

PREPARASI ZEOLIT ALAM LAMPUNG DENGAN LARUTAN HF, HCl DAN KALSINASI UNTUK ADSORPSI GAS CO

Yuliusman ¹⁾, Widodo WP ²⁾, Yulianto S.N. ³⁾, Yuda P⁴⁾,
^{1,2,4)} Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik Universitas Indonesia
Kampus UI, Depok 16424, Indonesia

Tel: 021+62-21-7863516, Fax: 021-7863515 usman@che.ui.ac.id dusman@che.ui.ac.id

³⁾Departemen Teknik Mesin, Fakultas Teknik Universitas Indonesia
Kampus UI, Depok 16424, Indonesia

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengurangi kadar gas CO pada asap pembakaran dengan proses adsorpsi menggunakan zeolit alam lampung. Penelitian ini meliputi preparasi zeolit alam dengan larutan HF, HCl, dan kalsinasi dan uji terhadap CO. Proses preparasi zeolit alam meliputi: dealuminasi dengan larutan HF 2%, perendaman dengan larutan HCl 6 M dan kalsinasi pada temperatur 500 °C. Kemudian uji adsorpsi gas CO dilakukan secara kontinyu. Karakterisasi kandungan air yang terikat secara fisika pada zeolit dilakukan dengan memanaskan zeolit pada suhu 105 °C, diperoleh kandungan air pada zeolit alam sebanyak 5,3% berat. Senyawa organik yang terikat secara kimia pada zeolit diperoleh dari permukaan berat zeolit setelah proses kalsinasi, yaitu sebesar 7,5% berat. Hasil karakterisasi luas permukaan sebelum dan setelah treatment adalah 46,13 m²/gr dan 42,25 m²/gr. Perbandingan Si/Al sebelum dan sesudah treatment adalah 7,56 dan 12,15. Aktivasi zeolit mampu meningkatkan efisiensi adsorpsi dalam mengadsorpsi gas CO dari 1,14% menjadi 6,25% pada konsentrasi awal CO 10% dan ukuran partikel 50µ. Ukuran partikel 50µ mempunyai daya serap lebih banyak dibandingkan partikel zeolit untuk ukuran 100µ dan 150µ. Jumlah gas CO yang paling banyak terserap diperoleh pada laju alir 17% dengan ukuran partikel 50 µm.

Kata kunci: zeolit alam, preparasi, kalsinasi, karakterisasi, adsorpsi, gas CO

1. Pendahuluan

Gas CO merupakan gas yang tidak berwarna, tidak berbau, tidak berasa, dan beracun terutama bagi pernapasan. Gas CO utamanya dihasilkan dari pembakaran tidak sempurna. Pembakaran tidak sempurna sangat mungkin terjadi terutama pada peristiwa kebakaran. Secara teori, pembakaran tak sempurna terjadi salah satunya karena kekurangan gas oksigen dalam proses pembakarannya. Karena sifatnya yang tidak berbau, tidak berasa dan tidak berwarna, sangat sulit untuk mengenali keberadaannya. Dari uraian di atas terlihat bahwa diperlukan suatu usaha untuk dapat mengurangi kadar CO hasil pembakaran pada kasus kebakaran, salah satunya adalah dengan metode adsorpsi menggunakan zeolit alam.

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian yang berkaitan dengan penjernihan asap. Yadav, dkk (2007) menemukan bahwa oksida logam bisa digunakan untuk menjernihkan kabut asap buatan yang dibuat dari senyawa glikol, senyawa glikol adalah senyawa yang banyak digunakan dalam operasi militer untuk menghasilkan asap, sehingga tidak terlihat dengan jelas oleh musuh. Kajian dilakukan dalam skala laboratorium, menguji efektivitas struktur nano dalam menjernihkan asap pada ruang tertutup dan membandingkan dengan material yang berukuran konvensional. Sampel asap dibuat dari senyawa Glikol yang disemprot menggunakan alat pembuat asap. Material yang diuji adalah NaHCO₃ dan Ca(OH)₂.

Sementara Xu, Y. Dkk (2003), melakukan penelitian berkaitan dengan adsorpsi asap rokok yang menunjukkan bahwa zeolit mempunyai kemampuan mengadsorpsi asap rokok lebih baik dibandingkan material lain. Zeolit merupakan bahan galian non logam atau mineral industri multi guna karena memiliki sifat-sifat fisika dan kimia yang unik yaitu sebagai penyerap, penukar ion, penyaring molekul dan sebagai katalisator. Hal ini didukung dengan letak geologis Indonesia yang berada di jalur pegunungan berapi dunia membuatnya menjadi kaya akan potensi sumber daya alam, seperti batuan gunung berapi yang merupakan sumber mineral zeolit.

Untuk kepentingan komersial, zeolit alam yang ada di Indonesia belum dimanfaatkan secara optimal. Agar dapat dimanfaatkan, terutama sebagai adsorben, zeolit harus memiliki spesifikasi tertentu. Untuk memperoleh zeolit dengan kemampuan tinggi diperlukan beberapa pengolahan antara lain: preparasi, aktivasi, dan modifikasi.

2. Bahan dan Metode Penelitian

2.1. Dealuminasi

Metode ini adalah teknik yang digunakan untuk mengurangi kandungan aluminium zeolit. Proses ini menyebabkan pergeseran tetrahedral aluminium dari posisi rangka ke posisi non rangka tetapi tidak menghilangkan aluminium dari zeolit. Pada proses ini dilakukan pencucian zeolit dengan asam kuat.

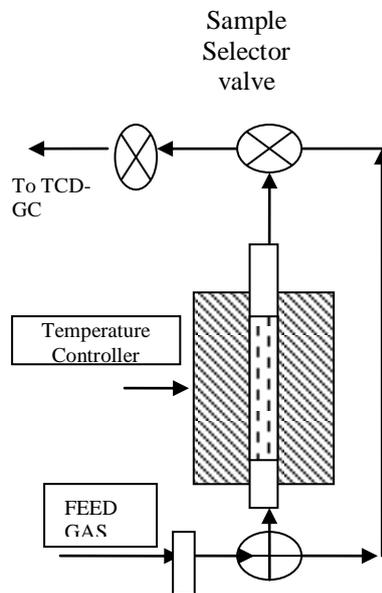
Larutan asam yang digunakan adalah asam florida dan klorida. Florida maupun klorida adalah zat yang sangat sensitif terhadap zeolit, dimana hal tersebut tergantung pada kondisi perlakuannya seperti konsentrasi, lamanya pencucian, kadar air, dan temperatur pencucian. Alumina dan silika dapat bereaksi dengan florida dan klorida pada kondisi yang tidak terlalu pekat dan lingkungan biasa

2.2. Kalsinasi

Kalsinasi adalah perlakuan panas terhadap zeolit pada temperatur yang relatif tinggi dalam *furnace* yang bertujuan menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit, selain itu juga untuk menghilangkan zat organik yang dikandung zeolit.

2.3. Uji Adsorpsi

Kapasitas adsorpsi gas CO oleh zeolit ditentukan sebagai fungsi dari waktu. Penelitian adsorpsi dilakukan, di mana gas umpan yang mengandung CO dilewatkan melalui adsorben. Proses adsorpsi dilakukan secara kontinyu selama waktu tertentu Uji adsorpsi dilakukan dengan memvariasikan komposisi gas umpan, dan ukuran partikel zeolit, jumlah. Proses adsorpsi berlangsung secara kontinyu, hasil adsorpsi sampel tercatat secara on line pada GC. Gas keluaran dianalisis menggunakan detector konduktivitas panas-kromatografi gas (TCD-GC) dengan kolom Porapak-Q dan injektor sample yang dikontrol secara pneumatic. Percobaan dilanjutkan hingga mencapai kejenuhan, yaitu konsentrasi aliran gas keluar sama dengan aliran masuknya (Gambar 1)



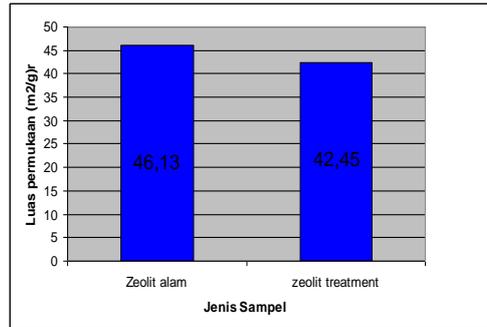
Gambar 1. Skema Perangkaian Alat

3. Hasil Penelitian dan Pembahasan

3.1. Karakterisasi zeolit

A. Karakterisasi luas permukaan

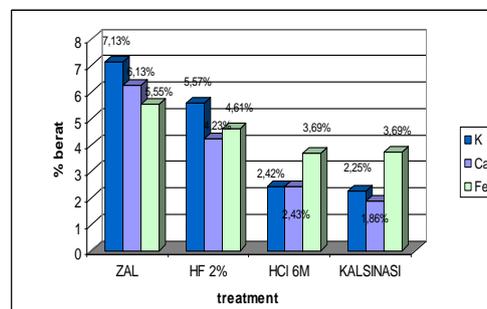
Uji analisis dengan menggunakan BET Autosorb dilakukan untuk mengetahui luas permukaan dari zeolit yang akan digunakan untuk mengadsorpsi gas CO. Hasil dari uji BET Autosorb yang telah dilakukan memberikan data tentang luas permukaan zeolit yang dapat dilihat pada grafik dibawah ini. Dari Gambar 3.2 terlihat bahwa zeolit alam memiliki luas permukaan lebih besar dibandingkan dengan zeolit alam yang telah dilakukan aktivasi, hal ini mengindikasikan bahwa proses aktivasi yang dilakukan diperkirakan merusak struktur alumina dan silika dari zeolit yang dapat memperkecil luas permukaannya. Penyebabnya adalah. pada dealuminasi menggunakan asam kuat HF bertujuan untuk menghilangkan alumina dalam zeolit tetapi penggunaan asam kuat ini telah merusak struktur amorf zeolit sehingga mengurangi luas permukaan zeolit. Selain itu suhu kalsinasi yang tinggi (500°C) juga membuat luas permukaan zeolit semakin kecil, karena kalsinasi ditujukan untuk mendapatkan kristalinitas yang baik. Semakin tinggi suhu kalsinasi, semakin baik kristalnya, semakin besar pula ukurannya dengan kata lain menurunkan luas permukaan efektifnya.



Gambar 3.2 Pengaruh Aktivasi Pada Luas Permukaan Zeolit Alam Lampung

B. Karakterisasi logam pengotor

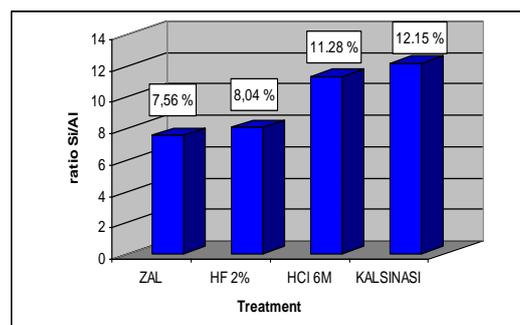
Hasil karakterisasi XRF, Gambar 3.3, menunjukkan bahwa zeolit alam yang belum ditreatment memiliki kadar pengotor yang masih tinggi. Sebagian besar logam pengotor tersebut antara lain logam K, Ca, dan Fe. *Treatment* awal yang telah dilakukan mampu menurunkan kadar zat pengotor. Seperti pada tahap dealuminasi dengan perendaman HF 2% selama 10 menit mampu menurunkan kadar unsur K dari 7,13 % menjadi 5,57%, kadar unsur Ca dari 6,13% menjadi 4,23%, dan unsur Fe dari 5,55% menjadi 4,61%. Sedangkan pada tahap perendaman HCl selama 30 menit pada suhu 90o C mampu menurunkan kadar unsur K dari 5,57% menjadi 2,42%, unsur Ca dari 4,23% menjadi 2,43% dan unsur Fe dari 4,61 menjadi 3,69%. Sedangkan pada proses kalsinasi pada temperature 500° C tidak memberikan perubahan yang signifikan karena pada proses kalsinasi hanya menguapkan air dan senyawa organik serta menghidrolisis logam aluminium



Gambar 3.3. Pengaruh aktivasi terhadap kadar pengotor pada zeolit alam Lampung

C. Karakterisasi rasio Si / Al

Dari hasil karakterisasi XRF (Gambar 3.4) diperoleh ratio Si/Al. Ratio Si/Al meningkat setelah dilakukan treatment, pada perendaman dengan menggunakan larutan HF 2% hanya mampu menaikkan rasio Si/AL sebesar 0,48% hal ini mungkin disebabkan waktu pengadukan yang singkat selama 10 menit sehingga sedikit sekali Al yang larut dalam HF. Namun pada perendaman HCl 6M selama 30 menit dapat menaikkan rasio Si/Al dari 7,56% menjadi 11,28%. Hal ini dikarenakan perendaman zeolit dalam larutan HCl yang relatif pekat dan cukup lama mampu melarutkan material pengotor di dalam zeolit, selain itu terjadi proses pelepasan Al dalam kerangka menjadi Al di luar kerangka sehingga rasio Si/Al menjadi meningkat.



Gambar 3.4. Pengaruh aktivasi terhadap kadar Si / Al pada zeolit

Dealuminasi zeolit dengan fluorin akan menghasilkan $AlF_x(OH)_y$ dan dengan klorin akan menghasilkan $AlCl_x(OH)_y$. Keadaan lain yang menyebabkan rasio Si/Al meningkat adalah adanya uap air pada temperatur

kalsinasi dalam zeolit dan akan menghidrolisis atom aluminium dalam kerangka (*Al framework*) Adanya uap air pada temperatur kalsinasi, selain menghidrolisis Al dalam kerangka, juga mengakibatkan labilitas kerangka oksigen. Akibatnya atom Si berpindah ke tempat kosong yang ditinggalkan Al. Sebagai konsekuensinya ukuran unit selnya akan menyusut. Penyusutan tersebut mengakibatkan meningkatnya rasio Si/Al dan mengecilnya ukuran pori

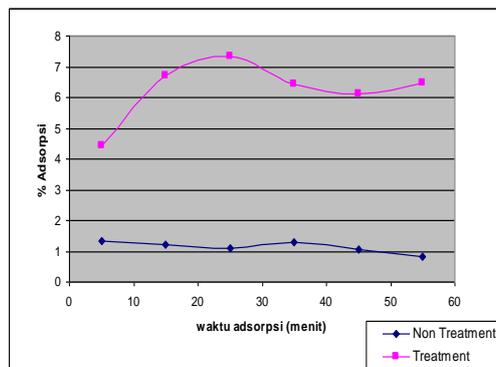
3.2 Uji Adsorpsi Gas CO

Pengujian zeolit dilakukan untuk melihat kemampuan zeolit dalam mengadsorpsi gas CO. Uji adsorpsi zeolit dilakukan pada temperatur 25°C, dengan dosis zeolit seberat 1gr. Dan laju alir yang tetap sebesar 100ml/menit. Materi seberat 1gr diisikan ke dalam kolom adsorpsi dan wol keramik dimasukkan di bagian atas dan bawah dari materinya untuk memastikan pengemasan yang baik. Materi tersebut diberi perlakuan awal pada 200°C. Materinya kemudian didinginkan sesuai dengan temperatur adsorpsi yang telah ditentukan sebelumnya. Aliran gas umpan dengan berbagai variasi konsentrasi dalam kesetimbangan, dilewatkan melewati materi didalam *Atmospheric Fixed Bed Reactor* dan keluaran dianalisis secara berkelanjutan. Laju alir gas umpan adalah 100 ml/min.

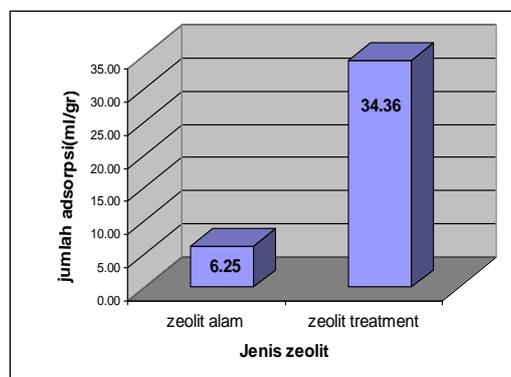
Gas keluaran dianalisis menggunakan detektor konduktivitas panas-kromatografi gas (TCD-GC) dengan kolom karbon aktif dan injektor sample yang dikontrol secara pneumatic. Percobaan dilakukan selama 1jam Percobaan ini dilakukan untuk uji masing-masing komponen *feed gas* yaitu gas CO, serta uji campuran gas CO sehingga didapatkan efisiensi penyerapan gas CO. Efisiensi penyerapan yaitu selisih konsentrasi awal dan akhir gas CO dibandingkan dengan konsentrasi awal gas CO.

3.2.1 Uji adsorpsi CO oleh zeolit sebelum dan sesudah *treatment*

Pada uji adsorpsi ini dilakukan untuk membandingkan kemampuan zeolit alam dan zeolit yang sudah dilakukan *treatment*, untuk mengadsorpsi gas CO. Sehingga dapat diketahui sejauh mana pengaruh *treatment* pada zeolit untuk mengadsorpsi gas CO. Adapun ukuran partikel zeolit sebelum dan sesudah dilakukan *treatment* yaitu 50µ dengan laju alir gas CO awal sebesar 10%.



Gambar 3.5 Efisiensi adsorpsi CO setelah dan sebelum *treatment*



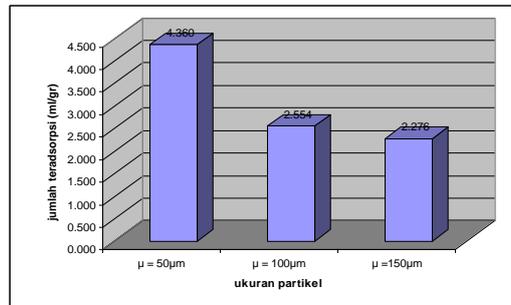
Gambar 3.6 Kapasitas penyerapan zeolit pada gas CO selama 55 menit

Dari Gambar 3.5 dan 3.6 dapat kita lihat bahwa *treatment* berpengaruh cukup signifikan pada proses adsorpsi gas CO, terlihat adsorpsi CO oleh zeolit alam sebelum *treatment* selama 55 menit hanya mampu menyisihkan gas CO rata rata sebesar 1,14%, maka selama 55 menit mampu menyerap 6,25ml gas CO, sedangkan zeolit alam yang telah dilakukan *treatment* dapat mengadsorpsi gas CO rata rata sebesar 6,25%. Maka

selama 55 menit mampu menyerap sebanyak 34,36 ml gas CO. Zeolit yang telah dilakukan *treatment* memiliki daya adsorpsi yang lebih baik dibandingkan yang belum dilakukan *treatment*. Hal ini dikarenakan pada zeolit yang telah di *treatment* terjadi pelepasan zat pengotor di dalam pori pori zeolit sehingga pori pori yang semula berisi zat pengotor dapat mengadsorpsi gas CO.

3.2.2 Pengaruh ukuran partikel dengan laju alir gas CO sebesar 1%

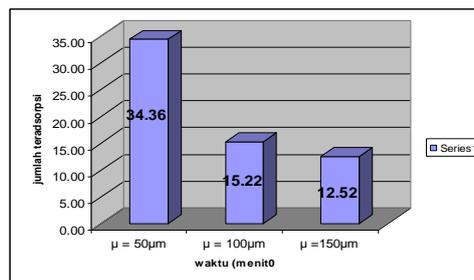
Pada percobaan ini laju alir gas CO adalah 1% dengan total aliran 100ml/menit. Terlihat dalam Gambar 3.7 dibawah ini menunjukkan pengaruh ukuran partikel terhadap penyerapan gas CO. Zeolit dengan ukuran 50 μ m mempunyai kemampuan menyerap gas CO relatif lebih banyak dibandingkan dengan zeolit ukuran 100 μ m dan 150 μ m. Dan dalam gambar 4.10 menunjukkan penyerapan zeolit pada gas CO selama 55 menit, laju penyerapan rata-rata untuk zeolit 50 μ m adalah 7,93% maka selama 55 menit mampu menyerap 4,36 ml CO



Gambar 3.7 kapasitas penyerapan zeolit pada gas CO selama 55 menit (konsentarsi CO 1%)

3.2.3 Pengaruh ukuran partikel dengan laju alir gas CO sebesar 10%

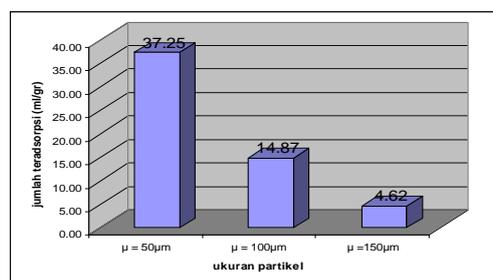
Pada percobaan ini laju alir gas CO adalah 10% dengan laju alir total 100 ml/menit. Terlihat pada Gambar 3.8 dibawah ini menunjukkan pengaruh ukuran partikel terhadap penyerapan gas CO dengan laju alir 10 ml/menit dan kapasitas penyerapan zeolit terhadap gas CO. Zeolit dengan ukuran 50 μ m mempunyai kemampuan menyerap gas CO relatif lebih banyak dibandingkan dengan zeolit ukuran 100 μ m dan 150 μ m. Fenomena yang terjadi hampir sama dengan menggunakan laju alir 1% CO. Dimana zeolit ukuran 50 μ m mempunyai kemampuan menyerap CO lebih banyak dibandingkan ukuran partikel yang lainya. Daya serap total selama 55 menit prose penyerapan gas CO masing-masing zeolit 50 μ m, 100 μ m dan 150 μ m adalah 34,36ml, 15,22ml, dan 12,52ml



Gambar 3.8 kapasitas penyerapan zeolit pada gas CO selama 55 menit (konsentarsi CO 10%)

3.2.4 Pengaruh ukuran partikel dengan laju alir gas CO sebesar 17%

Pada percobaan ini laju alir gas Co adalah 17%, dengan total laju alir 100 ml/menit. Terlihat pada Gambar 3.9 menunjukkan pengaruh ukuran partikel terhadap gas CO dengan laju alir 17ml/menit dan kapasitas penyerapan zeolit.

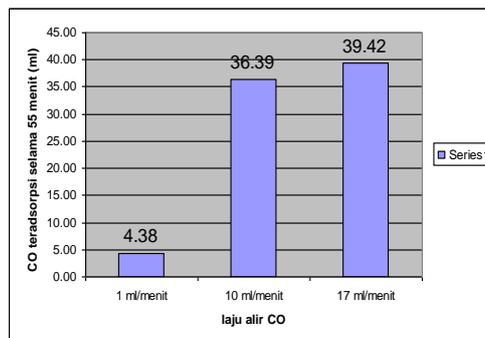


Gambar 3.9 kapasitas penyerapan zeolit pada gas CO selama 55 menit (konsentarsi CO 17%)

Zeolit dengan ukuran $50\mu\text{m}$ mempunyai kemampuan menyerap gas CO relatif lebih banyak dibandingkan dengan zeolit ukuran $100\mu\text{m}$ dan $150\mu\text{m}$. Hal ini dikarenakan ukuran partikel yang lebih kecil memiliki luas kontak yang lebih besar, sehingga dapat mengadsorpsi CO lebih banyak dibandingkan dengan ukuran partikel yang lebih besar. Karena laju adsorpsi sebanding dengan luas kontak adsorben semakin besar luas kontak adsorben maka laju adsorpsi juga akan semakin besar.

4.3.4 Pengaruh laju alir

Pada pembahasan berikut ini adalah untuk melihat pengaruh laju alir (komposisi) terhadap daya serap zeolit pada gas CO. Pada gambar 3.13, 3.14, dan 3.15 di bawah ini menunjukkan bahwa ukuran partikel $50\mu\text{m}$ memiliki daya serap lebih tinggi untuk laju alir manapun. Semakin meningkatnya laju alir semakin meningkat juga umpan yang masuk, maka akan meningkatkan kapasitas penyerapan zeolit, karena dengan semakin besarnya laju alir memperbanyak kontak gas CO dengan partikel zeolit sehingga kapasitas gas CO yang teradsorpsi lebih besar



Gambar 3.10 kapasitas penyerapan zeolit pada gas CO selama 55 menit (ukuran partikel $50\mu\text{m}$)

4 Kesimpulan

Kesimpulan yang bias diambil dari penelitian ini adalah :

1. Hasil karakterisasi dengan menggunakan BET yaitu Zeolit alam sebesar $46,13\text{ m}^2/\text{gr}$. Zeolit setelah dilakukan treatment sebesar $42,25\text{ m}^2/\text{gr}$.
2. Aktivasi zeolit alam dapat meningkatkan rasio Si / Al, dari 7,56 menjadi 12,15.
3. Aktivasi zeolit mampu meningkatkan efisiensi adsorpsi dalam mengadsorpsi gas CO dari 1,14% menjadi 6,25%. pada konsentrasi awal CO 10% dan ukuran partikel $50\mu\text{m}$
4. Ukuran partikel mempunyai pengaruh terhadap daya serap zeolit pada gas CO, ukuran partikel $50\mu\text{m}$ mempunyai daya serap lebih banyak dibandingkan partikel zeolit untuk ukuran $100\mu\text{m}$ dan $150\mu\text{m}$
5. Laju alir gas CO mempunyai pengaruh yang signifikan pada daya serap zeolit terhadap gas CO, semakin kecil laju alir presentase penyerapan meningkat. Tetapi jumlah gas CO yang paling banyak terserap diperoleh pada laju alir 17% dengan ukuran partikel $50\mu\text{m}$

Daftar Pustaka

- (1) Bird, Tony. (1987). *Kimia Fisika untuk Universitas*. Jakarta: Gramedia.
- (2) Dennis, Jerry (1997) *Eliminasi Sox dengan CuO / Zeolit Alam: Preparasi CuO / Zeolit alam dengan metode Presipitasi dan karakterisasinya*. . Skripsi Departemen Teknik Gas dan petrokimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- (3) Hull T. Richard and Keith T. Paul (2007). "Bench-scale assesment of combustion toxiccity- Acritical analysis of current protocols", Elsevier
- (4) Jadhav, P.D., S.S Rayalu, S. Devota. (2007). "CO₂ emission and its mitigation by adsorption on zeolites and activated carbon," Current Science, Vol 92, No. 6.
- (5) Wang, Wei, Zhang He Ping dan Wan Yu Tian. (2007). "Experimental Study on CO₂/CO of Typical Lining Materials in Full-Scale Fire Test". Chinese Science Bulletin, Springer-Verlag.
- (6) Xie, Youchang, Jiaping Zhang, Jianguo Qiu, dan Ge Yang. (1996). "Zeolites Modified by CuCl for Separating CO from Gas Mixtures Containing CO₂". Netherland: Kluwer Academic Publisher.
- (7) Xu, Yang, Jian Hua Zhu, Li Li Ma, An Ji, Yi Lun Wei, dan Xi Yong Shang. (2003). "Removing Nitrosamines from Mainstream Smoke of cigarettes by Zeolites". Elsevier Science Inc.