBAR/ILUSTRASI.....	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
I. PENDAHULUAN.....	1
II. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1. Potensi Sekam Padi	4
2.2. Katalis Zeolit Sintesis	5
2.3. Sifat – sifat Zeolit	7
2.4. Jenis – jenis Zeolit	7
2.5. Penggunaan zeolit	9
2.6. Karakteristik Struktur Zeolit Y	10
2.7. Metode Penyiapan Zeolit Y	11
2.8. Sintesis Zeolit dari Sekam Padi	12
III. TUJUAN DAN MANFAAT PENELITIAN.....	15
IV. METODE PENELITIAN.....	16
4.1. Percobaan Laboratorium	16
4.2. Karakterisasi Zeolit Memakai XRD	19
4.3. Model regresi dan Optimasi	20
V. HASIL DAN PEMBAHASAN.....	22
5.1. Pengaruh Waktu Kristalisasi	22
5.2. Pengaruh Suhu Kristalisasi	25
5.3. Model Regresi dan Optimasi	27
VI. KESIMPULAN DAN SARAN.....	32
DAFTAR PUSTAKA.....	33
LAMPIRAN.....	35

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1. Komposisi kimia abu sekam padi bentuk amorf	5
Tabel 2.2. Metode Penyiapan Y Zeolite	11
Table 4.1. Fractional Factorial Central Composite Experimental Design	21
Tabel 5.1. Unit cell dan kristalinitas dari sampel zeolit	22
Tabel 5.2. Hasil perhitungan unit cell dan persen kristalinitas	27
Tabel 5.3. Perbedaan hasil antara Z-observed dan Z-predicted....	28
Table 5.4. ANOVA untuk proses adsorpsi air udara basah.....	30

DAFTAR GAMBAR / ILUSTRASI

	Halaman
Gambar 2.1. struktur kerangka satu unit sel zeolit Y.....	10
Gambar 2.2. Waktu Kristalisasi Optimum berbagai zeolit.....	13
Gambar 2.3. Kemurnian kristal dari zeolit Na-ZSM-5 menggunakan IR (1a) dan XRD (2a). Hubungan kedua alat dan teknik IR dan XRD (b).....	14
Gambar 4.1. Blok Diagram Proses Pembuatan Zeolit Sintesis Y Dari Sekam Padi.....	17
Gambar 4.2. (a). Autoclave tanpa tutup dan tanpa pengaduk	18
Gambar 4.2. (b). Autoclave dengan tutup dan pengaduk	19
Gambar 5.1. Difraktogram dari zeolit Y komersial dan 3 sampel hasil	23
Gambar 5.2. Derajat Kristalinitas dari sampel zeolit hasil sintesa pada suhu 100°C	24
Gambar 5.3. Difraktogram dari zeolit Y komersial dan 2 sampel hasil	25
Gambar 5.4. Perbandingan antara Z-observed dengan Z-predicted	29
Gambar 5.5. Pareto Chart untuk proses sintesa zeolit Y	30
Gambar 5.6. Grafik surface 3D untuk optimasi proses sintesa Y...	31

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Diffractogram XRD dari Zeolit Y Komersial dan Produk	35
B. Perhitungan Unit Cell	40
C. Perhitungan Persen Kristalinitas	41
D. Biodata Tim Peneliti	42
E. Rincian Penggunaan Anggaran	51
F. Dokumentasi Pelaksanaan Kegiatan	52
G. Publikasi hasil penelitian	53

I PENDAHULUAN

Proses cracking banyak digunakan pada industri kimia salah satunya yaitu pada industri petroleum dimana dibutuhkan katalis dalam proses katalitiknya (Twigg, 1996). Pada tahun 1999 industri barang-barang hasil kilang minyak bumi di Indonesia masih mengimpor katalisator sebanyak 111.149 kg dengan total biaya Rp. 4.772.746.000,00. Dan pada industri kimia dasar organik untuk bahan kimia khusus mengimpor senyawa aromatis sebanyak 21.155 kg dengan biaya Rp. 495.454.000,00 (Biro Pusat Statistik, 2002). Untuk mengurangi impor katalis dan senyawa aromatis tersebut maka pada penelitian ini akan mencoba mensintesis zeolit Y yang akan digunakan sebagai katalisator pada proses cracking dan aromatisasi senyawa hidrokarbon serta mempelajari kondisi optimum dalam proses kristalisasi zeolit sintesis Y. Dengan demikian ketergantungan katalis impor dapat dikurangi dan akan memberi peluang ekspor senyawa aromatis.

Komponen utama dari zeolit sintesis Y adalah silikat. Pemanfaatan sekam padi sebagai zeolit sintesis Y adalah memungkinkan karena abu sekam padi mempunyai kandungan silikat yang tinggi. Abu sekam padi didapatkan melalui proses kalsinasi. Untuk mengetahui tipe zeolit sintesis Y ini dilakukan analisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dengan membandingkan difraktogram dari zeolite sintesis Y komersial (standar).

Kristalisasi sintesis zeolit Y dipengaruhi oleh beberapa faktor (Szostak, 1989), yaitu :

- Komposisi larutan, yang terdiri dari $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $[\text{OH}^-]$, kation inorganic, kation organic, anion (selain $[\text{OH}^-]$), $[\text{H}_2\text{O}]$.
- Waktu kristalisasi
- Suhu kristalisasi
- Beberapa faktor pengadukan, misalnya senyawa tambahan, jenis pengaduk, tipe arah pengaduk.

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Subagjo, 1993). Struktur zeolit terdiri unit-unit tetrahedral AlO_4 dan SiO_4 yang saling berhubungan melalui atom O dan di dalam struktur tersebut Si^{4+} dapat diganti Al^{3+} sehingga zeolit mempunyai rumus $M_{2n}O \cdot Al_2O_3 \cdot xSiO_2 \cdot yH_2O$. Zeolit dibedakan menjadi 2, yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit mempunyai sifat-sifat mengadsorpsi, sebagai penukar kation dan katalis atau penyangga. Dalam penelitian ini menggunakan sekam padi sebagai bahan baku pembuatan zeolit sintesis Y yang akan digunakan sebagai katalis dalam proses cracking minyak mentah.

Struktur zeolit Y terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk oktahedra terpancung (*sodalite*). Jika 6 buah *sodalite* terhubung oleh prisma heksagonal akan membentuk tumpukan tetrahedral. Jenis tumpukan ini membentuk lubang besar (*supercages*) dan berdiameter $\sim 13A$. Lubang-lubang (*supercages*) dapat terbentuk dari 4 kristal tetrahedral yang tersebar, yang masing-masing mempunyai 12 cincin oksigen dan berdiameter 7,4 A. Lubang-lubang tersebut bila saling bersambung (12) maka akan membentuk sistem pori-pori yang besar dari zeolit.

Pada penelitian sebelumnya tentang sintesis zeolit dari sekam padi, Halimatun Hamdan, dkk (1996) mendapatkan bahwa reaktifitas dari silika yang digunakan untuk membuat zeolit tergantung dari metode penyiapan dan ekstraksi sekam padi. Metode berbeda yang digunakan untuk mendapatkan silika akan menghasilkan struktur dan morfologi permukaan yang berbeda dimana keduanya mempengaruhi reaktifitas silika. Dari penelitian dengan berbagai perlakuan didapatkan hasil bahwa sampel yang disiapkan dengan membakar 100 gram sekam padi didalam furnace pada suhu $700^{\circ}C$ selama 2 jam akan menghasilkan zeolite A dan Y murni. Dalam penelitian lain Zainab Ramlin, dkk (1996) melakukan sintesis zeolit Y menggunakan ekstrak silika sekam padi dengan komposisi $2.24 Na_2O : Al_2O_3 : 8 SiO_2 : 112 H_2O$. dengan komposisi ini didapatkan hasil zeolit Y

dengan kemurnian 88-100 %, dimana kemurnian zeolit Y sintesis juga dipengaruhi oleh reaktifitas Silika yang digunakan.

Dari kedua penelitian sebelumnya tersebut belum pernah dipelajari pengaruh suhu dan waktu kristalisasi pembentukan zeolit sintesis Y dari sekam padi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dipelajari fenomena reaksi kristalisasi tersebut dan diharapkan dapat dibuat model regresinya. Sehingga penelitian ini akan menghasilkan suatu model regresi dari reaksi kristalisasi pembuatan zeolit sintesis Y dari sekam padi. Keberhasilan penelitian ini akan menjadi acuan dasar dalam pembuatan zeolit sintesis Y dari sekam padi atau sumber silikat yang lain, dan mempermudah perancangan produksi dengan kapasitas yang lebih besar, misalnya pilot plant.