

PEMBUATAN ZEOLIT SINTESIS Y DARI ABU SEKAM PADI : PENGARUH SUHU DAN KANDUNGAN SILIKAT

Didi Dwi Anggoro, Ditya Ayudya Meyta Putrie dan Rossita Widhiastuty

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro Semarang
Jl. Prof. Soedarto, Kampus Tembalang, Semarang 50239
Telp. (024) 7460058, Fax. (024) 7460058, E-mail: anggoro@alumni.undip.ac.id

Abstrak

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 sintesis. Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh suhu kristalisasi dan berat silikat dalam pembuatan katalis zeolit sintesis Y dari abu sekam padi. Komposisi bahan yang digunakan untuk membuat zeolit Y dari abu sekam padi yaitu 20 Na₂O : Al₂O₃ : 20 SiO₂ : 600 H₂O. Dalam penelitian ini ditetapkan variabel yaitu suhu kristalisasi 54°C, 90°C, 125°C dan variabel berat Silika 2,3gr, 20gr, 37,6gr dengan waktu kristalisasi 48 jam. Setelah itu produk dianalisa dengan X-Ray Diffraction (XRD) dan analisa Surface Area. Dari analisa akan didapatkan struktur, kemurnian dan ukuran pori kristal zeolit sintesis Y. Kondisi terbaik untuk sintesa zeolit Y dari abu sekam padi adalah pada suhu kristalisasi 54°C selama 48 jam.

Kata kunci : zeolit Y; abu sekam padi; suhu; silika.

Abstract

Rice husk is a natural resource which can be innovated which is existence very abundance in Indonesia. While it's ash if burned at 600-700°C will produce silica which is an important compound in making of zeolite. The purposes of this research are to study temperature influence and silica weight in making of synthetic zeolite Y catalyst from rice husk ash. The material composition to make zeolite Y is 20 Na₂O : Al₂O₃ : 20 SiO₂ : 600 H₂O. In this research specified variable is crystallization temperature 54°C, 90°C, 125°C and variable silica weight 2,3 gr, 20 gr, 37,6 gr with crystallization time 48 hour. The product is characterized by using X-Ray Diffraction (XRD) and Surface Area Analysis. Structure, crystal purity and pore area of zeolite Y synthetic will be obtained from analysis. Best condition for the synthesis of zeolite Y from rice husk ash is at the temperature of crystallization 54°C for a period of 48 hours.

Keyword : Rice husk ash; silica.

Pendahuluan

Di industri – industri kimia, katalis merupakan salah satu kebutuhan pokok dalam proses produksi. Katalis yang berfungsi untuk mempercepat atau memperlambat terjadinya reaksi merupakan kunci penting dalam selektifitas yaitu menghasilkan produk agar sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan. Untuk mencukupi kebutuhan katalis tersebut dibutuhkan impor katalis dari luar negeri, karena katalis yang tersedia di dalam negeri tidak mencukupi kebutuhan industri kimia yang ada. Oleh karena ketergantungan katalis impor yang cukup tinggi, maka perlu dilakukan penelitian untuk mencari sumber alternatif baru sebagai bahan baku pembuatan katalis terutama dari sumber daya alam yang dapat diperbaharui.

Sekam padi merupakan sumber daya alam yang dapat diperbaharui di mana keberadaannya sangat melimpah di Indonesia. Akan tetapi selama ini pemanfaatannya sangat terbatas dan bahkan hanya menjadi limbah pertanian yang tidak diinginkan. Selama ini hanya ditimbun lalu dibakar di penggilingan. Abunya digunakan sebagai abu gosok untuk keperluan rumah tangga. Selain itu pembakaran di lapangan terbuka akan memberikan dampak negatif terhadap lingkungan yaitu pencemaran udara.

Pada hal di dalam abu sekam padi hasil kalsinasi atau pemanasan pada suhu yang relatif tinggi terkandung senyawa-senyawa yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia. Diantaranya adalah silikat yang merupakan senyawa terbesar penyusun abu sekam padi. Kandungan silikat dalam abu sekam padi sangat tinggi, yaitu ± 96,6 %. Dan senyawa inilah yang berperan sebagai katalis tersebut (Houston, 1971).

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Szostak R, 1989). Struktur zeolit terdiri dari unit-unit tetrahedral AlO_4 dan SiO_4 yang saling berhubungan melalui atom O 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. Dalam penelitian ini menggunakan sekam padi sebagai bahan baku pembuatan zeolit sintesis.

Untuk mengurangi impor katalis tersebut maka pada penelitian ini akan mencoba mensintesis zeolit. Dengan demikian ketergantungan katalis impor dapat dikurangi sehingga dapat meningkatkan devisa negara karena penghematan biaya impor serta dapat memberikan nilai tambah yang lain yaitu meningkatkan pendapatan petani pasca panen karena sekam padi dapat dijual dengan harga yang lebih tinggi.

Bahan dan Metode Penelitian

- Bahan
 1. Sekam padi
 2. NaOH
 3. Sodium Aluminat
 4. Aquades
 5. Zeolit Y komersial
- Alat
 1. Autoclave
 2. Beaker glass
 3. pH meter
 4. Kertas saring
 5. Termometer
 6. Oven
 7. Saringan penghisap
 8. Cawan porselen
- Variabel
 - a. Kandungan Silikat
 - Variabel tetap : suhu 90 °C.
 - Variabel berubah : berat silikat 2,3 gram, 20 gram, 37,6 gram.
 - b. Suhu kristalisasi
 - Variabel tetap : berat silikat 20 gram.
 - Variabel berubah : suhu 54°C, 90 °C, 125 °C.
- Prosedur kerja:
 1. Ekstraksi silika dari abu sekam padi

Untuk menghasilkan silika amorf yang akan digunakan untuk sintesis zeolit HY dilakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi (Halimaton, Hamdan,1996). Larutan Sodium silikat didapatkan dengan cara mencampurkan abu sekam padi dengan NaOH dan aquades yang dipanaskan pada suhu tertentu selama beberapa jam dengan pengadukan. Larutan Sodium silikat yang dihasilkan kemudian disaring dan residunya dicuci beberapa kali. Filtratnya kemudian diambil.
 2. Sintesis Zeolit HY

Metode pembuatan zeolit Y mengacu pada metode patent Breck, 1964 (U.S 3.130.007), sebagai berikut :

 - a. 7 gram Sodium aluminat yang mengandung 30 % berat Na_2O , 46,6 % berat Al_2O_3 dan 23,4 % berat H_2O ditambah 21 gram NaOH kemudian dilarutkan dalam 280 ml aquades. Larutan ini ditambahkan ke dalam 100 gram larutan silika sesuai variabel.
 - b. Campuran kemudian diaduk dengan magnetic stirrer selama 48 jam pada suhu kamar (tahap penuaan). Setelah itu larutan dikristalisasi sesuai dengan variabel.
 - c. Hasil kristalisasi disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH 10-10,5. Lalu dikeringkan pada suhu 100°C. Produk dianalisa menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dan *Surface Area Analysis*.
 3. Karakterisasi Zeolit Y

Peralatan XRD di MIPA UGM menggunakan merk Shimadzu dengan $CuK\alpha$ radiation ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$) pada 40 kV and 30 mA diamati dengan range 2θ antara 2° to 60° kecepatan pengamatan 4° per menit. Kemurnian kristal (*crystallinity*) dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas atau luas dari beberapa puncak (*peak*) yang besar dari zeolit Y hasil sintesis dengan zeolit Y standart atau komersial (Skeels, dkk, US Paten 5100644), seperti persamaan berikut:

$$X\text{-ray Kristallinitas} = \frac{\text{Intensity of peak hkl of sample}}{\text{Intensity of peak hkl of standard}} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

Dengan difractogram XRD dapat juga dihitung panjang unit cell dari kristal zeolit, yaitu menggunakan indikator Miller (hkl) yang merupakan fungsi 2θ dimana θ adalah sudut difraksi (diffraction angle), seperti persamaan berikut:

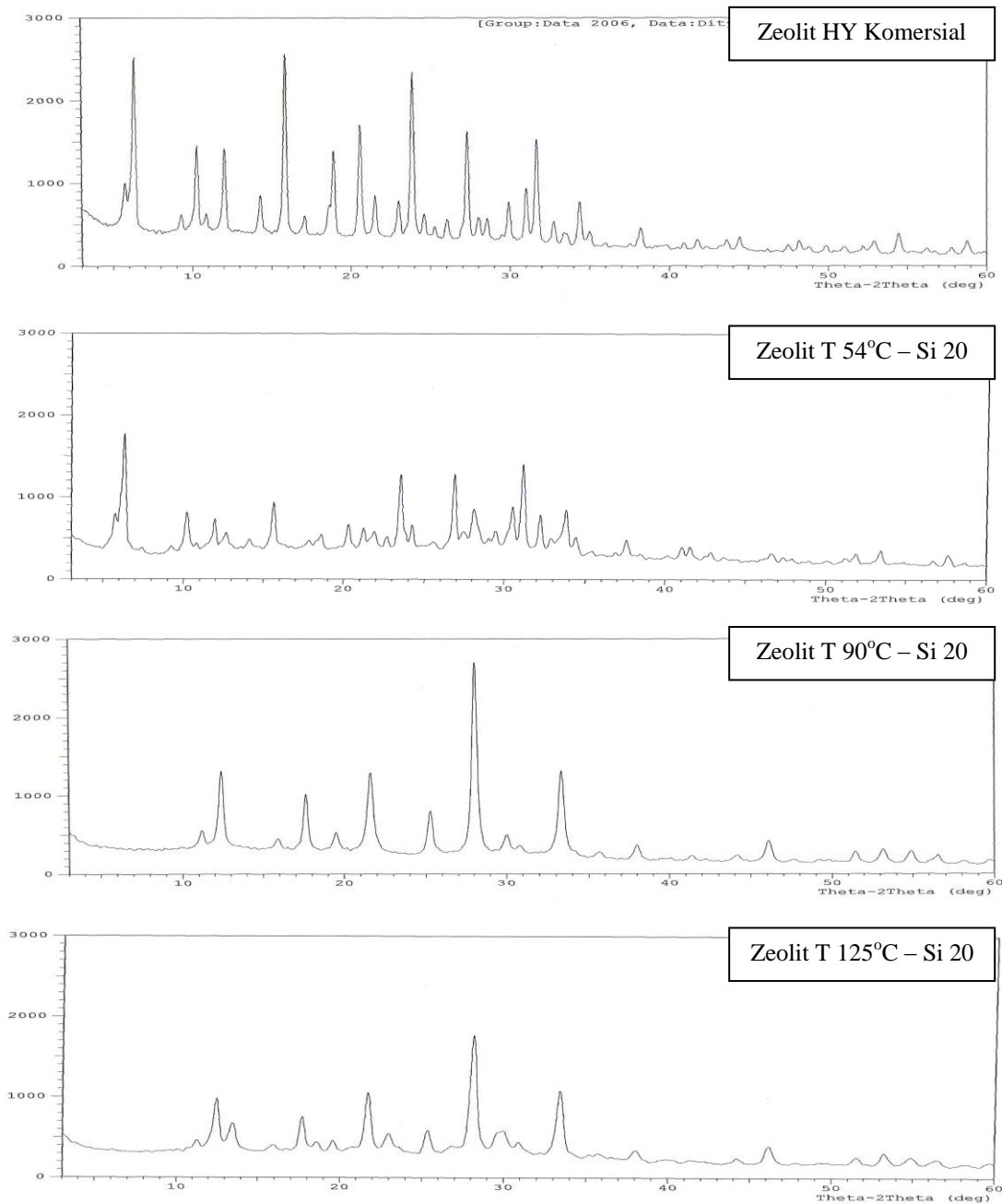
$$\text{Unit cell} = n \lambda / 2 \sin \theta \dots\dots\dots (2)$$

Dimana λ adalah panjang gelombang $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$), dan n adalah bilangan bulat dari $(h k l)$, serta adalah besarnya θ peak dari $(h k l) = (n 0 0), (0 n 0), (0 0 n)$ dimana $n = 1, 2, 3, 4, \dots$ (Glusker and Rueblood, 1972).

Hasil dan Pembahasan

1. Pengaruh suhu kristalisasi

Pengaruh suhu kristalisasi pada pembuatan zeolit Y ditentukan dengan menggunakan variabel suhu kristalisasi, yaitu: 54°C , 90°C , 125°C pada waktu kristalisasi 48 jam. Hasil dari sintesa zeolit Y didapatkan zeolit Y sebanyak 10-11 gram. Sedangkan hasil difraktogram dari analisa X-Ray Diffraction disajikan pada Gambar 1.



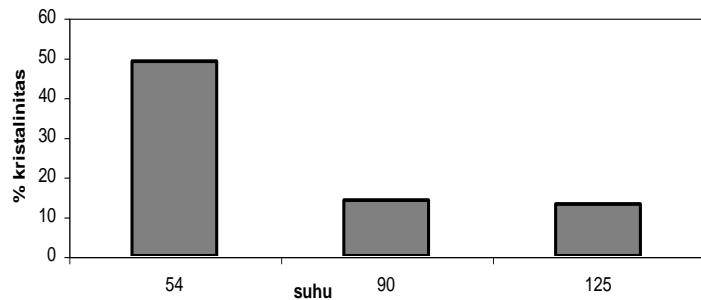
Gambar 1. Diffraktogram dari zeolit Y komersial dan 3 sampel hasil sintesa

Dari diffraktogram analisa XRD pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa hasil sintesa zeolit dari abu sekam padi telah dapat menghasilkan zeolit HY, tetapi struktur kristal zeolit hasil sintesa pada suhu 90°C dan

125°C berbeda sedikit dengan suhu 54°C. Hal ini ditunjukkan difraktogram pada suhu 90°C dan 125°C tidak mempunyai puncak (peak) pada $2\theta = 5^\circ - 6^\circ$. Adapun hasil perhitungan besarnya unit cell dan kristalinitas dari zeolit Y komersial dan sampel zeolit hasil sintesa ditabulasikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Unit cell dan kristalinitas dari sampel zeolit

| Zeolit | Unit Cells (Å) | Kristalinitas(%) | Surface Area (m ²) | Ukuran Pori (10 ⁻³ m ² /gr) |
|-------------|----------------|------------------|--------------------------------|---|
| Y komersial | 24,6 | 100 | 7,238 | 4512 |
| 54 °C/20 gr | 25,4 | 49 | 41,215 | 7508 |
| 90 °C/20 gr | 24,4 | 14 | 2,259 | 2270 |
| 125°C/20 gr | 24,4 | 13 | 2,557 | 3533 |



Gambar 2. Grafik Hubungan Suhu terhadap % Kristalinitas

Tabel 1 menunjukkan bahwa besar *unit cells* dari semua sample zeolit hasil sintesa sama dengan zeolit Y komersial (24 - 25 Å). Dengan tidak berubahnya harga *unit cells*, dapat disimpulkan perubahan suhu kristalisasi tidak berpengaruh pada besarnya *unit cells* dari semua zeolit hasil sintesa.

Pada Gambar 2 derajat kristalinitas dari sampel zeolit hasil sintesa pada suhu 54°C selama 48 jam menunjukkan tertinggi (49%) dibandingkan sampel zeolit hasil sintesa lainnya. Hal ini menunjukkan bahwa suhu kristalisasi sangat mempengaruhi derajat kristalinitas dari sintesa zeolit (Scherzer, 1990). Sedangkan dari hasil Analisa Surface Area, suhu 54°C merupakan suhu yang paling baik. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran pori-pori dan kristalnya paling kecil dibandingkan dengan suhu yang lain termasuk zeolit Y komersial, tetapi data ini tidak dapat menunjukkan jenis kristal yang terkandung di dalamnya.

2. Pengaruh Kandungan Silikat

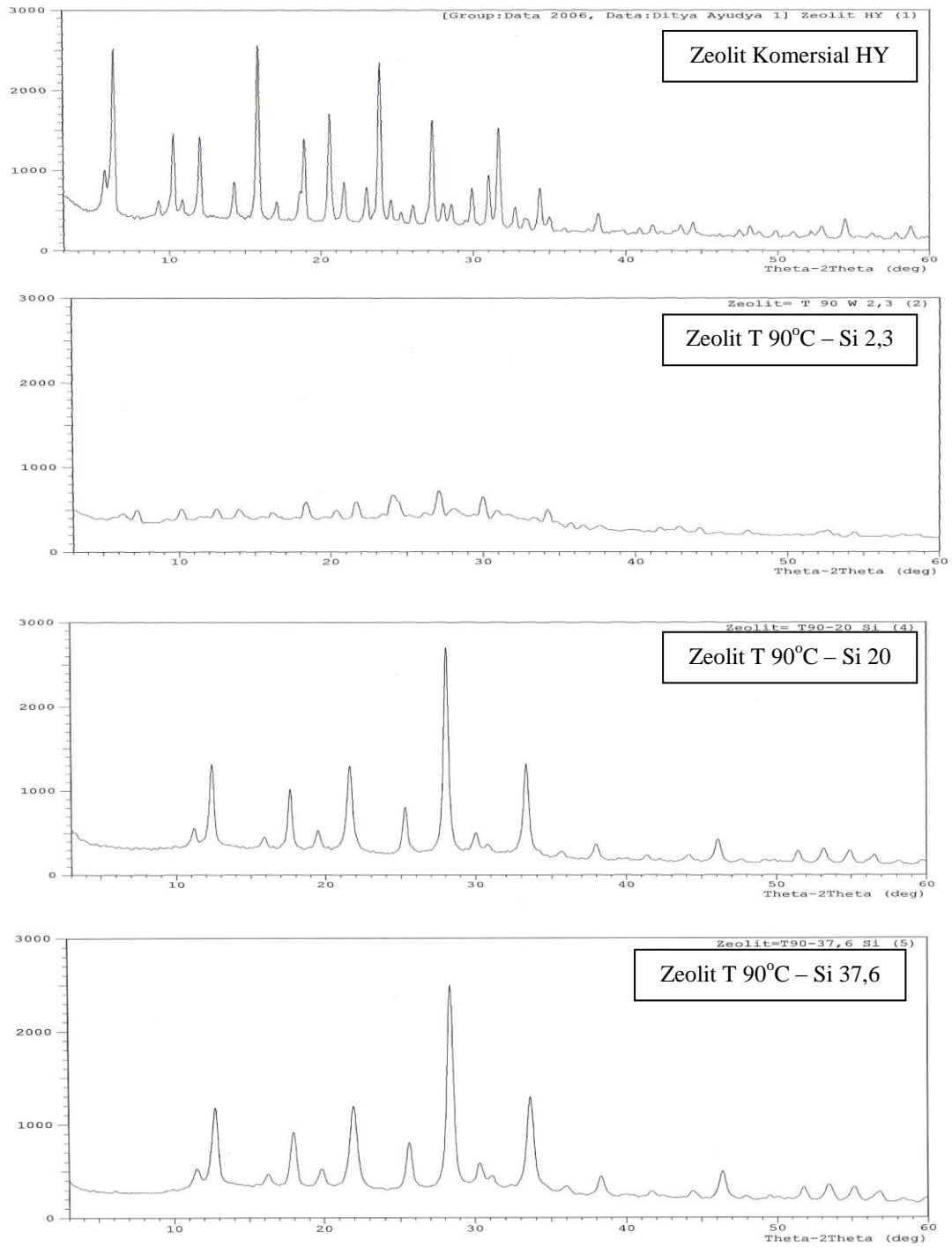
Pengaruh kandungan silika pada pembuatan zeolit Y ditentukan dengan menggunakan variabel berat silika, yaitu: 2.3 gr, 20 gr dan 37.6 gr. Hasil dari sintesa zeolit Y didapatkan zeolit Y sebanyak 10 – 11 gr. Sedangkan hasil difraktogram dari analisa XRD disajikan pada Gambar 3.

Difraktogram analisa XRD pada Gambar 3 memperlihatkan bahwa hasil sintesa zeolit dari abu sekam padi telah dapat menghasilkan zeolit Y, tetapi struktur kristal zeolit hasil sintesa pada berat silika 2.3 gr berbeda sedikit dengan berat silika 20 gr dan 37.6 gr. Hal ini ditunjukkan difraktogram pada berat silika 20 gr dan 37.6 gr tidak mempunyai puncak (peak) pada $2\theta = 5^\circ - 6^\circ$. Adapun hasil perhitungan besarnya unit cell dan kristalinitas dari zeolit Y komersial dan sampel zeolit sintesa ditabulasikan pada Tabel 2.

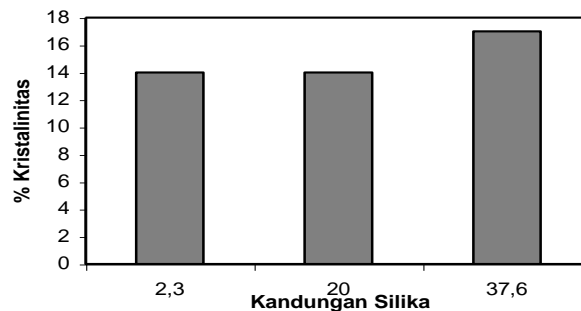
Tabel 2. Unit cell dan kristalinitas dari sampel zeolit

| Zeolit | Unit Cells (Å) | Kristalinitas (%) | Surface Area (m ²) | Ukuran Pori (10-3 m ² /gr) |
|---------------|----------------|-------------------|--------------------------------|---------------------------------------|
| Y komersial | 24,6 | 100 | 7,238 | 4512 |
| 90 °C/2.3 gr | 24,6 | 14 | - | - |
| 90 °C/20 gr | 24,4 | 14 | 2,259 | 2270 |
| 90 °C/37.6 gr | 25,3 | 17 | 1,434 | 1003 |

Tabel 2 menunjukkan bahwa besar *unit cells* dari semua sample zeolit hasil sintesa sama dengan zeolit Y komersial (24 - 25 Å). Dengan tidak berubahnya harga *unit cells*, dapat disimpulkan perubahan berat silika tidak berpengaruh pada besarnya *unit cells* dari semua zeolit hasil sintesa.



Gambar 3. Diffraktogram dari zeolit Y komersial dan 3 sampel analisa



Gambar 4. Grafik Hubungan Kandungan Silika terhadap % Kristalinitas

Pada gambar 4 derajat kristalinitas dari sampel zeolit hasil sintesa pada berat silika 37.6 gr menunjukkan lebih tinggi (17%) daripada sampel zeolit hasil sintesa dengan berat silika 2,3 gr (14%) dan 20 gr (14%) sehingga disimpulkan bahwa dengan bertambahnya berat silika maka derajat kristalinitasnya semakin besar. Hal ini dikarenakan sebagian besar silikat masuk ke zeolit framework. Jadi, berat silika juga sangat mempengaruhi derajat kristalinitas dari sintesa zeolit (Scherzer, 1990). Sedangkan dari hasil analisa Surface Area menunjukkan bahwa pada suhu 90°C dan berat silikat 20 gr merupakan yang paling baik.

Kesimpulan

Dari hasil percobaan sintesa zeolit Y dari abu sekam padi dan hasil analisa menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan Surface Area Analysis dapat ditarik beberapa kesimpulan, yaitu

- Abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika untuk membuat zeolit Y.
- Suhu kristalisasi dan berat silikat tidak berpengaruh pada ukuran *unit cells* zeolit Y hasil sintesa.
- Suhu kristalisasi dan berat silikat berpengaruh pada derajat kristalinitas zeolit Y hasil sintesa.
- Kondisi 54°C dan Si 20 gr menghasilkan zeolit Y dengan kemurnian dan sifat asam yang terbaik.

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dirjen Dikti, Departemen Pendidikan Nasional yang telah membiayai penelitian ini melalui DIPA Nomor SP: 0145.0/023-04.0/-/2006.

Daftar Pustaka

- Breck, D.W. and Tonawan, N.Y, 1964, “*To Union Carbide Corporation*”, U.S Patent No. 3.130.300.
- Glusker, J.P and Trueblood, K.N, 1972, “*Crystal Structure Analysis: A Primer*”, New York, Oxford University Press
- Halimaton Hamdan, 1996, “*Si MAS NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica For The Synthesis of Zeolites*”, Journal of Non-Crystalline Solids, Elsevier.
- Houston, D.F., 1971, “*Rice, Chemistry and Technology*”, Vol IV, American Association of Cereal Chemist Inc, St Paul, Minnecota, pp. 245.
- Scherzer J., 1990, “*Octane – Enhancing Zeolitic FCC Catalysis*”, Marcel Dekker.Inc, pp. 356.
- Szostak R, 1989, “*Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identification*”, Van Nostrand Reinhold Catalysis Series. Elseiver

DATA PRIBADI PENYAJI MAKALAH
Seminar Nasional Teknik Kimia “Kejuangan” 2007

- Nama : 1. Ir. Didi Dwi Anggoro, M.Eng, PhD
2. Ditya Ayudya Meyta Putrie
3. Rossita Widhiastuty
- Tempat, Tanggal Lahir : 1. Jakarta, 14 November 1967
2. Semarang, 11 Mei 1985
3. Semarang, 6 April 1985
- Pendidikan : 1. S-1 : Teknik Kimia Universitas Diponegoro (1991)
S-2 : Teknik Kimia Universiti Teknologi Malaysia (1998)
S-3 : Teknik Kimia Universiti Teknologi Malaysia (2003)
2. Mahasiswa S1 Teknik Kimia Universitas Diponegoro
3. Mahasiswa S1 Teknik Kimia Universitas Diponegoro
- Alamat : Instansi : Jurusan Teknik Kimia FT UNDIP
Jl. Prof. Soedarto SH, Tembalang, Semarang
- Rumah : 1. Jl. Stonen Utara I No.8 Sampangan Semarang
2. Jl. Merbau I No.62 Banyumanik Semarang
3. Jl. Bukit Putra I No.5 Bukit Sari Semarang