

PENELITIAN DIK RUTIN



LAPORAN PENELITIAN

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI
ZEOLIT A**

Oleh:
Sriatun, S.Si, M.Si
Drs. Suhartana, M.Si

**Dibiayai dengan Dana DIK Rutin UNDIP Tahun Anggaran 2003
Sesuai dengan Perjanjian Tugas Pelaksanaan Penelitian Para Dosen UNDIP
No. 02/J07.11/PJJ/KP/2003 tanggal 1 Mei 2003**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS DIPONEGORO SEMARANG
OKTOBER, 2003**

UPT-PUSTAK-UNDIP

No. Daft.: JAS/BL/MIPA/01

**LEMBAR IDENTITAS DAN PENGESAHAN LAPORAN AKHIR
HASIL PENELITIAN DIK RUTIN**

1. a. Judul Penelitian : **SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT A**
b. Kategori Penelitian : **I (Pengembangan IPTEKS)**
2. Ketua Peneliti
a. Nama Lengkap & Gelar : **Sriatun, S.Si, M.Si**
b. Jenis Kelamin : **Perempuan**
c. Gol/Pangkap/NIP : **III-a/Penata Muda/132 161 206**
d. Jabatan Fungsional : **Asisten Ahli**
e. Fakultas/Jurusan : **MIPA/Kimia**
f. Universitas : **Diponegoro, Semarang**
g. Bidang Ilmu yang diteliti : **Material Anorganik dan aplikasi**
3. Jumlah Anggota Peneliti : **1 (satu) orang**
4. Lokasi Penelitian : **Laboratorium Kimia Anorganik, Jurusan Kimia FMIPA UNDIP Semarang**
5. Kerjasama dengan Institusi Lain : **-**
6. Jangka Waktu Penelitian : **6 bulan**
7. Biaya yang dibelanjakan : **Rp.3.000.000; (tiga juta rupiah)**

Semarang, 15 Oktober 2003

Ketua Penelitian,



Sriatun, S.Si, M.Si
NIP. 132 161 206



Dr. Wahyu Setia Budi, M.S
NIP. 877 409



Menyetujui
Ketua LEMLIT UNDIP

Prof. Dr./dr. Ig. Riwanto, Sp.Bd
NIP. 130 529 454

SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT A

Oleh Sriatun¹, Subartana²

2003, 33 halaman

RINGKASAN

Sampai saat ini zeolit tetap menjadi primadona sebagai bahan penukar ion yang mempunyai selektivitas baik untuk menangani masalah kesadahan air. Hal ini dikarenakan zeolit mempunyai struktur, bentuk, ukuran rongga dan pori yang spesifik (Hamdan, 1992). Umumnya zeolit alam perlu diberi perlakuan tertentu bila ia akan digunakan sebagai penukar ion, karena mengandung unsur-unsur pengotor yang harus diminimalkan pengaruhnya. Untuk itu zeolit sintetis dapat dipilih sebagai solusinya, sebagai contoh adalah zeolit A yang mempunyai komposisi tertentu. Dengan demikian, diharapkan zeolit A dapat berperan sebagai penukar ion yang efektif.

Tujuan umum penelitian ini adalah mengembangkan wacana dan kemampuan dalam bidang sintesis material anorganik. Untuk itu dilakukan penelitian yang berjudul **sintesis dan karakterisasi zeolit A** ini. Tujuan khusus penelitian ini adalah membuat zeolit A dari garam alumina dan silika melalui proses hidrotermal. Selanjutnya uji pertukaran ion dilakukan terhadap produk sintesis. Ion Ca^{2+} digunakan sebagai kation penukar. Diharapkan hasil penelitian ini dapat diaplikasikan untuk menangani masalah kesadahan air.

Metode kerja meliputi (1) sintesis, pembuatan zeolit dari natrium natrium aluminat dan natrium silikat dengan perbandingan 1:1. (2) karakterisasi, produk sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan IR dan XRD. (3) modifikasi, pembuatan zeolit asam dari produk sintesis (4) uji kemampuan pertukaran ion (5) interpretasi data.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada tahap sintesis diperoleh gel (*viscous solution*) berwarna putih. Ini berarti ada interaksi yang kuat antara spesies silikat dan aluminat, juga berarti dimulainya proses penggandengan (polimerisasi) silikat dan aluminat. Pembentukan kristal zeolit terjadidari spesies aluminat dan silikat dalam larutan lewat jenuh melalui proses kondensasi disertai polimerisasi.

Spektogram IR menunjukkan bahwa absorpsi sistim D4R pada struktur zeolit pada bilangan gelombang $607,5 \text{ cm}^{-1}$, pita ini merupakan absorpsi yang relatif kuat. Vibrasi tekuk ikatan Si-O dan Al-O ini dapat diamati pada bilangangelombang 434 cm^{-1} . vibrasi ulur asimetrik internal dan eksternal -O-Si-O- terdapat pada $1008,7 \text{ cm}^{-1}$, absorpsinya relatif kuat. menunjukkan terjadinya. Pita serapan lemah pada $372,2 \text{ cm}^{-1}$, $327,9 \text{ cm}^{-1}$, $316,3 \text{ cm}^{-1}$, $308,6$

cm^{-1} merupakan pembukaan pori yang disebabkan oleh vibrasi eksternal gerakan celah cincin. Jika spektra produk sintesis dibandingkan dengan spektra zeolit-A standar kita temukan bahwa bilangan gelombang D4R bergeser ke bilangan gelombang yang lebih tinggi. Ini berarti bahwa kandungan Si dalam produk sintesis adalah tinggi., sehingga rasio Si/Al tinggi dimana ini menyebabkan kation penyeimbang muatan menjadi lebih rendah. Lebih rendahnya serapan untuk D4R pada produk sintesis menunjukkan bahwa pertumbuhan kristal belum sempurna. Pergeseran bilangan gelombang vibrasi ulur simetrik tetrahedral internal menunjukkan bahwa tetrahedral TO_4 sebagai satuan pembangun utama terdapat sebagian belum membentuk polihedral sangkar sodalit atau sudah terbentuk namun ikatannya lemah.

Kristalinitas zeolit A standart ditentukan oleh sepuluh puncak karakteristik pada harga d (A°) 12,305; 8,701; 7,104; 5,503; 4,102; 3,710; 3,413; 3,289; 2,984; 2,623 dengan parameter sel a_0 24,61 A° . Dari data XRD produk sintesis, kita mendapatkan informasi bahwa puncak-puncak karakteristik terletak pada harga d (A°) 7,1323; 5,0251; 4,1033; 3,1652; 2,6794; 2,5174; 2,3703; 2,0452; 1,9673 dan 1,7733. Dengan menggunakan persamaan Bragg, jika sudut 2θ meningkat maka jarak d -nya turun. Oleh karena pada zeolit A pembandingan puncak pertama muncul pada sudut 2θ lebih kecil dari 10, ini berarti bahwa pada zeolit hasil sintesis ini memiliki jarak d yang lebih kecil daripada zeolit A standar. Dari informasi ini, ada kemungkinan penataan polihedral sangkar sodalit pada produk ini belum sempurna.

Dari data pertukaran kation dengan kation Ca^{2+} diketahui bahwa jika pH kurang dari 6 ada kecenderungan konsentrasi ion kalsium makin kecil. Hal ini disebabkan oleh karena aluminium dalam struktur tetap mengalami dealuminasi atau eksis sebagai spesies lain. Di samping itu, jika pH nya turun maka jumlah H^+ dalam sistem larutan makin meningkat, sehingga rongga tempat dimana H^+ terikat pada atom aluminium dalam kerangka zeolit akan dikelilingi oleh H^+ lain yang berasal dari larutan. Ini mengakibatkan ion kalsium sulit memasuki rongga. Pertukaran kation kalsium oleh ion Ca^{2+} terbesar terjadi pada pH 6. Banyak sedikitnya ion hidrogen yang dapat ditukar oleh ion kalsium sebanding dengan jumlah ion hidrogen tersebut yang terikat oleh atom aluminium dalam kerangka zeolit. Dari informasi-informasi di atas dapat disimpulkan bahwa zeolit produk sintesis ini mempunyai rasio Si/Al yang relatif besar.

THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF ZEOLITE A

by Sriatun¹, Suhartana²
Jurusan Kimia, FMIPA UNDIP Semarang
2003, 33 pages

SUMMARY

Until now, the zeolite quite to be superior as an ion exchange material that has good selectivity to took up the problem of hard water. The reasons of this case are the zeolite have unique structure and shape, spesific cavity and pore. Generally, natural zeolite should be certain treatment if that would used as ion exchange because it contains some impurities that should minimize that influence. Therefore, synthetic zeolite could choosen as the solution, for example zeolite A has a certain composition. Thus, we hoped that zeolite A could act as an effective ion exchange.

General purpose of this research was developing of our knowledge and ability in inorganic material synthetis, so we did this research that has a title **synthesis and characterization of zeolite A**. The particular purpose of this research was prepared of zeolite A from alumina and silica salt through hydrothermal process. The next step was ion exchange test toward the product of synthesis. Ion calsium (Ca^{2+}) was use as exchanger. We hoped this result could applied to took up the problem of hard water.

Procedure of this research were (1) synthesis, preparation of zeolite from sodium aluminat and sodium silicate (ratio 1:1), (2) characterization, the product of synthesis was characterized using IR and XRD instrument, (3) modification, preparation of acid zeolite from product synthesis, (4) Ion exchange test, (5) data interpretation.

The result of this research showed that on synthesis, we got white viscous solution. It means there was a strong interaction between silicate and aluminat spesies, also it means that was started a polimerization process of silicate and aluminat. Zeolite crystal formation were happened from silicate and aluminat spesies onto supersaturation solution through condensation and polimerization process.

Spectogram of IR showed that absorption of the D4R system on zeolite structure rised on wave number = $607,5 \text{ cm}^{-1}$, this band was strong absorption. Bending mode vibration of the Si-O and Al-O bonding was investigated on wave number = 434 cm^{-1} . Internal and external asymmetric stretching vibration of O-Si-O on $1008,7 \text{ cm}^{-1}$, this absorption was strong relatively. The weak absorptions on $372,2 \text{ cm}^{-1}$, $327,9 \text{ cm}^{-1}$, $316,3 \text{ cm}^{-1}$ and $308,6 \text{ cm}^{-1}$ were pore opening that caused by external vibration of breathing motion of 12-ring apetures.

If the spectra of product synthesis was compared with the spectra of standart zeolite A, we could consider that the wave number of D4R moved to the higher wave number. It means that the Si content onto product synthesis was high. So, the Si/Al ratio was high where it caused charge -balancing cation was be lower. The lower absorption of D4R of product synthesis showed that the growing of crystal not complete yet. The moving of the wave number of symmetric stretching vibration of internal tetrahedral showed that tetrahedral TO_4 as primary building units, there any apart not formed polyhedral sodalit cages or had formed but the binding quite weak.

The criytalinity of standart zeolit A has determined by ten characteristic peaks on value of d ($Å$). They were 12,305; 8,701; 7,104; 5,503; 4,102; 3,710; 3,413; 3,289; 2,984; 2,623 $Å$ with cell parameters (a_0) 24,61 $Å$. From the XRD data of product synthesis, we got information that the characteristic peaks took place on d ($Å$) 7,1323; 5,0251; 4,1033; 3,1652; 2,6794; 2,5174; 2,3703; 2,0452; 1,9673 and 1,7733. Using Bragg equation, if the 2θ angle increased so the d -spacing decreased. Due to the first peak of standart zeolit A rised on 2θ angle lower than 10, it means that the product of synthesis had d -spacing lower than standart zeolit A. From this information, there might arrangging polyhedral sodalit cages not completed yet.

From the data of ion exchange with Ca^{2+} had known that if the pH less than 6 so the concentration of Ca^{2+} decreased. This case was caused by alumunium onto the fixed structure occurred dealumination or exist as other spesies. Beside that, if the pH decreased so the number of H^+ in solution system would be increased, so the cavities where H^+ were bent on alumunium atom in zeolite framework would surrounded by other H^+ from solution. This resulted the calsium ion difficult to entered the cavities. The highest cation exchange of calsium was occurred on $pH = 6$. The quantity of calsium ion that could exchanged by H^+ ion was proportional to the quantity of H^+ ion onto the zeolite framework. From that infomations we could a conclusion that zeolite of product synthesis had Si/Al ratio was high relatively.

PRAKATA

Alhamdulillah, puji syukur kami panjatkan kehadiran Allah SWT yang senantiasa memberikan hidayah dan petunjuk, sehingga peneliti dapat menyelesaikan penelitian yang berjudul **Sintesis dan karakterisasi Zeolit A** ini dengan baik.

Pada kesempatan ini, peneliti mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Pemberi dana penelitian dalam hal ini DIK RUTIN Universitas Diponegoro.
2. Lembaga Penelitian Undip yang memberikan kesempatan kepada Peneliti untuk melaksanakan penelitian ini.
3. Dekan Fakultas MIPA, Ketua Jurusan Kimia dan Kepala laboratorium kimia anorganik yang telah memberikan fasilitas untuk terlaksananya penelitian ini.
4. Semua pihak yang telah membantu dari awal sampai terselesaikannya penelitian ini yang tidak bisa peneliti sebutkan satu persatu.

Peneliti menyadari sepenuhnya bahwa apa yang peneliti sampaikan masih jauh dari sempurna, untuk itu peneliti berharap ada pengembangan lebih lanjut dari penelitian ini. Besar harapan kami semoga informasi dari penelitian dapat berguna bagi para pembaca.

Semarang, Oktober 2003

Peneliti

DAFTAR ISI

	Halaman
Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
Ringkasan	iii
Summary	v
Prakata	vii
Daftar Isi	viii
Daftar Tabel	x
Daftar gambar	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Struktur Zeolit	3
2.2 Pertukaran Kation pada Zeolit	9
2.3 Pembentukan Zeolit	12
BAB III TUJUAN DAN MANFAAT	13
3.1 Tujuan Penelitian	13
3.2 Manfaat Penelitian	13
BAB IV METODE PENELITIAN	15
4.1 Bahan Penelitian	15
4.2 Alat Penelitian	15
4.3 Variabel Penelitian	15
4.4 Cara kerja	16

BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	19
5.1 Kajian terhadap Proses Sintesis	19
5.2 Karakterisasi Padatan Hasil Sintesis	22
5.2.1 Interpretasi Spektra Infra Merah (IR)	22
5.2.2 Interpretasi Difraktogram XRD	25
5.3 Modifikasi Zeolit Hasil Sintesis	28
5.4 Pengaruh pH terhadap Kemampuan Pertukaran Ca ²⁺	28
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	32
6.1 Kesimpulan	32
6.2 Saran	32
DAFTAR PUSTAKA	33

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1	Pengaruh rasio Si/Al terhadap sifat-sifat zeolit 7
Tabel 2.2	Harga <i>net charge of framework atom</i> 7
Tabel 5.1	Hasil d-spacing padatan hasil sintesis dan berbagai Zeolit pembanding 27

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 Kerangka struktur zeolit dalam 2-dimensi.....	4
Gambar 2.2 Kerangka struktur zeolit dalam 3-dimensi	5
Gambar 2.3 Zeolit A terbentuk oleh penggabungan sangkar sodalit Melalui D4R	6
Gambar 2.4 Posisi kation <i>non framework</i> dalam zeolit	10
Gambar 5.1 Hubungan pH dengan fraksi mol spesies Al	19
Gambar 5.2 Hubungan pH dengan fraksi mol spesies Si	20
Gambar 5.3 Skema mekanisme pembentukan zeolit sintetis	22
Gambar 5.4 Spektogram zeolit hasil sintesis	24
Gambar 5.5 Spektogram zeolit A standar (frekuensi 1500 – 400 cm^{-1})	24
Gambar 5.6 Difraktogram zeolit hasil sintesis	26
Gambar 5.7 Difraktogram zeolit A pembanding	26
Gambar 5.8 Diagram mekanisme pertukaran kation pada zeolit	29
Gambar 5.9 Hubungan pH dengan konsentrasi kation penukar Ca^{2+}	30

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan mineral alam yang terbentuk melalui proses geologi dimana variabel termodinamika seperti tekanan, temperatur, waktu dan komposisi penyusunnya turut mempengaruhinya. Namun dalam proses hidrotermal, variabel-variabel tersebut tidak mutlak menentukan produk karena campuran reaktan yang digunakan kemungkinan heterogen, selain itu proses nukleisasi (pembentukan inti) lebih dikendalikan oleh variabel kinetika (Barrer, 1982).

Sebagai material multiguna, sampai saat ini zeolit masih tetap menjadi primadona sebagai bahan penukar ion yang selektif misalnya untuk menangani masalah kesadahan air. Hal ini dikarenakan zeolit berstruktur tiga dimensi, mempunyai sifat lebih unggul dalam hal bentuk, ukuran rongga dan pori yang spesifik serta adanya saluran-saluran yang unik (Hamdan, 1992). Sebelum digunakan biasanya zeolit alam perlu diberi perlakuan tertentu mengingat sebagai mineral produk alam zeolit mengandung unsur-unsur pengotor yang perlu dihilangkan atau diminimalkan pengaruhnya. Untuk itu dapat dipilih alternatif lain menggunakan zeolit sintetis seperti zeolit A yang jelas komposisinya dengan harapan dapat berfungsi sebagai penukar ion yang efektif.

Proses pembentukan zeolit secara alami memerlukan waktu yang panjang, kondisinya dapat ditiru dengan berbagai perlakuan yang dapat dikendalikan atau dengan kata lain dibuat/disintesis dilaboratorium. Dalam rangka mengembangkan

wacana dan kemampuan dalam bidang sintesis material anorganik dan menciptakan lingkungan ilmiah di lingkungan peneliti, maka diupayakan membuat zeolit A dari bahan alumina dan silika melalui proses hidrotermal, selanjutnya zeolit hasil sintesis diujicobakan terhadap pertukaran kation Ca^{2+} dengan harapan dapat digunakan untuk menangani masalah kesadahan air.

1.2 Perumusan Masalah

Penggunaan zeolit alam sebagai penukar kation dalam hal ini Ca^{2+} kadang-kadang memberikan kesukaran karena kemungkinan besar mengandung logam-logam lain sehingga dapat mengakibatkan adanya kompetisi pertukaran dengan logam yang tidak diinginkan. Untuk menghindarinya dan untuk mengefektifkan pertukaran perlu dibuat zeolit sintetis yang mempunyai komposisi jelas seperti zeolit A yang mempunyai rasio $\text{Si/Al} = 1$ dengan logam Na.