

ZEOLIT SINTETIS BERBAHAN DASAR BATU PADAS DESA SUKAHARJA KECAMATAN SINGKUP

Indra Wahyu Saputra^{1*}, Lia Destiarti¹, Nurlina¹

¹Progam Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura,
Jln. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi 78124, Pontianak

*email: indralast21@gmail.com

ABSTRAK

Batu padas banyak mengandung silikon dioksida (SiO_2) dan sedikit aluminium oksida (Al_2O_3). Batu padas dengan konsentrasi SiO_2 yang besar dapat dijadikan sumber silika pada sintesis zeolit dengan adanya penambahan alumina. Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit dengan variasi perbandingan rasio massa silika:alumina yaitu 1:1 (formula 1), 1:2 (formula 2) dan 1:3 (formula 3). Karakterisasi material dilakukan dengan X-Ray Diffraction (XRD) dan X-ray Fluorescence (XRF) serta diukur nilai kapasitas tukar kation (KTK) dan daya serap zeolit sintesis terhadap iod. Keberhasilan terbentuknya zeolit sintesis dibuktikan berdasarkan hasil analisis X-Ray Diffraction (XRD) yaitu munculnya puncak karakteristik pada $2\theta = 14,00^\circ$ sampai $2\theta = 49,59^\circ$ pada ketiga formula. Interpretasi puncak-puncak tersebut menunjukkan bahwa zeolit sintesis yang diperoleh adalah zeolit sodalit. Persentase perbandingan Si/Al untuk formula 1, 2, dan 3 berturut-turut adalah 0,79, 0,36, dan 0,43. Nilai kapasitas tukar kation dari zeolit sintesis formula 1, 2 dan 3 tersebut masing-masing adalah 272,63 cmol^+/kg ; 244,69 cmol^+/kg ; dan 216,37 cmol^+/kg . Uji daya serap terhadap iod dari ketiga produk tersebut adalah 745,47 mg/g ; 708,12 mg/g ; dan 655,41 mg/g . Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa zeolit yang disintesis adalah zeolit sodalit, dimana formula 1 memberikan nilai KTK dan uji daya serap terhadap iod yang paling baik.

Kata Kunci: batu padas, zeolit sintesis sodalit, KTK, daya serap iod

PENDAHULUAN

Zeolit terdiri atas zeolit alam dan zeolit sintesis. Fungsi zeolit alam sebagai adsorben masih belum optimal. Hal ini mengakibatkan banyak usaha untuk melakukan sintesis zeolit. Kemampuan zeolit sintesis sebagai adsorben dalam kehidupan sehari-hari, misalnya untuk penyerapan limbah industri dan pemurnian air telah terbukti (Yuliani, 2011).

Salah satu jenis bahan yang dapat digunakan sebagai bahan baku dalam sintesis zeolit yaitu batu padas dari Desa Sukaharja Kecamatan Singkup. Batu padas merupakan batuan sedimen yang merekat bersama silika, besi oksida ataupun tanah liat dengan bahan dasar 70-95% silikon dioksida (SiO_2) dan 2-10% aluminium oksida (Al_2O_3). Batu padas mempunyai cukup banyak pori-pori, yaitu sekitar 30% (Grible, 1988).

Oleh karena kandungan silika yang tinggi dalam batu padas, maka muncul peluang untuk melakukan sintesis zeolit dengan

bahan dasar batu padas. Publikasi mengenai sintesis zeolit dari batu padas belum ditemukan hingga saat ini.

Kondisi sintesis zeolit didasarkan pada penelitian Putri, dkk. (2012). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa kalsinasi terbaik dilakukan pada suhu 550°C selama 30 menit. Nilai kapasitas tukar kation (KTK) tertinggi yaitu sebesar 138,14 $\text{mek}/100\text{g}$ (Putri, dkk., 2012).

Dengan demikian, pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit dengan bahan dasar batu padas. Kekurangan alumina dilakukan dengan penambahan aluminium oksida. Proses sintesis zeolit dilakukan dengan metode peleburan alkali secara hidrotermal.

Zeolit hasil sintesis selanjutnya dikarakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan X-Ray Fluorescence (XRF) untuk mengetahui komposisi zeolit hasil sintesis yang diperoleh. Zeolit hasil sintesis juga diuji KTK dan daya serap zeolit sintesis terhadap iod.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan yaitu alat-alat gelas, oven, neraca analitik "Adventure Ohaus", saringan 100 *mesh*, seperangkat alat destilasi, autoklaf hidrotermal, tanur, seperangkat alat titrasi, X-Ray *Diffractometer* (XRD) KENZA dan X-Ray *Fluorescence* (XRF) PANalytical Epsilon 3.

Bahan-bahan yang digunakan adalah batu padas yang berasal dari Desa Sukaharja Kecamatan Singkup Kabupaten Ketapang, akuades (H_2O), padatan aluminium hidroksida (Al_2O_3), padatan natrium hidroksida ($NaOH$), pasir kuarsa, larutan ammonium asetat (NH_4CH_3COO), larutan etanol 96% (C_2H_5OH), padatan natrium klorida ($NaCl$), larutan asam borat (H_3BO_3), parafin cair, indikator Conway (brom kresol hijau+metil merah dalam etanol 96%), larutan asam sulfat (H_2SO_4), padatan amilum ($C_6H_{10}O_5$), padatan iodium (I_2) dan padatan natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3$), padatan kalium iodida (KI), larutan asam klorida (HCl), padatan potassium iodat (KIO_3) primer.

Prosedur Penelitian

Preparasi batu padas Desa Sukaharja Kecamatan Singkup

Batu padas dihaluskan dan diayak dengan ayakan 100 *mesh*. Serbuk batu yang telah dihaluskan dicuci dengan air hangat kemudian diambil residunya dan dikeringkan. Padatan dikalsinasi dalam tanur pada suhu $600^\circ C$ selama 2 jam (Bonaventura, *et al.*, 2000). Serbuk batu hasil kalsinasi dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD.

Zeolit sintetis

Zeolit sintetis dilakukan berdasarkan prosedur Wahyuni dan Widiawati (2010). Langkah pertama yang dilakukan adalah pembuatan larutan natrium silikat yaitu menyiapkan campuran $NaOH$ dengan batu padas (sesuai formula pada Tabel 1).

Campuran $NaOH$ dengan batu padas dikalsinasi dalam tanur pada suhu $550^\circ C$ selama 2 jam, dan ditambahkan akuades 56,1 mL serta dipanaskan pada $40^\circ C$ sambil diaduk. Langkah kedua yaitu disiapkan larutan natrium aluminosilikat, dimana Al_2O_3 ditambahkan dengan $NaOH$ 1. Campuran ini diaduk selama 24 jam pada

kecepatan 250 rpm. Campuran didiamkan selama 24 jam lalu dimasukkan ke dalam autoklaf pada temperatur $100^\circ C$ selama 5 jam. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan H_2O hingga pH filtratnya 9-10. Padatan dikeringkan di dalam oven. Zeolit yang dilakukan dianalisis dengan XRF dan XRD.

Tabel 1. Penambahan Massa Batu Padas, Al_2O_3 dan $NaOH$

Bahan	Formula	Formula	Formula
	1	2	3
Batu padas (SiO_2)	8,57 g	8,57 g	8,57 g
Al_2O_3	5,1 g	10,2 g	23,2 g
$NaOH$	15,2 g	19,2 g	23,2 g

Uji kapasitas tukar kation

Kapasitas tukar kation (KTK) ditetapkan dengan cara perkolasi. Zeolit sintetis dijenuhkan dengan larutan ammonium asetat 1 M pH 7,0 (perkolat dibuang). Zeolit dan pasir kuarsa dalam tabung perkolasi dicuci dengan 40 mL etanol. Zeolit dan pasir kuarsa diperkolasi kembali dengan 20 mL larutan $NaCl$ 10% dan perkolat ditampung.

Perkolat dipipet ke labu didih destilasi dan ditambahkan 32 mL H_2O , 4 mL larutan $NaOH$ 40% sedikit parafin cair dan batu didih. Dibuat penampung destilat yaitu 4 mL asam borat 1% dan ditambahkan empat tetes indikator Conway. Destilasi diakhiri hingga telah mencapai 30 mL. Destilat kemudian dititrasi dengan H_2SO_4 0,05 N kemudian ditetapkan nilai KTK (Anonim, 2017).

Uji kadar air

Sebanyak 1 g zeolit sintetis ditimbang dalam cawan yang telah diketahui bobot keringnya, kemudian padatan dikeringkan di oven pada suhu $105^\circ C$ selama 2 jam. Setelah dikeluarkan dari oven, dibiarkan sebentar di udara terbuka, kemudian segera dimasukkan ke desikator setelah itu ditimbang massanya hingga beratnya konstan (SNI, 1995).

Uji daya serap terhadap iod

Zeolit sintetis sebanyak 0,5 g, dimasukkan kedalam erlenmeyer dan

ditambahkan 25 mL larutan iodium 0,1 N. kemudian dikocok selama 15 menit pada suhu ruang dan langsung disaring. Selanjutnya 10 mL sampel diambil dan dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N sampai diperoleh larutan yang berwarna kuning muda, lalu ditambahkan beberapa tetes larutan kanji 1% dan dititrasi kembali sampai warna biru tepat hilang (Alfiany, dkk., 2013).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakter Zeolit Sintetis

Berdasarkan hasil karakterisasi batu padas Desa Sukaharja Kecamatan Singkup menggunakan XRF, diketahui bahwa batu padas mengandung alumina dan silika data lengkap yang dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Karakterisasi Batu Padas Menggunakan XRF

Senyawa Oksida	Konsentrasi (%)	
	Sebelum preparasi	Setelah preparasi
MgO	1,884	0,146
Al_2O_3	24,165	29,222
SiO_2	65,512	67,399
P_2O_5	0,626	0,357
K_2O	4,975	1,921
TiO_2	1,04	0,511
V_2O_5	0,022	0,011
Cr_2O_3	0,015	0,007
Fe_2O_3	1,225	0,282
Ga_2O_3	0,005	0,002
As_2O_3	0,006	-
Rb_2O	0,031	0,01
SrO	0,021	0,006
Y_2O_3	0,004	0,002
ZrO_2	0,031	0,015
Ag_2O	0,251	0,021
BaO	0,181	-
Yb_2O_3	0,006	-

Hasil karakterisasi batu padas menggunakan XRF pada Tabel 2 menunjukkan bahwa SiO_2 lebih besar dibandingkan Al_2O_3 . Dengan demikian untuk menyintesis zeolit sodalit diperlukan penambahan Al_2O_3 , karena zeolit sodalit memiliki rasio Si:Al bernilai 1. Penambahan Al_2O_3 dilakukan dengan beberapa variasi

konsentrasi agar diperoleh zeolit sodalit. Penambahan massa Al_2O_3 ditampilkan pada Tabel 2. Masing-masing variasi massa yang tercantum pada Tabel 2.

Proses sintesis dengan proses autoklaf hidrotermal dilakukan pada suhu 100°C . Pemanasan bertujuan untuk menyempurnakan reaksi antara natrium aluminat dan natrium silikat yang telah bereaksi sejak pencampuran dilakukan. Pada saat proses sintesis, dilakukan penambahan NaOH dengan jumlah massa. Hal ini karena zeolit sodalit memiliki perbandingan Si:Al yang bernilai 1 dimana, alumina dan silika mengikat 4 atom O yang sama mengakibatkan Al bermuatan negatif, oleh karena itu diperlukan kation kation untuk membuat Al menjadi stabil dan diharapkan Na^+ yang sebanding akan cukup untuk mengisi muatan-muatan yang ada pada struktur zeolit sodalit. Kation Na^+ dapat dipertukarkan dengan kation lainnya, sehingga zeolit sintetis memiliki sifat sebagai penukar ion yang baik.

Karakterisasi Menggunakan XRD

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD yang telah dibandingkan dengan difraksi sinar-X standar JCPDS 324-325 zeolit sodalit, terdapat puncak-puncak 2θ yang mendekati puncak-puncak 2θ zeolit sodalit standar. Pada zeolit hasil sintesis terdapat puncak yang memiliki kesamaan dengan standar. Hal ini menunjukkan bahwa proses sintetis telah membentuk struktur zeolit sodalit.

Hasil XRD pada Tabel 3 menunjukkan bahwa tidak semua nilai 2θ yang muncul pada formula 1, formula 2 dan formula 3 mirip dengan nilai 2θ zeolit sodalit standar. Demikian pula intensitas puncak 2θ yang dihasilkan oleh zeolit sodalit sintetis berbeda dengan intensitas puncak 2θ yang dihasilkan oleh zeolit sodalit standar, misalnya puncak karakteristik $2\theta = 26,61$ adalah puncak kuarsa. Hal ini menunjukkan struktur zeolit sodalit terbentuk, namun struktur yang terbentuk tidak sempurna karena masih menunjukkan kuarsa yang terdeteksi pada saat karakterisasi.

Tabel 3. Perbandingan Nilai 2θ dan Intensitas dari Zeolit Sodalit dan Zeolit Sintetis

2θ				intensitas			
JCPDS	formula 1 Sodalit	formula 2 Sodalit	formula 3 Sodalit	JCPDS	formula 1 Sodalit	formula 2 Sodalit	formula 3 Sodalit
14,16	14,16	13,95	14,00	61,8	76	67	75
20,07	20,00	19,95	19,83	15,1	5,00	4,00	3,00
22,47	22,36	22,08	22,20	3,60	5,00	3,00	6,00
24,65	24,31	24,27	24,31	100	100	100	100
28,53	28,33	28,12	28,13	19,6	10,00	10,00	10,00
35,13	34,81	34,58	34,62	75,7	56	57	57
43,39	43,31	43,49	43,32	15,8	7,00	5,00	5,00
45,86	45,96	45,73	45,70	4,9	4,00	4,00	5,00
47,06	46,70	46,05	47,45	0,1	5,00	4,00	3,00
48,24	47,70	46,63	49,59	7,5	4,00	4,00	4,00

Uji Daya Serap terhadap Iod

Berdasarkan data yang dihasilkan formula 1 memiliki daya serap terhadap iod yang paling besar sebesar 745,47 mg/g. Jika dibandingkan dengan formula 2 dan formula 3 sebesar 708,12 mg/g dan 655 mg/g, daya serap batu padas terhadap iod yang lebih kecil sebesar 226,75 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis memiliki daya serap yang lebih baik terhadap iod dibandingkan dengan batu padas. Pada saat proses sintesis, alumina dan silika akan berikatan dengan oksigen membentuk struktur zeolit sodalit yang memiliki pori yang lebih baik daripada batu padas.

Uji Kapasitas Tukar Kation

Uji KTK dilakukan berdasarkan adanya situs aktif yang dapat dipertukarkan yang terikat pada atom aluminium dalam kerangka aluminosilikatnya (Sriatun, 2004) yaitu Na^+ . Hasil uji kapasitas tukar kation pada zeolit sodalit pada formula 1 memiliki nilai yang paling tinggi yaitu sebesar 272,63 cmol^+/kg . Nilai KTK pada formula 1, formula 2 dan formula 3 berturut-turut 272,63 cmol^+/kg , 244,69 cmol^+/kg dan 216,37 cmol^+/kg lebih besar dibandingkan dengan nilai KTK batu padas sebesar 114,73 cmol^+/kg . Hal ini menunjukkan zeolit sodalit telah mengalami penataan ulang, sehingga zeolit sodalit memiliki nilai KTK yang lebih baik dari batu padas.

SIMPULAN

Zeolit sodalit menggunakan batu padas Desa Sukaharja Kecamatan Singkup dengan kandungan $\text{SiO}_2:\text{Al}_2\text{O}_3$ pada formula

1, formula 2 dan formula 3 berturut-turut sebesar 43,137%:54,142%:26,237%:71,0% dan 29,376%:67,035 dihasilkan zeolit sintetis yang mendekati karakterisasi zeolit sodalit standar, yaitu pada zeolit 1 memiliki puncak $2\theta = 14,16; 24,49$ dan $34,81$ dengan nilai kapasitas tukar kation formula 1, formula 2 dan formula 3 berturut-turut sebesar 272,63 cmol^+/kg , 244,69 cmol^+/kg dan 216,37 cmol^+/kg , sedangkan pada daya serap terhadap iod berturut-turut sebesar 745,47 mg/g; 708,12 mg/g dan 655 mg/g.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfiandy, H.; Bahri, S. dan Nurakhirawati., 2013, Kajian Penggunaan Arang Aktif Tongkol Jagung sebagai Adsorben Logam Pb dengan beberapa Aktivator Asam, *J. Natural Science*, 2 (3): 75-86.
- Anggorowati, S.R dan Setiawan, D., 2005, Pembuatan Arang Aktif dari Kayu Jarak Pagar (*Jatropha curcas L.*), *Pusat litbang Hasil Hutan*, Bogor.
- Anonim, 2017, Workshop Karakterisasi Zeolit, Lab. Energi, ITS, Surabaya.
- Bonaventura, R.A.R., Duarte, A.A.S and Almeida, M.F., 2000, Aluminium Recovery from Water Treatment Sludges, *International Conference Water Supply and Water Quality*, Krakow, Poland.
- Gribble, C.D., 1988, Roulty's Elements of Mineralogy, 27th, Ijnw Hyman, London.
- Putri, L.L., 2012, Preparasi Zeolit A dari Abu Layang Batu Bara Sebagai Adsorben Ni(II) dan Zn(II), Departemen Kimia,

- FMIPA, Institusi Pertanian Bogor, Bogor. *Skripsi*.
- SNI., 1995, Arang Aktif Teknis, Standar Nasional Indonesia, SNI 06-3730-1995. Badan Standarisasi Nasional, Jakarta.
- Sriatun, 2004, Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya sebagai Penukar Kation, *J. Kerala Statistical Association*, 7 (3) : 66-72.
- Sulaeman, Suparto dan Eviati., 2005, Analisis Kimia Tanah, Tanaman, Air dan Pupuk, *Balai Penelitian Tanah*, Bogor.
- Wahyuni, S dan Widiyastuti, N., 2009, Adsorpsi Ion Logam Zn(II) paa Zeolit A yang Disintesis dari Abu Dasar BAtu Bara PT. Ipmomi Paiton dengan Metode Batch, Prosiding, FMIPA, Institusi Teknologi Sepuluh November Surabaya.
- Yuliani, H.R., 2011, Adsorption Of Methyl Violet From Aqueous solution Onto Modified Ampo, Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan", ISSN 1693-4393: 1-7.