

**PROSES PRODUKSI KATALIS ZEOLIT X DAN  
UJI AKTIFITAS DALAM PROSES PENUKARAN ION KALSIMUM**

Widayat<sup>\*)</sup>, A Sadikky DP, H Anggraeni <sup>\*\*)</sup>  
E-mail: [yayat\\_99@yahoo.com](mailto:yayat_99@yahoo.com)

*Abstract*

*Zeolite is a material that used in chemical process industry. Zeolite commonly used as catalyst, adsorbent and ion exchanger. Zeolite can be obtained from natural resources and synthetic in industry. The type of zeolite that used as ion exchanger zeolite X. Zeolite X can be produced by using hydrogel process and clay process. This research was study influencing of temperature and ratio sodium hydroxide (NaOH) to water glass in zeolite X preparation. Crystallinity of zeolite X was analyzed with X-ray diffraction (XRD) and the activity was used as ion exchanger. Response variabel in this research is weight of zeolite X and the capability as ion exchanger. Ion exchange test that used for exchange of calcium. Calcium ion was analyzed by using complexometry method. The results of this research shown that zeolite X was obtained in temperature 100°C and ratio weight of sodium hydroxide (NaOH) to water glass 1:2. The zeolite X can be used as ion exchanger especially for calcium ion.*

*Key words: zeolite X; ion exchanger; hydrogel process; temperature; ratio NaOH to water glass*

**Pendahuluan**

Indonesia yang merupakan negara berkembang sangat banyak sekali membutuhkan zeolit ini untuk proses - proses kimia di industri kimia seperti sebagai katalis, ion exchanger, dan adsorbent dalam pengolahan limbah. Untuk itu dibutuhkan zeolit sintesis yang mempunyai kemurnian tinggi dan kualitas baik. Bahan baku untuk membuat zeolit adalah bahan sili-

ka dan alluminium. Kedua bahan baku ini jika diambil dari alam dan bahan logam tentunya mahal, namun dalam bentuk senyawa banyak diperoleh dan murah harganya. Silika dapat diperoleh dari bahan gelas /water glass, dan alluminium dapat diperoleh dari tawas, dan masih banyak bahan yang dapat digunakan untuk pembuatan zeolit sintetik.

Tabel.1 Contoh Beberapa Komposisi Zeolit

| Zeolit                 | Rumus molekul  |
|------------------------|--|
| <i>Zeolit alam</i>     |  |
| Chabazite              | $Ca_2[(AlO_2)_4(SiO_2)_8].13H_2O$                            |
| Mordenite              | $Na_8[(AlO_2)_8(SiO_2)_{40}].24H_2O$                         |
| Erionite               | $(Ca,Mg,Na_2,K_2)_{4.5}[(AlO_2)_9(SiO_2)_{27}].27H_2O$       |
| Faujasite              | $(Ca,Mg,Na_2,K_2)_{29.5}[(AlO_2)_{59}(SiO_2)_{133}].133H_2O$ |
| Clinoptilolite         | $Na_6[(AlO_2)_6(SiO_2)_{30}].H_2O$                           |
| <i>Zeolit sintesis</i> |  |
| Zeolit A               | $Na_{12}[(AlO_2)_{12}(SiO_2)_{12}].27H_2O$                   |
| Zeolit X               | $Na_{86}[(AlO_2)_{86}(SiO_2)_{106}].264H_2O$                 |
| Zeolit Y               | $Na_{56}[(AlO_2)_{56}(SiO_2)_{136}].250H_2O$                 |
| ZSM-5                  | $(Na,TPA)_3[(AlO_2)_3(SiO_2)_{93}].16H_2O^b$                 |

<sup>a</sup>TMA = tetrametilamonium. <sup>b</sup>TPA = tetrapropilamonium

Zeolit ada dua yaitu zeolit alam dan sintetik. Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Umumnya zeolit alam digunakan untuk pupuk, penjernihan air, dan diaktifkan dapat dimanfaatkan sebagai katalis dan adsorben. Zeolit sintetik sendiri bermacam-macam jenisnya seperti zeolit X, zeolit Y, zeolit A, zeolit L, zeolit omega dan ZSM-5 (Hamdan, 1992). Zeolit sintetik sudah banyak digunakan di industri, seperti ZMS sebagai katalis dalam pembuatan bahan bakar gasoline/ bensin (Anggoro, 2005). Di Indonesia, zeolit ini belum banyak diproduksi dan umumnya diperoleh dari impor. Untuk memenuhi kebutuhan zeolit ini maka

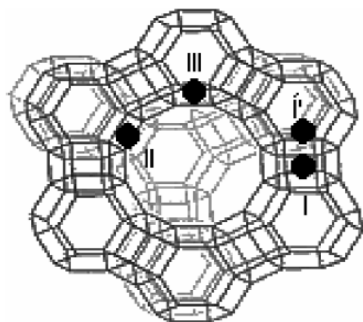
para ahli melakukan penelitian sehingga didapatkan berbagai macam zeolit sintesis. Beberapa bentuk zeolit seperti disajikan dalam Tabel 1 (Breck, 1974).

Kerangka dari kedua zeolit ini didasarkan atas unit pembangun kedua yaitu cincin ganda lingkaran 6 ( unit D<sub>6</sub>R). Zeolit ini dibangun oleh unit solidalit dihubungkan oleh unit D<sub>6</sub>R atau prima hexagonal. Berbagai variasi perbandingan Si/Al untuk zeolit X adalah 1-1,5 dan untuk zeolit Y adalah 1,5-3. Analisa struktur memperlihatkan bahwa sumbangan kation agak kompleks dan kation hidrat akan berpindah dan mengalami dehidrasi ke posisi dekat dengan kerangka O<sub>2</sub>. Hasil difraksi sinar X memperlihatkan bahwa dalam proses dehidrasi zeolit X dan Y, kation polivalennya menempati posisi yang dekat dengan cincin ke 6. Penyebaran kation sering tergantung pada sisa air yang terdapat pada zeolit. Diameter pori – pori

\*) Staf Pengajar Jurusan Teknik Kimia FT Undip

\*\*) Alumni Jurusan Teknik Kimia FT Undip

efektif kedua zeolit ini dapat berubah jika ion Na pada zeolit ini diganti oleh kation lainnya. Gambar 1 menunjukkan struktur bangun dari zeolite X. Zeolit mempunyai struktur bangun yang oktahedral pada titik I, II dan III, dimana menunjukkan posisi dari kation Natrium yang berfungsi sebagai bagian yang bertukar ion atau situs yang dapat berpindah dengan adanya ion lain.



Gambar 1.  
Molekul dari zeolite X ( Kuronen et al., 2006)

Proses pembuatan zeolit secara komersial terbagi menjadi tiga kelompok yaitu pembuatan zeolit dari gel reaktif aluminosilika atau hidrogel, konversi dari mineral tanah liat menjadi zeolit, dan proses berdasarkan pada penggunaan material mentah zeolit yang sudah ada di alam. Proses hidrogel didasarkan pada proses konversi hidrogel dengan tanah liat. Bentuk hidrogel diperoleh dari reaksi alumina dengan silika. Material yang digunakan adalah natrium silikat, tanah aluminat, dan natrium hidroksida. Pembentukan zeolite X, diperoleh dengan cara mengatur kadar potassium atau dengan menambahkan campuran yang mengandung kristal zeolite X. Kristal yang akan terbentuk dengan cara ini akan memiliki ukuran kristal antara 1-10 mm. Ukuran ini terlalu besar untuk digunakan sebagai adsorben (Yvonne danThompson, 2002)

Penggunaan katalis sebagai adsorbent didasarkan pada aktivitas dari ion  $\text{Na}^+$  sebagai senyawa yang dapat melepaskan diri dari struktur utama zeolite. Perubahan struktural ini tergantung pada selektivitas penukaran ion. Penurunan kadar senyawa-senyawa alkali tanah mempunyai selektivitas yang tinggi pada zeolite yang mengandung alumunium tinggi. Kandungan alumonium yang tinggi menyebabkan zeolit bersifat asam. Sifat asam dari zeolite diperlukan untuk mengatasi efek berlebih dari pH campuran yang akan dianalisa (Kuronen et al., 2006). Zeolite X selain dapat digunbakan sebagai penukar ion juga dapat berfungsi sebagai katalis. Ebiati et al (2000) telah melakukan penelitian penggunaan katalis zeolite x yang dikapsulkan dengan tembaga /kupri klorida untuk proses oksidasi senyawa amina. Proses oksidasi dilangsungkan dengan adanya molekul oksigen.

Penelitian ini bertujuan untuk membua adsorbent zeolit dengan proses hidrogel, dimana dipelajari

pengaruh perbandingan *water glass* dengan NaOH dan temperatur operasi.

### Metodologi Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *water glass*, tawas, asam sulfat dan NaOH. *Water glass* dan tawas mempunyai spesifikasi industrial dan bahan asam sulfat dan NaOH mempunyai spesifikasi bahan analisis dengan kadar minimum 99% (Merck). Proses pembuatan zeolit X memnggunakan kondisi tetap adalah kecepatan pengadukan sebesar 200 rpm dan waktu operasi selama 3 jam. Variabel berubah adalah perbandingan berat *water glass* /NaOH ( 1:1; 1:1,5; dan 1:2 ) dan temperatur ( 80; 90; 100; 110 °C ). Peralatan yang digunakan adalah labu leher tiga yang dilengkapi dengan heater dan pengendali temperatur. Pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*.

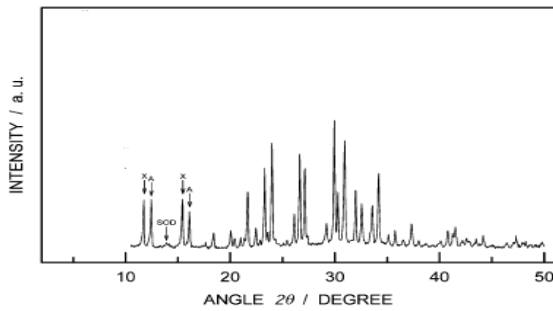
Proses pembuatan zeolit X dilakukan dengan cara serbuk tawas, air dan larutan NaOH dimasukkan kedalam labu leher tiga. Adonan diaduk dengan kecepatan 200 rpm dan dipanaskan sampai temperatur operasi. Temperatur dijaga konstan selama 0,5 jam. Adonan selanjutnya ditambahkan air dan serbuk *water glass* lalu diaduk selama 2 jam kemudian dipanaskan tanpa pengadukan selama 0,5 jam. Larutan disaring dan dinetralkan pH nya dengan cara dicuci dengan air pada saat proses penyaringan. Padatan yang diperoleh selanjutnya dikeringkan pada oven dengan kondisi temperatur 110°C. Produk zeolite x selanjutnya dilakukan kalsinasi, dengan pemanasan dalam oven pada temperatur 500°C selama 3 jam. Dalam pembuatan katalis zeolit x respon yang diamati adalah berat katalis zeolite x.

Adsorbent zeolit x dilakukan uji karakteristik dan uji aktifitas. Uji karakteristik dilakukan dengan analisis XRD (*X-Ray Diffraction*). Proses analisis dilakukan di Laboratorium Kimia Analisis Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam /MIPA UNS. Uji aktifitas dilakukan untuk proses penukar ion larutan kalsium. Proses penukaran ion dilakukan dengan mencampurkan katalis zeolit X di dalam larutan kalsium karbonat. Larutan kalsium karbonat standar sebanyak 25 ml ditambah 25 ml aquadest dan 5 gram katalis eolit. Adonan diaduk dengan magnetik stirrer pada laju 100 rpm selama 1 jam. Padatan yang terbentuk disaring dan filtrat yang diperoleh dianalisis konsentrasi  $\text{Ca}^{2+}$ . Konsentrasi kalsium dianalisis dengan metode kompleksometri.

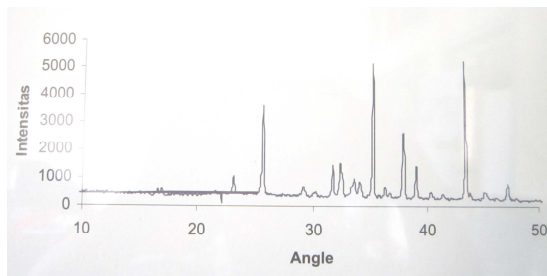
### Hasil Dan Pembahasan

Hasil analisa Difraksi Sinar X

Hasil analisa difraksi sinar X terhadap produk disajikan dalam Gambar 3. Hasil analisa ini dibandingkan dengan difraksi sinar x sintetik. Grafik hasil difraksi sinar x zeolit sintetik diperoleh dari penelitian olehYvonne and Thompson, (2002).



a. zeolit sintetik



b. Produk zeolit X

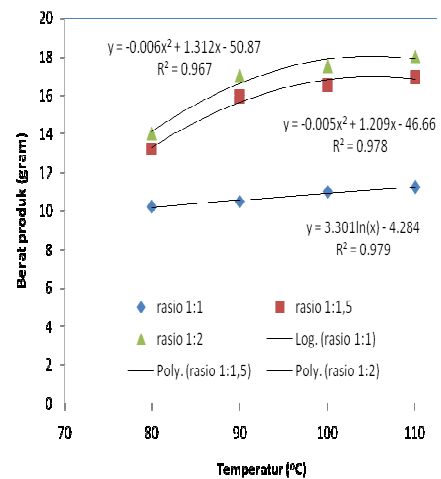
Gambar 2 Hasil analisa difraksi sinar X

Dari analisa tersebut dapat dilihat zeolite produk penelitian ini cenderung berbeda dengan zeolite X sintetis. Komposisi utama pembentuk zeolite X terdapat beberapa kesamaan yaitu pada sudut  $35^\circ$  yaitu gelombang yang menunjukkan adanya kandungan senyawa Al kemudian pada sudut  $25^\circ$  hasil analisa menunjukkan kandungan dari senyawa Natrium serta gelombang pada angle  $31-32^\circ$  yang menunjukkan kandungan dari senyawa Si, namun gelombang yang dihasilkan tidak signifikan pada zeolite X yang ada dipasaran hal tersebut menunjukkan bahwa Zeolite yang dihasilkan hanya mengandung sedikit senyawa Si. Adapun ciri khas dari zeolite X pada Gambar 2.a. ditunjukkan pada sudut 2 theta sebesar 12 dan 15,5 tidak dapat diperoleh. Hal ini menunjukkan bahwa Kristal yang diperoleh belum mengarah ke Kristal zeolite X. Adapun alasan yang dapat dikemukakan adalah jumlah unsure silika yang masih lebih sedikit dibandingkan dengan alumonium maupun unsur sodium (Na) sehingga kemungkinan jenis yang diperoleh lebih mengarah ke jenis silikalit. Namun dengan adanya peak /puncak-puncak dari hasil analisis XRD menunjukkan bahwa proses sintesis zeolit sudah berhasil.

Pengaruh Temperatur dan Perbandingan Reaktan terhadap Berat Produk Gambar 2 merupakan grafik hubungan temperatur terhadap berat produk katalis zeolit X yang dihasilkan pada berbagai perbandingan reaktan. Gambar 2 menunjukkan bahwa semakin tinggi temperatur dan perbandingan maka jumlah produk yang dihasilkan semakin banyak. Hal ini dikarenakan semakin tinggi temperatur laju reaksi semakin besar, sehingga produk yang dihasilkan juga semakin banyak. Hal ini

sesuai dengan persamaan arhenius, bahwa semakin tinggi temperatur akan meningkatkan konstanta laju reaksi sehingga produk reaksi akan semakin banyak. Adapun profil hubungan berat katalis zeolit X yang diperoleh terhadap temperatur mempunyai kecenderungan regresi yang non linier untuk setiap variabelnya. Untuk perbandingan NaOH dengan water glass pada rentang 1:1,5-1,2 kecenderungan regresi memberikan persamaan polinomial pangkat 2, sedangkan untuk perbandingan reaktan antara NaOH dengan water glass pada nilai 1:1 memberikan kecenderungan logaritma. Demikian juga dengan koefisien determinasi pada analisis regresi cukup besar yaitu  $R^2 = 0,967$  untuk perbandingan reaktan antara NaOH dengan water glass 1:2;  $R^2 = 0,978$  untuk perbandingan reaktan antara NaOH dengan water glass 1:1,5 dan  $R^2 = 0,979$  untuk perbandingan reaktan antara NaOH dengan water glass 1:1. Dengan nilai koefisien determinasi  $R^2$  yang cukup besar maka analisis regresi untuk hubungan temperatur dengan berat produk zeolite X yang diperoleh cukup valid.

Perbandingan reaktan antara NaOH dengan water glass semakin besar, maka semakin banyak jumlah reaktan water glass yang digunakan dalam reaksi pembentukan zeolite. Water glass yang merupakan penyumbang unsur silika maka jumlah silika akan semakin banyak. Dengan demikian kristal yang terbentuk akan dapat diarahkan ke arah zeolit X. Semakin besar unsur silika juga akan mendorong terbentuknya zeolit juga semakin banyak. Semakin banyak kandungan silikat semakin banyak yang bereaksi, sehingga produk juga semakin banyak.



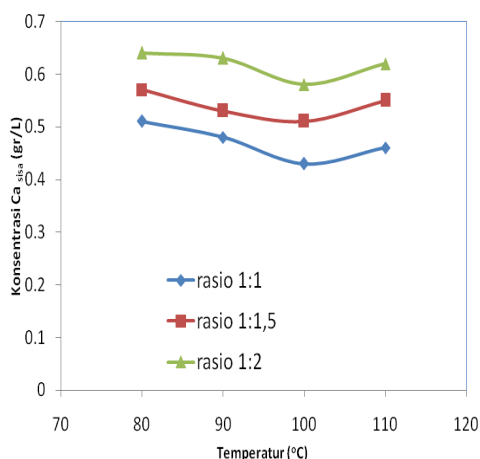
Gambar.2

Grafik Hubungan Variabel Temperatur terhadap Berat Produk Yang dihasilkan

#### Uji aktifitas Zeolit

Gambar 4 menunjukkan bahwa semakin meningkatnya temperatur operasi maka kecenderungan aktifitas Zeolit X semakin baik. Hal ini ditunjukkan oleh semakin rendahnya kadar Ca dalam larutan  $\text{CaCO}_3$  sisa. Pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  diperoleh aktifitas paling baik untuk tiap perbandingan berat NaOH dengan water glass. Hal ini dikarenakan pada temperatur

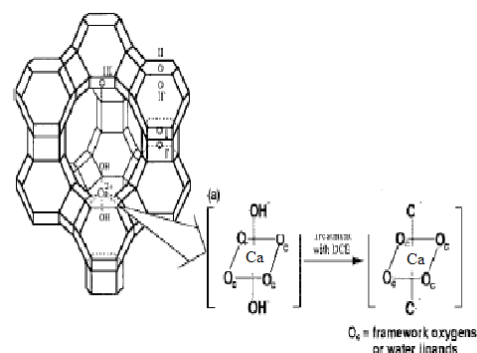
100 °C, molekul-molekul waterglass dan tawas bereaksi sempurna dengan larutan NaOH sehingga produk yang terbentuk memiliki komposisi yang lebih merata, hal ini akan membuat aktifitas zeolite yang dihasilkan akan memberikan kinerja yang paling baik. Sedangkan pada temperatur 110 °C aktifitasnya menurun karena ion Na yang berfungsi sebagai gugus yang dapat berpindah dengan adanya ion lain berkurang kandungannya dalam zeolite. Hal tersebut dikarenakan ion Na memiliki melting point pada temperatur diatas 100<sup>0</sup> C. Dengan berkurangnya ion Na yang terkandung dalam zeolite maka kemampuannya sebagai penjerap ion Ca juga berkurang



Gambar 4.  
Hasil uji aktifitas produk zeolit x sebagai penukar ion

Gambar 4 juga menunjukkan bahwa semakin besar perbandingan waterglass dan NaOH maka zeolite yang dihasilkan akan memberikan kinerja yang makin baik, hal ini disebabkan semakin besar perbandingan reaktan yang digunakan akan menyebabkan reaksi pembentukan zeolite semakin baik sehingga dalam waktu reaksi yang sama tumbukan antar molekul-molekul reaktan menjadi semakin meningkat sehingga produk yang dihasilkan akan lebih baik karena kandungan Na dalam zeolite semakin banyak sehingga gugus yang berfungsi sebagai penjerap akan semakin banyak hal ini akan meningkatkan kemampuan zeolite untuk menjerap ion lain

Mekanisme penukaran ion Ca seperti disajikan dalam Gambar 5. Gambar dari struktur bangun Ca<sup>2+</sup> adalah spesies oktahedral dengan struktur bangun dari zeolite X, kedua senyawa ini berikatan secara kovalen koordinat. Zeolite X memiliki kation Na<sup>+</sup> yang berfungsi sebagai gugus yang dapat berubah dengan adanya kation dari senyawa lain sehingga apabila zeolite X direaksikan dengan senyawa CaCO<sub>3</sub> maka kation Ca<sup>2+</sup> akan masuk kedalam struktur bangun dari zeolite dengan mengganti kation Na<sup>+</sup> (Ebitani et. al., 2000).



Gambar.5 Mekanisme Penjerapan ion Ca

### Kesimpulan Dan Saran

Dari hasil penelitian didapat hasil analisa XRD yang berbeda dengan gelombang zeolite X sebenarnya, namun berdasarkan uji akitivitasnya zeolite yang kami hasilkan memiliki aktivitas yang cukup baik dari penelitian ini di dapatkan semakin tinggi jumlah NaOH yang direaksikan maka aktivitas katalis semakin baik dan temperatur yang menghasilkan katalis dengan aktifitas yang paling baik adalah 100°C dan perbandingan NaOH dengan waterglass 1:2.

### Daftar Pustaka

1. Anggoro, D. D., 2005, "Evaluating The Performance of Cu-ZSM-5 and HZSM-5 with Different SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ratio for Single Step Conversion of Methane to Gasoline", Prosiding Seminar Nasional Rekayasa Kimia dan Proses, ISSN 1411 – 4216,
2. Barrer, R.M., 1978, "Zeolites and Clay Minerals Adsorbent and Molecular Sieves", Academic Press, London, New York.
3. Breck, D.W., 1974, "Zeolites Molecular Sieves ", Willey, New York.
4. Ebitani K, Kohji Nagashima, Tomoo Mizugaki and Kiyotomi Kaneda, 2000," Preparation of a zeolite X-encapsulated copper(II) chloride complex and its catalysis for liquid-phase oxygenation of amines in the presence of molecular oxygen", *The Royal Society of Chemistry*, Vol 10, hal 869-870
5. Hamdan, H., 1992, " Introduction to Zeolite Synthesis, Characterization and Modification ", UTM, Malaysia.
6. Kirk and Othmer 1997, "Encyclopedia of Chemical Technology", 3<sup>rd</sup> edition, Vol. 15, Willey and Sons, Inc, New York, Mei Ya Publication, Inc., Taipei, Taiwan.
7. Kuronen M, M Weller, R Townsend, and Risto Harjula, 2006, " Ion exchange selectivity and structural changes in highly aluminous zeolites", *Reactive & Functional Polymers*, vol 66 , hal 1350–1361
8. Yvonne T and Robert W. Thompson , 2002 "Controlled co-crystallization of zeolites A and X ", *Journal of Material Chemistry*, Vol 12 , hal 496-499.