

## PEMERANGKAPAN GARAM AMMONIUM SULFAT DALAM ZEOLIT

Taslimah, S Muharam, D Sumardjo

Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Diponegoro Semarang 50275

### ABSTRAK

Modifikasi zeolit alam menjadi material penyimpan hara telah dilakukan dengan cara impregnasi basah. Impregnasi dilakukan dengan merendam zeolit dalam larutan ammonium sulfat pada konsentrasi 13,2% - 39,6%(b/v) dengan selang 6,6%. Kalsinasi zeolit hasil dilakukan pada suhu 250 °C selama 4 jam, karakterisasi hasil dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer infra merah. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa molekul ammonium sulfat terperangkap dalam zeolit dalam bentuk  $(NH_4)_2Ca(SO_4)_2$ . Perlakuan kalsinasi pada 250 °C selama 4 jam tidak merubah struktur zeolit.

*Kata kunci: Zeolit, pemerangkapan, ammonium sulfat*

### ABSTRACT

Modification of natural zeolites to saving nutrient material by wet impregnation has been done. Impregnation was carry out by soaked zeolites in ammonium sulfat solution at 13,2 - 39.6%(w/v) concentration by interval 6,6% and then calcinated at 250 °C for four hours. The product was characterized by using X-ray diffractometer and IR spektrofotometer. It was concluded that the formula of ammonium sulfat was trapped in zeolite is koksaitite. The structure of zeolite was not changed by calcinations process

*Key word: Zeolite, trapping, ammonium sulfat*

### PENDAHULUAN

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminium silikat yang mempunyai struktur tiga dimensi, berpori, dan banyak dimanfaatkan untuk berbagai keperluan, seperti adsorben, katalis dan lain-lain. Biasanya pori zeolit diisi oleh kation alkali atau alkali tanah dan molekul air bila dalam keadaan basah, dalam media air kation tersebut dapat bergerak bebas dan dapat ditukar dengan kation lain yang sesuai. Menurut Marcus dan Liquornic molekul air yang terperangkap dalam pori dapat digantikan oleh garam tertentu yang ukurannya sesuai.

Tanaman untuk pertumbuhannya memerlukan nutrien atau hara antara lain nitrogen, sulfur, fosfor dan lain-lain. Unsur hara tertentu banyak tersedia di dalam tanah sebaliknya ada jenis hara yang memang harus diberikan melalui pemupukan karena tidak tersedia di tanah seperti nitrogen dan sulfur. Sumber nitrogen dan sulfur yang dapat diserap oleh tanaman umumnya dalam bentuk garam-garam nitrat dan sulfat. Penggunaan garam-garam tersebut secara langsung sebagai pupuk kadang kurang menguntungkan karena bila air berlebihan maka garam yang larut akan terbawa oleh aliran air sehingga relatif banyak yang hilang.

Berdasarkan hal tersebut bila zeolit alam direndam dalam larutan garam ammonium sulfat diduga bahwa

kation dalam pori zeolit akan tertukar oleh kation ammonium, sebagian molekul air akan tergantikan oleh molekul garam ammonium sulfat, sedang adanya perlakuan panas pada senyawa yang dihasilkan dimungkinkan terjadi perubahan struktur pada zeolit.

### BAHAN DAN ALAT

Bahan-bahan yang digunakan meliputi zeolit alam dari Cikidang Sukabumi dengan ukuran lolos ayakan 106  $\mu$ m, garam ammonium sulfat p.a, aquades, asam klorida p.a, dan barium hidroksida okta hidrat.

Peralatan yang digunakan meliputi alat-alat gelas, ayakan, oven, karakterisasi hasil dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-X tipe PW 3710 BASED merk Philips dan spektrofotometer FTIR merk Shimadzu.

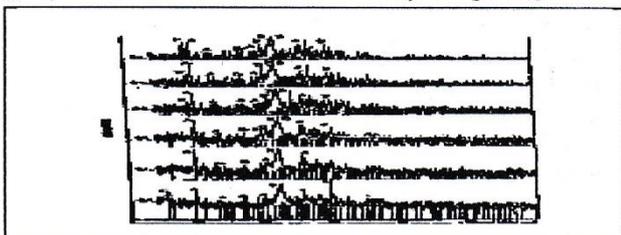
### METODA PENELITIAN

Sampel zeolit dicuci selanjutnya dikeringkan pada 120 °C selama 2 jam. Zeolit sebanyak 10 gram dibungkus dalam kain kasa selanjutnya direndam dalam 50 ml larutan garam ammonium sulfat dalam kisaran konsentrasi 13,2-39,6%(b/v) dengan selang 6,6% selama 2 jam. Sampel diangkat dan didiamkan selama 24 jam, selanjutnya dikeringkan pada 120 °C selama 2 jam. Hasil yang diperoleh dikalsinasi pada suhu 250 °C selama 4 jam dalam oven terkontrol selanjutnya didinginkan

Hasil yang diperoleh dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X dan spektrofotometer FTIR.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Impregnasi zeolit dalam larutan garam ammonium sulfat seperti yang dilakukan dimaksudkan agar garam ammonium sulfat terdispersi ke seluruh bagian struktur pori dan saluran zeolit secara merata, masuknya garam ammonium sulfat ke seluruh bagian pori zeolit dapat terjadi dengan proses adsorpsi, difusi maupun migrasi. Karakterisasi hasil dengan difraktometer sinar-X dilakukan untuk menentukan jenis mineral komponen penyusun zeolit asal maupun zeolit hasil. Difraktogram zeolit asal dan zeolit hasil disajikan pada gambar 1



Gambar 1. difraktogram zeolit asal dan zeolit hasil impregnasi pada berbagai konsentrasi garam, A<sub>0</sub> (0%), A<sub>1</sub> (13,2%), A<sub>2</sub> (19,8%), A<sub>3</sub> (26,4%), A<sub>4</sub> (33%), A<sub>5</sub> (39,6%).

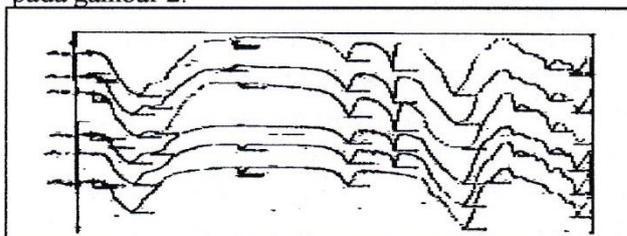
Puncak-puncak difraktogram yang muncul pada zeolit asal maupun zeolit hasil impregnasi dapat dikelompokkan berdasarkan harga jarak bidang basal (*d*) selanjutnya dibandingkan terhadap standar, harga *d* puncak difraktogram disajikan pada tabel 1. Berdasarkan hal tersebut ternyata bahwa zeolit asal tersusun dari mineral mordenit, klinoptilolit, dan monmorilonit. Dari difraktogram zeolit hasil impregnasi pada berbagai konsentrasi garam memperlihatkan pola difraktogram yang berbeda, pada konsentrasi garam 13,2% belum menunjukkan adanya puncak-puncak baru, tetapi pada konsentrasi garam 19,8% dan 26,4% muncul tiga puncak baru, dua puncak diantaranya mempunyai intensitas yang lebih tinggi dibanding intensitas standar yang digunakan, hal ini menunjukkan bahwa orientasi pembentukan mineral baru lebih kuat pada bidang kristal yang mempunyai harga *d* mendekati 4,37 dan 4,08 dari standar. Pada difraktogram A<sub>4</sub> dan A<sub>5</sub> dengan konsentrasi garam 33 dan 39,6% muncul puncak baru yang mempunyai harga *d* mendekati 9,83 (standar) yang intensitasnya paling kuat (100%) dimana mineral yang digunakan sebagai standar adalah koktail. Ada nya perbedaan intensitas antara mineral standar dengan intensitas mineral baru yang terbentuk kemungkinan

karena zat standar yang digunakan merupakan mineral alam yang mempunyai intensitas maksimum pada harga *d* = 9,83 sedang pada mineral baru yang terbentuk sebagai hasil samping pertukaran kation. Penggunaan reaktan ammonium sulfat yang berlebihan akan bergabung dengan garam yang terbentuk yaitu CaSO<sub>4</sub> membentuk garam rangkap (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Ca(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, sedangkan garam (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>Ca(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> yang ada di alam dikenal sebagai koktail.

Variasi konsentrasi garam yang digunakan memberikan perubahan harga *d* dari mineral menjadi lebih besar hal ini diduga kemungkinan terjadinya perubahan orientasi pembentukan bidang akan menyebabkan terjadinya pergeseran sudut difraksi karenanya harga *d* akan berubah, kemungkinan yang lain adalah terjadinya pertukaran kation alkali tanah oleh ion ammonium akan mempengaruhi panjang ikatan Si-O dan Al-O.

Larutan ammonium sulfat bersifat asam, larutan tersebut akan memberikan efek pencucian pada proses perendaman zeolit dalam larutan tersebut karenanya pengotor yang ada akan terlarut, zeolit yang diperoleh lebih murni akibatnya intensitas puncak menjadi berubah. Perubahan intensitas puncak diduga juga dapat terjadi sebagai akibat perlakuan kalsinasi pada sampel, hal ini dapat menyebabkan terjadinya penataan ulang pada suhu kalsinasi sehingga terjadi perubahan struktur. Harga *d* tertentu dari mineral klinoptilolit dan monmorilonit ada yang tidak muncul, hal ini kemungkinan disebabkan sinar datang sejajar dengan bidang basal sehingga kisi tersebut tidak mendifraksi sinar yang masuk.

Karakterisasi zeolit asal dan zeolit hasil impregnasi dengan spektrofotometer dilakukan untuk menentukan kemungkinan adanya perubahan yang terjadi akibat perendaman zeolit dalam larutan ammonium sulfat, spectra zeolit asal dan zeolit hasil impregnasi disajikan pada gambar 2.



Gambar.2. spectra IR zeolit sebelum dan sesudah impregnasi pada berbagai konsentrasi garam A<sub>0</sub>(0%), A<sub>1</sub> (13,2%), A<sub>2</sub>(19,8%), A<sub>3</sub>(26,4%), A<sub>4</sub>(33%), A<sub>5</sub>(39,6%).

Dari pola spectra di atas terlihat bahwa perlakuan impregnasi zeolit dalam larutan ammonium sulfat pada berbagai konsentrasi menyebabkan terjadinya pergeseran bilangan gelombang pada daerah serapan ikatan Si-O-Al dari 1047-1105  $\text{cm}^{-1}$ , pergeseran ini diduga karena terjadinya pertukaran ion  $\text{Ca}^{2+}$  oleh  $\text{NH}_4^+$  yang menyebabkan panjang ikatan Si-O dan Al-O berubah menjadi lebih pendek sehingga frekwensi vibrasinya semakin tinggi. Pada daerah 1080-1120  $\text{cm}^{-1}$  terjadi pelebaran pita serapan dan adanya sedikit punuk diduga akibat pengaruh vibrasi dari gugus  $\text{SO}_4^{2-}$ .

Pita serapan baru yang muncul pada daerah 1400,2  $\text{cm}^{-1}$  terjadi karena adanya vibrasi tekuk gugus  $\text{NH}_4^+$  yang intensitasnya semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi garam yang digunakan, hal ini diperkuat oleh munculnya pita serapan pada daerah 3220,9, 3224,8 dan 3232,5  $\text{cm}^{-1}$  yang karakteristik untuk vibrasi rentangan asimetri dari gugus  $\text{NH}_4^+$  Pita serapan pada daerah 601,7; 603,7; dan 605,6  $\text{cm}^{-1}$  intensitasnya semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi garam, pita serapan tersebut berkaitan dengan adanya serapan oleh cincin ganda beranggota empat yang sesuai untuk zeolit tipe klinoptilolit, selain itu juga terjadi splitting pita serapan dengan meningkatnya konsentrasi garam, yang disebabkan oleh adanya vibrasi tekuk dari gugus gugus sulfat. Zeolit meskipun telah dipanaskan hingga 250°C ternyata tidak semua molekul air yang terperangkap dalam pori dan saluran zeolit dapat dilepaskan, adanya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1637,5 yang karakteristik untuk serapan oleh air bebas. Adanya ion  $\text{NH}_4^+$  akan mempengaruhi gugus OH dari zeolit, dengan mendekatnya ion  $\text{NH}_4^+$  pada gugus O-H maka ikatan O-H menjadi lemah sehingga terjadi pergeseran bilangan gelombang ke arah yang lebih rendah dari vibrasi rentangan gugus O-H yakni dari 3348,5 ke 3415,7  $\text{cm}^{-1}$ , sedangkan pita serapan yang karakteristik untuk gugus  $\text{TO}_4$  (T=Si, Al) terjadi pada daerah bilangan gelombang 468-470  $\text{cm}^{-1}$ .

Dari uraian tersebut di atas dapat dinyatakan bahwa perlakuan impregnasi yang diikuti dengan kalsinasi pada 250°C tidak berpengaruh terhadap struktur zeolit.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hal tersebut di atas disimpulkan bahwa:

1. Garam ammonium sulfat dapat terperangkap dalam pori zeolit dalam bentuk  $(\text{NH}_4)_2\text{Ca}(\text{SO}_4)_2$ .
2. Perlakuan kalsinasi pada 250°C tidak merubah struktur zeolit.

## PUSTAKA

1. Halimatun,H., 1992, "Introduction to Zeolites, Syntesis, characteritation and Modification", University of Technology Malaysia, Malaysia.
2. Raory,S.H, Michail and Rabenserich, 1983, "Mocro Structure and Thermal Analysis of Solid Surface", John Willy and Soons Inc, New York, p.118-122.
3. Ribero,R.F, Aliano and E.Rodriques, 1984, "Zeolites Science and Technology" NATO ASI Series, Boston.
4. Tsitsivili,G.V and T.G.Andronikastilic, 1992, "Natural Zeolites", Simon and Schuster International Grouf, Great Britain.

