

SINTESIS KATALIS BERBASIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE

by Sriatun Sriatun

Submission date: 22-Feb-2020 06:08AM (UTC+0700)

Submission ID: 1261726781

File name: SINTESIS_KATALIS_BERBASIS_SILIKA_ALUMINA_DARI_BAGASSE.pdf (376.4K)

Word count: 2757

Character count: 15331

SINTESIS KATALIS BERBASIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE

Sriatun¹, Taslimah¹, Linda Suyati¹
Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Matematika Universitas Diponegoro
e-mail: sriatun71@gmail.com

Abstract

It has been synthesized of catalyst based on silica alumina from bagasse. Bagasse was ashed at 700 °C for 4 hours. Silica was extracted by sodium hydroxide 6 M. After that, the sodium silicate was added by sodium aluminate. In this research, there were two variables, (1) time of crystallization/hydrothermal 3 and 7 days and (2) ratio of Si/Al (v/v) 1, 15, 25, 50. The datas of AAS showed that sodium silicate solution containing about 70,83% of Si and 1,04% of Al. Futhermore, from FTIR datas it has known the strongest absorbance at wavenumber 900-1000 cm^{-1} , and 630-670 cm^{-1} both of them as symetri and asymetri vibrations of zeolite framework. The bending vibration occurred at 430-470 cm^{-1} , the double ring at 520-560 cm^{-1} , pore opening at 300-420 cm^{-1} . The datas indicated that the kind of product is zeolit. Based on XRD diffractogram, product had high crystalinity, where as it was important catalyst parameter. The increasing of ratio Si/Al (v/v) from 1 to 15, caused the changing of product composition. But the preferment of ratio Si/Al (v/v) on 25 and 50 was no appear on product composition.

Key words: catalyst, silica alumina, ratio of Si/Al, bagasse

Abstrak

Telah dilakukan sintesis katalis berbasis silika alumina dari bagasse. Bagasse diabukan pada suhu 700°C selama 4 jam. Untuk mengekstraksi Si, abu tersebut dilarutkan dalam NaOH 6 M. Ekstrak silikat yang diperoleh direaksikan dengan Natrium aluminat. Sebagai variable bebas adalah waktu kristalisasi yaitu 3 dan 7 hari dan variasi rasio Si/Al (v/v) 1,15,25,50. Hasil analisis AAS menunjukkan kadar Si dalam ekstrak abu bagasse mencapai 70,83% sedangkan kadar Al 1,04%. Data FTIR menunjukkan serapan sangat kuat pada daerah 900-1000 cm^{-1} dan 630-670 cm^{-1} merupakan vibrasi asimetri dan simetri framework suatu zeolit yang merupakan silika alumina berstruktur tiga dimensi, 430-470 cm^{-1} adalah vibrasi tekuk sedangkan vibrasi double ring terdapat pada 520-560 cm^{-1} . Puncak-puncak tajam difraktogram produk mengindikasikan sifat kristalin tinggi yang merupakan parameter penting suatu katalis. Perbedaan rasio Si/Al (v/v) menyebabkan perbedaan komposisi produk sintesis.

Kata kunci: katalis, silika alumina, rasio Si/Al, bagasse

PENDAHULUAN

Bagasse (ampas tebu) adalah hasil samping dari proses ekstraksi cairan tebu. Menurut Indriani dan Sumiarsih dalam Anwar (2012) penggilingan tebu dapat menghasilkan 35-40% bagasse. Kumia (2010) juga mengungkapkan bahwa potensi bagasse di Indonesia menurut Pusat Penelitian Perkebunan Gula Indonesia tahun 2008 adalah cukup besar dengan komposisi limbah cair 52,9 %, blotong 3,5 %, ampas/bagasse 32 %, tetes 4,5 %, gula 7,05 % dan abu 0,1 %.

Secara umum bagasse mengandung kadar air 52,67%, C-organik 55,89%, N-total 0,25%, P₂O₅ 0,16% dan K₂O 0,38%. Bagasse/ampas tebu yang telah diabukan mengandung SiO₂ sebesar 64,65%

(Hanafi dan Nandang, 2010), sedangkan yang berasal dari PG. Tasik Madu Karanganyar kadar SiO₂nya 70,97% (Aida, 2010).

Penelitian sebelumnya tentang sintesis material silika alumina berjenis zeolit antara lain adalah Meier *et. Al.* (1987) tentang zeolit A, ZSM-5 (Van Koningveld *et. al.*, 1990, Kordatos, *et al.*, 2007, Yoo, *et al.*, 2011)), ZSM-48 (Schlenker *et. al.*, 1985), faujasit (Olson *et al.*, 1970), AlPO₄-8 (Dessau *et al.*, 1990), VPI-5 (Davis *et al.*, 1988), kloverit (Estermann *et al.*, 1991), zeolit Y (Faghihian *et al.*, 2009 dan Jatuporn, *et al.*, 2008). Sementara itu, Okonkwo *et al.* (2010) telah memanfaatkan bagasse untuk membuat selulosa nanofiber dengan porositas tinggi. Sampai

saat ini penelitian tentang pemanfaatan bagasse sebagai bahan untuk membuat material katalis silika alumina kristal belum berkembang. Sementara itu penggunaan bahan alam anorganik seperti silika alumina/zeolit alam mempunyai keterbatasan karena tidak dapat diperbarui sehingga semakin lama akan habis. Selain itu zeolit alam juga mempunyai kelemahan karena komposisi mineral yang bervariasi, ukuran pori-pori tidak seragam dan relatif kecil. Oleh karena itu penelitian tentang eksplorasi bahan alam yang dapat diperbarui (bahan hayati) untuk dikonversi menjadi material sintetis (zeolit) perlu dilakukan.

Dari informasi di atas diketahui bahwa kadar silika pada bagasse mempunyai potensi untuk diekstraksi. Selanjutnya pada penelitian ini, silika tersebut dimanfaatkan untuk membuat material sintetis dalam hal ini adalah katalis dengan penambahan alumina (Al_2O_3) untuk memperoleh material silika alumina.

METODOLOGI PENELITIAN

1. Ekstraksi silikat dari bagasse

Sampel bagasse dibakar sampai terbentuk arang kemudian diabukan pada temperatur 700°C selama 4 jam. Sebanyak 96 gram abu ukuran 100 mesh direaksikan dengan larutan NaOH 6 M, hasilnya disaring sehingga diperoleh filtrat natrium silikat. Penentuan kadar silika (SiO_2) dan alumina lainnya dalam abu maupun filtrat ditentukan dengan AAS.

2. Sintesis katalis silika alumina

Sintesis dilakukan pada wadah teflon tertutup pada temperatur 100°C selama 3 dan 7 hari. Ekstrak silikat (Na_2SiO_3) direaksikan dengan Natrium aluminat yang diperoleh dari pencampuran $\text{Al}(\text{OH})_3$, NaOH pelet dan H_2O dengan rasio (v/v) 1, 15, 25 dan 50 merupakan material awal untuk sintesis katalis berbasis silika alumina. Variabel lain seperti kecepatan pengadukan, temperatur, waktu pemeraman dibuat konstan. Produk sintesis dianalisis menggunakan FTIR dan XRD.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan silika alumina sintetis

Pada penelitian ini sampel bagasse diambil dari PG. Gondang Baru Klaten, dibakar hingga menjadi arang kemudian diabukan dalam furnace pada temperatur 700°C . Tujuan perlakuan ini untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik dan mengubah senyawa anorganik penyusun abu tersebut dalam bentuk oksida seperti SiO_2 , Al_2O_3 , MgO, CaO, Fe_2O_3 dan oksida lainnya. Peristiwa pengabuan ini mengakibatkan terjadinya perubahan

kimia pada komponen penyusun bagasse. Adapun perubahan komponennya adalah sebagai berikut:

- Bagasse sebelum pembakaran mengandung air, sisa gula, serat berupa lignin, selulosa, mikroba.
- Arang bagasse setelah pembakaran, komponen tersebut di atas dapat terurai terdekomposisi sehingga arang mengandung unsur C 47 %, H 6,5 %, O 44 % dan abu (material anorganik) 2,5 %.
- Abu setelah kalsinasi 700°C , komponen penyusunnya berupa oksida-oksida logam.

Dari data AAS diketahui bahwa kadar silika pada ekstrak 70,82% sedangkan aluminanya sebesar 1,04 %. Data ini menunjukkan bahwa peningkatan konsentrasi NaOH menjadi 6 M mampu mengekstraksi lebih banyak Si dari abu dimana hasil riset yang telah dilakukan oleh Riang dkk (2012) pengekraksian Si oleh NaOH 1M hanya mampu menghasilkan Si 15,8% dan alumina sebesar 0,023%.

Sintesis Silika Alumina

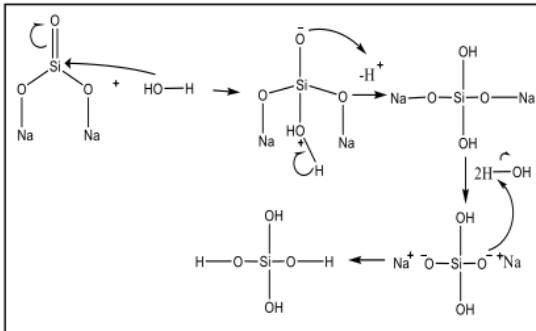
Pada penelitian digunakan NaOH pada konsentrasi tinggi yang menyebabkan pH larutan 13-14. Namun kondisi ini justru menguntungkan dalam proses sintesis silika alumina ini karena pada kondisi pH tersebut spesies $\text{Si}_4\text{O}_8(\text{OH})_4^{4-}$ dan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ akan eksis dalam konsentrasi yang cukup besar. Spesies-spesies tersebut yang berinteraksi membentuk polimer silika alumina, jadi akan mempengaruhi laju nukleisasi dan pertumbuhan kristal (Hamdan, 1992).

Parameter lain pada proses sintesis yang menentukan karakter produk adalah suhu dan waktu hidrotermal. Pengaturan suhu pada 100°C dan waktu hidrotermal/kristalisasi selama 3 dan 7 hari bertujuan untuk mengendalikan laju pembentukan dan pertumbuhan kristal silika alumina sehingga diharapkan semakin lama waktu hidrotermal maka sifat kristalinitas senyawa silika alumina yang terbentuk juga semakin baik. Waktu *ageing* (pemeraman) selama ± 30 jam pada suhu kamar setelah proses hidrotermal yang berlangsung pada suhu tinggi dimaksudkan untuk pemantapan struktur kerangka kristal (*framework*) silika alumina agar kerangka yang telah terbentuk pada proses hidrotermal tidak mudah goyah kembali dan semakin stabil.

Proses sintesis diawali dengan mereaksikan natrium silikat dan aluminat dengan perbandingan (v/v) 1,15,25,dan 50. Pada pencampuran tersebut diikuti pengadukan secara kontinyu pada suhu kamar hingga terbentuk gel. Peristiwa pembentukan gel ini menunjukkan telah terjadi proses gelasi yang merupakan awal pembentukan inti dan pertumbuhan kristal silika alumina. Monomer-monomer silikat

akan berinteraksi membentuk polimer silikat aluminat, sebelumnya natrium silikat akan bertransformasi menjadi silanol atau asam silikat ($\text{Si}(\text{OH})_4$) (Schubert and Husing, 2000).

Pada Gambar 1 terjadi pembentukan silanol oleh natrium silikat. Silanol tersebut akan menghasilkan tetrahedral silikat (SiO_4^{4-}) dengan melepaskan keempat H^+ nya. Ketika ion-ion silikat (SiO_4^{4-}) dan aluminat (AlO_4^{5-}) bergabung maka akan terbentuk polimer silika alumina.

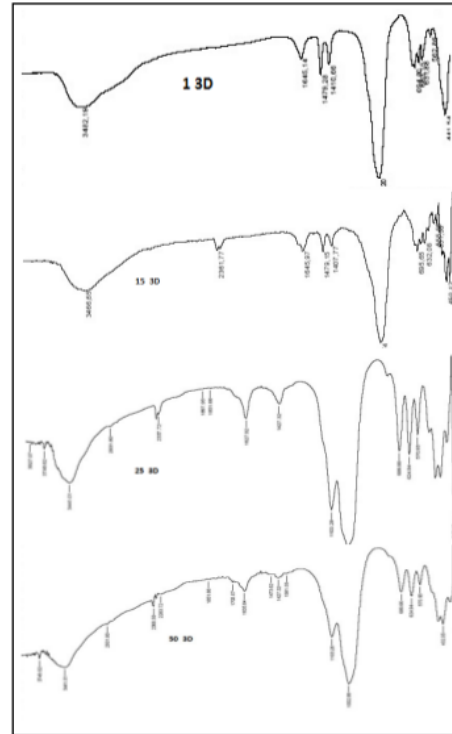


Gambar 1. Mekanisme pembentukan silanol

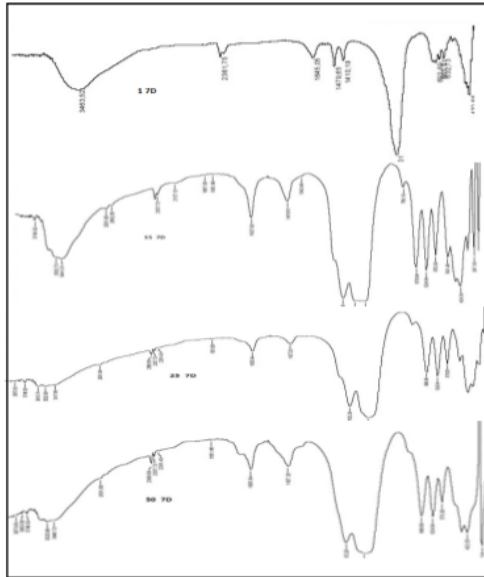
Studi FTIR produk sintesis

Untuk mengetahui pembentukan gugus-gugus fungsi pada produk sintesis dilakukan analisis menggunakan FTIR. Pola serapan spektroskopi infra red untuk material produk sintesis ini dibagi menjadi dua bagian yaitu (1) vibrasi internal struktur unit primer tetrahedral TO_4 pada daerah $900\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ serapannya sangat kuat merupakan vibrasi ulur dan $420\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekuk T-O. Vibrasi ulur berhubungan komposisi Si-Al dalam *framework* sedangkan vibrasi tekuk berkaitan dengan jalinan antar tetrahedral. (2) Vibrasi pada *pore opening*, vibrasi ini berkaitan dengan keseluruhan struktur dan penggabungan tetrahedral pada struktur unit sekunder

Pola spektra FTIR masing-masing produk dapat dilihat pada Gambar 2 dan Gambar 3. Berdasarkan pola serapannya dapat dikatakan bahwa produk menunjukkan serapan pada daerah sidik jari silika alumina berstruktur tiga dimensi atau zeolit.



Gambar 2. Spektra FTIR produk sintesis 3 hari berturut-turut rasio Si/Al (v/v) 1, 15, 25, 50



Gambar 3. Spektra FTIR produk sintesis 7 hari berturut-turut rasio Si/Al (v/v) 1, 15, 25, 50

Serapan yang menunjukkan adanya gugus $-OH$ berada di sekitar 3550 cm^{-1} . Jika munculnya serapan kurang dari daerah tersebut dimungkinkan telah terjadi desorpsi air, namun dapat terjadi adsorpsi molekul air yang ditandai serapan pada $1620-1650\text{ cm}^{-1}$ (Deepesh *et al.*, 2013). Serapan pada $520-570\text{ cm}^{-1}$ pada semua produk menunjukkan bahwa tingkat kristalinitasnya tinggi, sebagaimana yang tampak pada pola difraktogramnya. Daerah sekitar 750 cm^{-1} merupakan mode untuk jaringan 4R, sedangkan $430-460\text{ cm}^{-1}$ adalah vibrasi tekuk dan mode rotasi O-T-O).

Tabel 1 Data spektra FTIR produk sintesis selama 3 hari

Parameter	Reff (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang produk sintesis (cm ⁻¹)			
		1	15	25	50
T-O bending	458	441	450,12	347,19	432,05
Ulur	690	694	695,95	686,66	686,66
Simetri	668	663	632,68	624,94	624,94
Ulur	746	-	-	-	-
Asimetri	1060	992	999,74	1103,28	1103,28
Double ring	560	562	555,56	570,93	570,93

Tabel 2 Data spektra FTIR produk sintesis selama 7 hari

Parameter	Reff (cm ⁻¹)	Bilangan gelombang produk sintesis (cm ⁻¹)			
		1	15	25	50
T-O bending	458	432,65	424,34	432,05	432,05
Ulur	690	693,89	678,94	686,66	686,66
Simetri	668	665,51	624,94	624,94	624,94
Ulur	746	-	756,1	-	-
Asimetri	1060	998,31	1103,28	1103,28	1103,28
Double ring	560	524,63	570,93	570,93	570,93

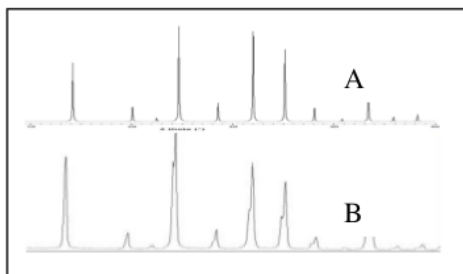
Studi XRD produk sintesis

Pola difraksi menunjukkan karakteristik suatu material. Umumnya karakteristik tersebut dicirikan oleh puncak-puncak sidik jari pada difraktogram XRD. Untuk menentukan jenis/komponen penyusunnya, difraktogram hasil dari produk penelitian ini dibandingkan dengan data referensi (Treacy and Higgins, 2001)

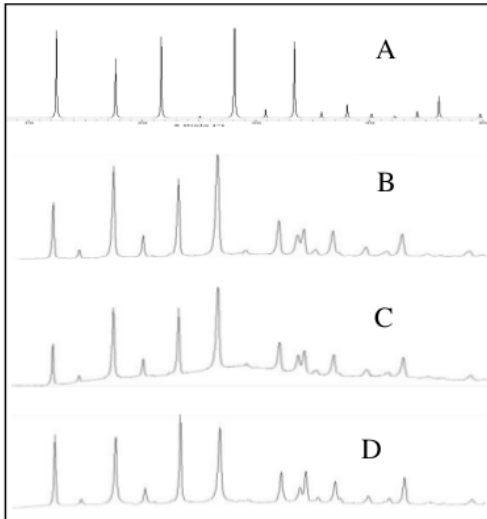
Pada gambar 4 dan 5 tampak bahwa semua produk bersifat kristalin yang ditunjukkan oleh puncak yang tajam dengan intensitas relatif tinggi. Hal ini dapat dijadikan sebagai parameter keberhasilan proses sintesis ini karena sebelumnya abu bagasse masih berupa silika amorf. Dapat diamati pula bahwa pada produk rasio Si/Al (v/v) 1 7 hari yang terdapat pada gambar 2, puncak utama terdapat pada $2\theta = 24,58 ; 14,11$ dan $31,91$ dengan intensitas mencapai 23110 counts, 18470 counts dan

17276 counts. Dengan meningkatnya rasio Si/Al (v/v) menjadi 15 terdapat pergeseran puncak pada 2θ tertentu, ketiga puncak tersebut mengalami penurunan intensitas secara signifikan diikuti dengan naiknya intensitas pada $2\theta = 27,37; 18,83$ dengan intensitas 18527 counts, 16443 counts. Dapat dikatakan bahwa adanya peningkatan rasio Si/Al (v/v) ini menyebabkan terbentuknya senyawa baru. Namun jika rasio Si/Al (v/v) ditingkatkan menjadi 25 bahkan 50 tidak memberikan perubahan terhadap kristalinitas produk maupun komponen penyusun.

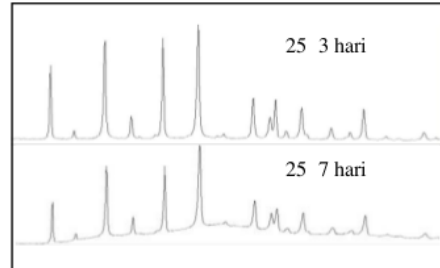
Jika dibandingkan dengan referensi (Treacy dan Higgins, 2001) produk rasio Si/Al (v/v) 1 selama 7 hari merupakan sodalit dengan rumus kimia $\text{Na}_6\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}\text{Na}_2(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_2$ berstruktur ortorombik seperti tampak pada Gambar 4.



Gambar 4 Difraktogram XRD (A) sodalit referensi (Treacy dan Higgins, 2001) (B) produk sintesis rasio Si/Al (v/v) 1 7 hari



Gambar 5 Difraktogram (A) NaP1 referensi (B) produk sintesis Rasio Si/Al (v/v) 15 (C) Rasio Si/Al (v/v) 25 (D) Rasio Si/Al (v/v) 50



Gambar 6. Komparasi pola difraktogram produk rasio Si/Al (v/v) 25 3 hari dan 7 hari

Pada penelitian sebelumnya berdasarkan analisis XRD untuk produk rasio Si/Al 50 penambahan waktu hidrotermal dapat memperbaiki kristalinitas produk. Namun dalam penelitian ini ketika produk rasio Si/Al (v/v) 25 waktu hidrotermalnya dinaikkan dari 3 menjadi 7 hari tidak memberikan dampak terhadap komposisi maupun kristalinitas.

Komponen penyusun produk rasio Si/Al (v/v) 15, 25 dan 50 adalah sama yaitu berupa NaP1, $\text{Na}_6(\text{H}_2\text{O})_{12}(\text{Si}_{10}\text{Al}_6\text{O}_{32})$ berstruktur tetragonal selain itu juga ditemukan silika dioksida, pada Gambar 5. Penggunaan rasio Si/Al tinggi diharapkan produk bersifat silicious/berkadar silika tinggi, namun hasil XRD menunjukkan bahwa perbandingan Si dan Al pada produk relatif sama dengan rasio rendah. Silikat yang tidak membentuk kerangka/framework silika alumina dimungkinkan membentuk silika dioksida (SiO_2) sebagai produk samping.

Tabel 3 Data sudut 2θ NaP1, SiO₂ dan produk sintesis

2 θ Refferensi		2θ produk		
NaP1	SiO ₂	15	25	50
12,46		13,87	13,87	13,87
17,66		18,83	18,82	18,89
	19,558	-	-	-
	19,75	-	-	-
	20,189	-	-	-
21,67		21,25	21,25	21,32
	23,340	-	-	-
	24,592	24,16	24,16	24,16
25,08		24,16	24,16	24,16
	27,264	27,373	27,37	27,43
28,10		27,37	27,37	27,43
	29,88	29,734		
	32,484	32,459		
33,38		32,45	32,45	32,50
33,38		33,97	33,97	34,03
		34,51	34,45	34,51
		36,87	36,87	36,93
	42,521	42,56	42,56	482,6

III. KESIMPULAN

Dari data dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa telah berhasil mensintesis silika alumina dari bagasse tanpa perlu menambahkan sumber silika lainnya. Proses sintesis selama 7 hari telah mampu menghasilkan tingkat kristalinitas yang tinggi. Perbedaan rasio Si/Al dapat mempengaruhi komponen produk, rasio Si/Al (v/v) 1 7 hari menghasilkan sodalit sedangkan rasio 15, 25 dan 50 menghasilkan NaP1 dan silikon dioksida.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ditlitabmas Ditjen Dikti atas dukungan finansial pada penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

Aida N., Dewanti L., 2010, "Pembuatan Silika Gel Dari Abu Ampas Tebu Dengan Proses Ekstraksi Basa (NaOH) dan Sol Gel", D3 Teknik Kimia Institut Teknologi Surabaya, Surabaya.

Beck, J.S., Vartuli, C., Roth, W.J., Leonowicz, M.E., Kresge, C.T., Schmitt, K.D., Chu, C. T.W., Olson, D.H., Sheppard, E.W., Mc Cullen, S.B., Higgins, J.B., Schlenker, J.L.A., 1992, "A New family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Tempalte", *J. Am. Chem. Soc.*, 114, 10834-10843

Boonamnuayvitaya, V., Tayamanon, C., Sae-ung, S., Tanthapanichakoon, W., 2006, "Synthesis and Characterization of Porous Media Produced by A Sol-Gel Method", *Chemical Engineering Science*, 1686-1691

Dessau, R.M., Schlenker, J.L., Higgins, J.B., 1990, "Framework Topology of AlPO₄-8: The First 14-ring Molecular Sieve", *Zeolites*, 10, 522-527.

Deepesh, B., Radha, T., Purnima, K.S., Yogesh, G., Pankaj, S., 2013, "Hydrothermal Synthesis and Characterization of Zeolit: Effect of Crystallization Temperature", *Research Journal of Chemicals Sciences*, Vol. 3 (9), ISSN 2231-606X.

Estermann, M., Mccusker, L.B., Baerlocher, C., Merrouche, A., Kessler, H., 1991, "A Synthetic Gallophosphate Molecular Sieves With a 20-tetrahedral Atom Pore Opening", *Nature*, 352, 320-323.

Faghihian, H., dan Godazandeha, N., 2009, "Synthesis of nano crystalline zeolite Y from Bentonite", *Journal Porous Mater*, Vol 16, No.16, Hal.331-335

Jatuporn, W., Pongtanawat K, and Sanchai P., 2008, "Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica", *Korean J. Chem. Eng.*, Vol. 25, No.4, Hal.861-864

Hanafi, A., Nandang, A., 2010, "Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik", *Jurnal Kimia Indonesia*, 5 (1), 35-38

Kardatos, K., Gavela, S., Ntziouni, A., Pistiolas, K., N., Kyristi, A., Kasselouri-Rigopoulo, V., 2007, "Synthesis of Highly Siliceous ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash", *Microporous and Mesoporous Material*, 108, 193-203

Riang, A.J, Sriatun, Taslimah, 2012, "Sintesis Zeolit dari Limbah Ampas Tebu: Variasi waktu Kristalisasi", *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia*, ISBN: 978-979-9204-73-8

Shirazi, L., Jamshidi, E., Ghasemi, M.R., 2008, "The Effect of Si/Al Ratio of ZSM-5 Zeolite on its Morphology, Acidity and Crystal Size", *Cryst. Re. Technol.*, Vol. 43 (12), 1300-1306

Treacy, M.M.J., Higgins, J.B., 2001, *Collection of Simulated XRD Powder Pattern for Zeolite*, Published on behalf of the Stucture Commision of the International Zeolite Association, 4th rev. edition, Elsevier

Van Koningsveld, H., Jansen, J., C., Van Bekkum, H., 1990, "The Monoclinic Framework Structure of Zeolite H-ZSM-5 Comparison with the

Orthorombic Framework of as Synthesised
ZSM-5", *Zeolites*, 10, Pages 235-241.

Yoo, C. W., Zhang, X., Tsapatsi, M., Stein, A., 2011,
"Synthesis of Mesoporous ZSM-5 Zeolite
through Desilication and re-assembly
Processes", *Microporous and Mesoporous
Material*

SINTESIS KATALIS BERBASIS SILIKA ALUMINA DARI BAGASSE

ORIGINALITY REPORT

6%

SIMILARITY INDEX

6%

INTERNET SOURCES

4%

PUBLICATIONS

3%

STUDENT PAPERS

PRIMARY SOURCES

1

repository.its.ac.id

Internet Source

2%

2

www.tandfonline.com

Internet Source

2%

3

jurnal.ugm.ac.id

Internet Source

2%

Exclude quotes Off

Exclude bibliography Off

Exclude matches < 2%