

Synthesis and Characterization of Zeolite Y From Bagasse Ash with Hydrothermal Temperatures Variations Using The Sol-Gel Method

Soifi Ali, Suci Amalia, A. Ghanaim Fasya, Susi Nurul Khalifah

Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

Email: susikhalifah@gmail.com

Abstract

Zeolite Synthesis Y is done using sol-gel method on the molar composition of $10\text{Na}_2\text{O} : 15\text{SiO}_2 : x\text{Al}_2\text{O}_3 : 300\text{H}_2\text{O}$ with Si/Al on ratio of 2,43 and hydrothermal temperatures variations of 60, 80 and 100 °C. Characterization includes XRD to discover crystallinity and the purity of zeolite, FTIR for the analysis of functional groups and of the surface width with the adsorption of methylene blue. XRD result shows that the formed zeolites Y is still mixed with zeolite P, the best result in synthesis with hydrothermal temperatures of 80 °C. FTIR analysis shows that all zeolite synthesis contain a common function O-Si-O/O-Al-O and double ring. The surface area of zeolite Y at 60, 80 and 100 °C is 22,5522; 23,0603 and 22,9898 m^2/gram .

Keywords: Bagasse, sol-gel, temperature hydrothermal, zeolite Y

Abstrak

Sintesis zeolit Y dilakukan menggunakan metode sol-gel pada komposisi molar $10\text{Na}_2\text{O} : x\text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$ dengan rasio Si/Al 2,43 dan variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C. Karakterisasi meliputi XRD untuk mengetahui kristalinitas dan kemurnian zeolit, FTIR untuk analisis gugus fungsi serta analisis luas permukaan dengan adsorpsi *methylene blue*. Hasil XRD menunjukkan zeolit Y yang terbentuk masih campuran dengan zeolit P, hasil terbaik pada sintesis dengan suhu hidrotermal 80 °C. Analisis FTIR menunjukkan semua zeolit sintesis memiliki gugus fungsi O-Si-O/O-Al-O dan cincin ganda. Luas permukaan zeolit Y pada suhu 60, 80 dan 100 °C berturut-turut adalah 22,5522; 23,0603 dan 22,9898 m^2/gram .

Kata kunci: Ampas tebu, sol-gel, suhu hidrotermal, zeolit Y

I. PENDAHULUAN

Abu ampas tebu atau lazimnya disebut abu *bagasse* dapat dimanfaatkan menjadi zeolit karena memiliki kandungan silika yang tinggi, yaitu sebesar 64,65 % (Hanafi dan Nandang, 2011) dan 88,7 % (Widati, dkk., 2010). Salah satu zeolit yang disintesis karena memiliki banyak manfaat ialah zeolit Y. Zeolit Y termasuk jenis faujasit bisa digunakan sebagai katalis dalam pengolahan minyak mentah (Bhatia, 1990), sebagai penukar ion pada proses desalinasi air laut (Kiti, 2012) atau sebagai adsorben karena dapat memindahkan sulfur dioksida (SO_2) dari gas sisa (Saputra, 2006).

Zeolit Y dengan rasio Si/Al antara 1,5 – 3 dan rumus $\text{Na}_j[(\text{AlO}_2)_j(\text{SiO}_2)_{192-j}]\cdot z\text{H}_2\text{O}$ (Kasmui, dkk., 2008) disintesis menggunakan metode sol-gel dengan rasio Si/Al 2,43 (Fathizadeh dan Ordou, 2011) karena metode ini menghasilkan derajat

kristalinitas dan kemurnian yang tinggi, memperkecil distribusi ukuran partikel, selain itu sintesisnya satu tahap (Ramimoghadam, dkk., 2012).

Salah satu faktor yang juga berpengaruh produk akhir zeolit ialah suhu hidrotermal. Pada penelitian ini suhu hidrotermal divariasikan antara 60, 80 dan 100 °C karena, pada suhu 40 °C masih berupa amorf, suhu 60 dan 100 °C terbentuk zeolit Y dengan kristalinitas yang semakin tinggi seiring bertambahnya suhu, sedangkan pada suhu 120 °C menghasilkan produk campuran antara zeolit Y dan P (*gismondine*) (Sang, dkk., 2005). Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan analisis luas permukaan.

II. METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah abu ampas tebu, Al_2O_3 p.a., NaOH p.a., *methylen blumerck* dan akuades.

Prosedur Penelitian

Sintesis Zeolit Y

Sintesis zeolit Y dilakukan sesuai dengan komposisi molar berikut: $10\text{Na}_2\text{O} : x \text{Al}_2\text{O}_3 : 15\text{SiO}_2 : 300\text{H}_2\text{O}$ yaitu mencampur 2,53 gram Al_2O_3 , 3,25 gram NaOH , 8,08 gram abu ampas tebu dan 20,86 gram H_2O dan diaduk selama 30 menit. Campuran dipindah ke dalam botol hidrotermal dan dieramkan selama 30 menit pada suhu kamar. Kemudian dikristalisasi pada variasi suhu 60, 80 dan 100°C selama 24 jam. Kristal yang terbentuk dicuci dengan air suling sampai $\text{pH} = 7 - 8$, kemudian dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam. Produk hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi.

Karakterisasi

Karakterisasi zeolit hasil sintesis dengan XRD dilakukan pada radiasi Cu K_α ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$) pada 40 kV dan 30 mA, pada sudut 2θ sebesar $5-60^\circ$ dan kecepatan scan $0,02^\circ/\text{detik}$. Karakterisasi dengan FTIR dilakukan pada daerah bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Penentuan luas permukaan dilakukan dengan adsorpsi *methylen blue*.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Zeolit Y

Berdasarkan penelitian Amalia (2014) ampas tebu mengandung silika 44,6 % setelah dicuci dengan HCl 1 M dan mayoritas berfasa amorf, sehingga bisa digunakan sebagai sumber silika pada sintesis zeolit Y.

Sintesis zeolit Y dimulai dengan pencampuran bahan-bahan seperti abu *bagasse*, NaOH , Alumina dan akuades. Campuran bahan dilarutkan dalam akuades sebagai langkah awal dari proses sol-gel yang merupakan reaksi hidrolisis serta kondensasi pada proses polimerisasi struktur inti zeolit yang terjadi pada saat proses

pemeraman. Hidrolisis akan terjadi pada kondisi asam maupun basa, pada kondisi basa kemungkinan air berdisosiasi untuk menghasilkan nukleofilik berupa anion hidroksil yang akan menyerang silika. Pada proses pemeraman terjadi pelarutan dan represipitasi dari monomer silika menjadi struktur gel yang lebih kuat dengan melibatkan reaksi kondensasi.

Kristal yang terbentuk pada proses pemeraman masih memiliki kondisi yang kurang stabil, sehingga perlu dilakukan proses penguat hubungan antar kristal, salah satunya dengan proses hidrotermal yang bertujuan untuk menyeragamkan kisi-kisi kristal zeolit. Variasi suhu dilakukan 60, 80 dan 100°C pada proses tersebut untuk mengetahui suhu terbaik pada sintesis zeolit Y.

Padatan yang terbentuk kemudian dicuci sampai $\text{pH} 8$ untuk menetralkan kondisi zeolit yang diakibatkan oleh NaOH serta menghilangkan pengotor yang larut dalam air. Padatan hasil penyaringan dikeringkan untuk menghilangkan air yang terperangkap di rongga zeolit.

Karakterisasi

X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD digunakan untuk mengetahui kristalinitas dan kemurnian dari zeolit hasil sintesis. Hasil XRD dari sintesis zeolit Y dengan rasio Si/Al 2,43 dan variasi suhu hidrotermal ditunjukkan pada Gambar 1.

Secara keseluruhan zeolit Y hasil sintesis tiga variasi suhu hidrotermal kristalinitasnya masih rendah karena intensitas puncak-puncak pada difraktogram masih kecil. Sedangkan kemurniannya relatif tinggi untuk suhu 80°C karena hanya terbentuk satu puncak zeolit P, sedangkan untuk suhu 60 terdapat dua puncak zeolit P dan 3 puncak zeolit P untuk suhu 100°C , karena secara umum sintesis zeolit Y dari bahan alam cenderung menghasilkan campuran antara zeolit Y dan zeolit P yang disebabkan pengaruh logam-logam pengotor yang terdapat pada sumber silikanya, seperti

penelitiannya Kondru, dkk. (2011), dengan sumber silika dari abu terbang dan penelitian Khabuanchalad, dkk. (2008) dari abu sekam padi. Akan tetapi hasil sintesis secara keseluruhan zeolit Y yang terbentuk masih mendominasi dengan banyaknya puncak-puncak yang terbentuk pada ketiga difraktogram variasi suhu tersebut.

Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada zeolit hasil sintesis. Hasil analisis zeolit Y hasil sintesis dengan FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.

Interpretasi dari puncak-puncak yang terbentuk menyatakan bahwa zeolit hasil sintesis dari ketiga variasi suhu hidrotermal memiliki kriteria yang sama, karena mengandung gugus fungsidi dari semua zeolit yang tidak terpengaruh oleh perubahan struktur yaitu gugus O-T-O dengan T berupa Si atau Al. Gugus O-T-O terbaca pada disekitar daerah 1048, 670 dan 464 nm.

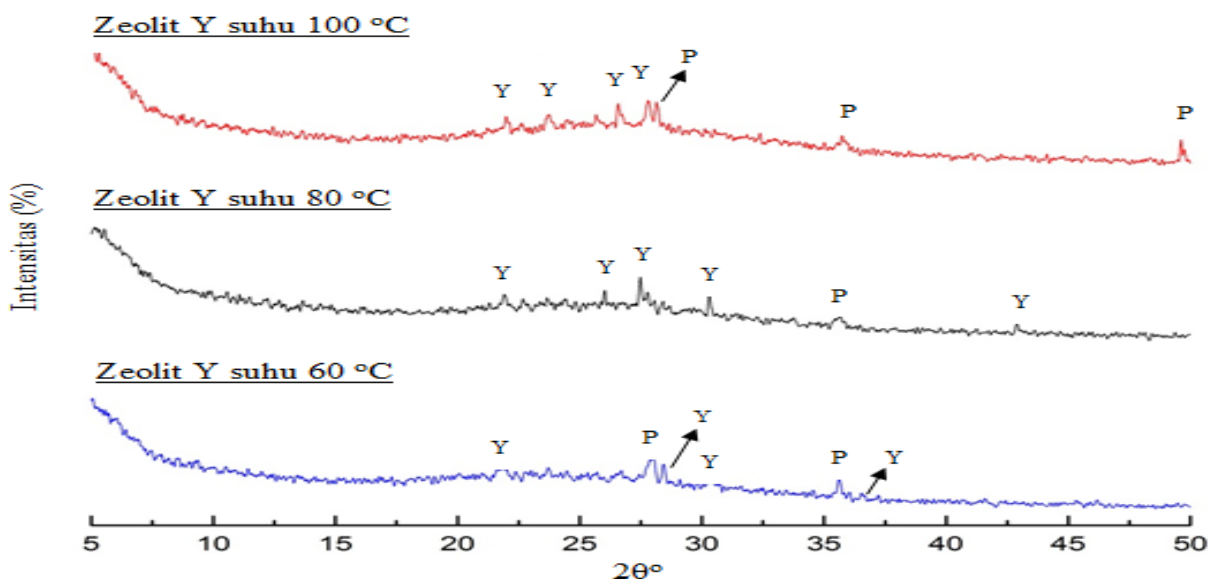
Gugus yang tepengaruh oleh perubahan struktur merupakan gugus cincin ganda, dimana untuk zeolit jenis faujasit terlihat disekitar daerah 574 nm.Sedangkan gugus -OH terlihat pada sekitar daerah 3446 dan 1048 nm yang mewakili adanya air yang

masih terperangkap pada pori zeolit, sehingga dimungkinkan adanya gugus Si-H yang terbaca pada sekitar daerah 2361 nm. **Penentuan Luas Permukaan dengan Adsorpsi Methylene Blue**

Penentuan luas permukaan zeolit menggunakan *methylen blue* memiliki kelebihan dalam segi operasional karena harganya relatif murah. Luas permukaan zeolit hasil sintesis ditandai dengan besarnya *methylene blue* yang diadsorp. Hasil pengukuran analisis luas permukaan ditunjukkan pada Tabel 1, yang menyatakan bahwa luas permukaan dari zeolit Y hasil sintesis paling besar ialah pada suhu hidrotermal 80 °C. Hal ini sesuai dengan data XRD yang menyatakan bahwa sintesis zeolit Y terbaik diantara tiga variasi suhu hidrotermal terbentuk pada suhu 80 °C. Semakin sedikit campuran zeolit, maka semakin seragaman struktur zeolit yang terbentuk.

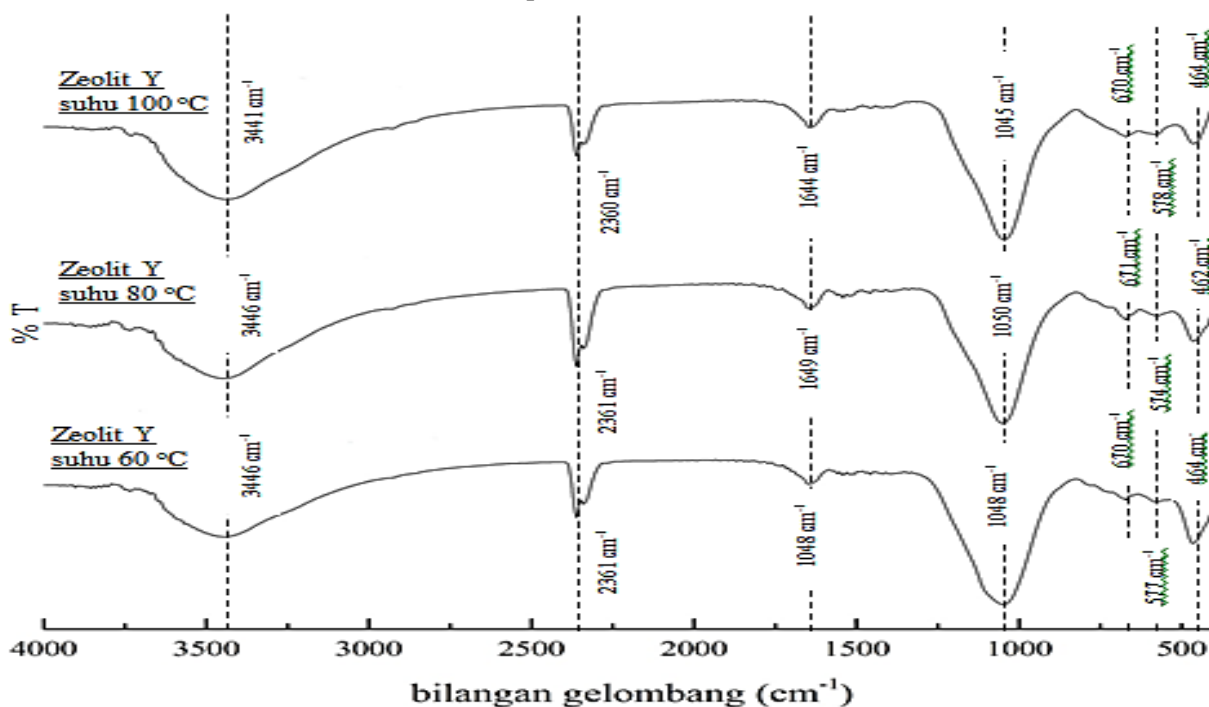
Tabel 1. Perbandingan luas permukaan zeolit hasil sintesis

Zeolit Y sintesisvariasisuhu	Luas permukaan zeolit (m ² /g)
60 °C	22,5522
80°C	23,0603
100°C	22,9898



Gambar 1. Difraktogram Zeolit Y Sintesis

Gambar 2. Spektra IR zeolit Y sintesis



IV. KESIMPULAN

Kemurnian tertinggi dari zeolit hasil sintesis diantara tiga variasi suhu hidroterma ialah pada suhu 80 °C berdasarkan hasil analisis XRD. Semua zeolit hasil sintesis memiliki gugus O-T-O dan cincin ganda, dengan T bisa Si atau Al. Luas permukaan zeolit berbanding lurus dengan hasil XRD, yaitu luas permukaan paling besar terjadi pada suhu 80 °C = 23,0603 m²/g sedangkan untuk suhu 60 °C = 22,5522 m²/g, dan suhu 100 °C = 22,9898 m²/g.

V. DAFTAR PUSTAKA

Amalia, S. 2014. Aktivitas Zeolit X dari Abu Ampas Tebu Sebagai Penukar Kation untuk Menurunkan Kesadahan Air. *Penelitian Penguatan Program Studi*. Malang: UIN MALIKI

Bhatia, S. 1990. *Zeolite Catalysis: Principles and Applications*. Florida: CRC Press.

Fathizadeh, M. Dan Ordou, N. 2011. Controlling Yield of NaY Zeolite Synthesis by Hydrothermal Method. *Int. J. Ind. Chem.* Vol. 2, No. 4, 2011, pp. 190-195.

Hanafi, A. dan Nandang, A. 2011. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu

Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia*.5 (1): 35-38.

Kasmui, Muhlisin, M.Z. dan Sumarni, W. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Skripsi* tidak diterbitkan. Semarang: Universitas Negeri Semarang.

Khabuanchalad, S., Khemthong, P., Prayoon pokarach, S. dan Wittayakun, J. 2008. Transformation of Zeolite NaY Synthesized from Rice Husk Silica to NaP During Hydrothermal Synthesis. *Suranaree J. Sci. Technol.* 15(3)

Kiti, E.V. 2012. Synthesis of Zeolites and Their Application to the Desalination of Seawater. *Thesis*. Kumasi: Kwame Nkrumah University of Science and Technology.

Kondru, A.K., Kumar, P., Teng, T.T., Chand, S. dan Wasewar, K.L. 2011. Synthesis and Characterization of Na-Y Zeolite from Coal Fly Ash and its Effectiveness in Removal of Dye from Aqueous Solution by Wet

- Peroxide Oxidation. *ARCH. ENVIRON. SCI.* 5, 46-54.
- Ramimoghadam, D., Hussein, M.Z.B. dan Yap, Y.H.T. 2012. The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and CetylTrimethyl Ammonium Bromide (CTAB) on the 10 Properties of ZnO Synthesize by Hydrothermal Method. *Int J MolSci.* 13:13275-13293. doi:10.3390/ijms131013275.
- Sang, S., Liu, Z., Tian, P., Liu, Z., Qu, L., Zhang, Y. 2005. Synthesis of small crystals zeolite NaY. *Materials Letters.* 60 (2006) 1131–1133.
- Saputra, R. 2006. Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri. *Buletin IPT*, 1, IV, 8-20.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H. dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis of Zeolite a from Baggase and Its Antimicrobial Activity on *Candida albicans*. *Jurnal MIPA.* 15 (2): 78-81