

KAJIAN PENGARUH KONSENTRASI NaOH TERHADAP KARAKTER ZEOLIT SINTETIK DARI KAOLIN LOKAL KALIMANTAN SELATAN

The Effect of NaOH Concentration towards Characteristic of Zeolite Synthesized from from Kaolin of South Borneo

Tety Wahyuningsih Manurung, Sunardi, Utami Irawati

Program Studi Kimia FMIPA Unlam Banjarbaru
Jl. A. Yani Km. 35,8 Banjarbaru Kalimantan Selatan

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pemanfaatan kaolin Tatakan, Kalimantan Selatan dengan mentransformasi kaolin menjadi zeolit. Zeolit disintesis dari kaolin dengan proses hidrotermal. Sebelum dilakukan sintesis, kaolin terlebih dahulu diubah struktur berlapisnya menjadi amorf dengan proses metakaolinisasi pada temperatur 800 °C selama 3 jam. Proses hidrotermal menggunakan autoclave dilakukan pada temperatur 100 °C selama 24 jam dengan variasi konsentrasi NaOH yaitu 3, 5 dan 7M. Hasil analisis XRD, FTIR dan SEM menunjukkan zeolit yang terbentuk adalah zeolit LTA, sodalite dan Na-X.

Kata kunci : sintesis, kaolin, zeolit, konsentrasi NaOH

ABSTRACT

In this study, zeolite was synthesized from kaolin originated from Tatakan, South Borneo through a hydrothermal process. Before the synthesis, kaolin was transformed from its layered structure to be amorph one. The transformation took place through metakaolinization process at 200 °C for 3 hours. An autoclave was used for the hydrothermal process at 100 °C for 24 hours, while the NaOH concentrations were varied in following concentrations : 3, 5 and 7M. Based on XRD, FTIR and SEM result, it can be concluded that the zeolite being formed were LTA, sodalite and Na-X ones.

Key words : synthesis, kaolin, zeolite, concentration of NaOH

PENDAHULUAN

Zeolit merupakan material polimer silika-alumina berpori yang memiliki luas permukaan besar dan situs-situs aktif, seperti situs asam Bronstead dan asam Lewis. Adanya situs aktif ini mengakibatkan zeolit memiliki kemampuan untuk menyerap senyawa atau ion dari dalam larutan atau udara (Davis & Lobo, 1992). Kegunaan zeolit

didasarkan atas kemampuannya melakukan pertukaran ion, adsorpsi dan katalisator. Zeolit memiliki bentuk kristal yang sangat teratur dengan rongga yang saling berhubungan ke segala arah yang menyebabkan luas permukaan zeolit sangat besar (Alkan dkk, 2005).

Sintesis zeolit dari kaolin berlangsung melalui dua langkah utama, yaitu metakaolinisasi dan zeolitisasi. Langkah

pertama melibatkan aktivasi termal pada kaolin dengan temperatur 500-900°C (Youssef dkk, 2008) sedangkan zeolitisasi yaitu konversi metakaolin menjadi zeolit. Pada proses zeolitisasi ini terjadi pembentukan gel aluminosilikat, pembentukan dan pertumbuhan kristal (Cristobal dkk, 2010). Konversi kaolin menjadi zeolit ditujukan untuk memperbesar pori, meningkatkan kemampuan adsorpsi dan luas permukaan serta struktur kristal yang lebih teratur (Covarrubius dkk, 2006).

Keberadaan kaolin di Kalimantan Selatan ditemukan dalam bentuk endapan sedimen yang berupa lempung dengan kualitas tinggi, berwarna putih, abu-abu, lunak dan tidak plastis. Lokasi terdapatnya endapan lempung tersebut tersebar pada beberapa daerah seperti Hulu Sungai Utara, Tapin, Banjar, dan Kotabaru.

Kandungan yang dimiliki oleh kaolin Kalimantan Selatan yaitu Al_2O_3 7,6-28,75 %, SiO_2 44,52-86,95 %, MgO 0,02-0,65 %, Fe_2O_3 0,03-9,67 %, dan TiO_2 0,05-0,43 % (Anonim¹, 2005).

Tujuan yang hendak dicapai dalam penelitian ini adalah mengkaji pengaruh dari penambahan konsentrasi NaOH terhadap jenis dan karakter zeolit sintetik dari kaolin lokal Kalimantan Selatan. Parameter konsentrasi NaOH yang berbeda-beda pada sintesis zeolit akan menghasilkan jenis zeolit yang berbeda.

METODE PENELITIAN

Preparasi Kaolin

Sampel padatan kaolin dari Tatakan, Kalimantan Selatan digerus dan dikeringkan di dalam oven selama 24 jam dengan temperatur 100°C kemudian diayak dengan ukuran 170 mesh. Kaolin 170 mesh dimasukkan ke dalam akuades dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 4 jam. Larutan H_2O_2 30% sedikit demi sedikit dimasukkan ke dalam campuran hingga tidak terbentuk kembali gelembung-gelembung udara dan diaduk selama 24 jam, didiamkan hingga kaolin mengendap. Endapan ditambahkan kembali akuades dan diaduk dan diatur pH larutan dengan menambahkan NaOH hingga pH 10. Selanjutnya dilakukan pengadukan kembali selama 15 menit dan kemudian didiamkan selama 3,5 jam. Setelah 3,5 jam, larutan bagian atas diambil dengan metode sifoning dan kemudian diuapkan sehingga diperoleh padatan kaolin murni. Padatan kaolin yang telah kering dihaluskan dan diayak kembali sehingga lolos 170 mesh kemudian dikarakterisasi menggunakan FTIR, XRD, SEM (Sunardi dkk, 2009).

Sintesis Zeolit

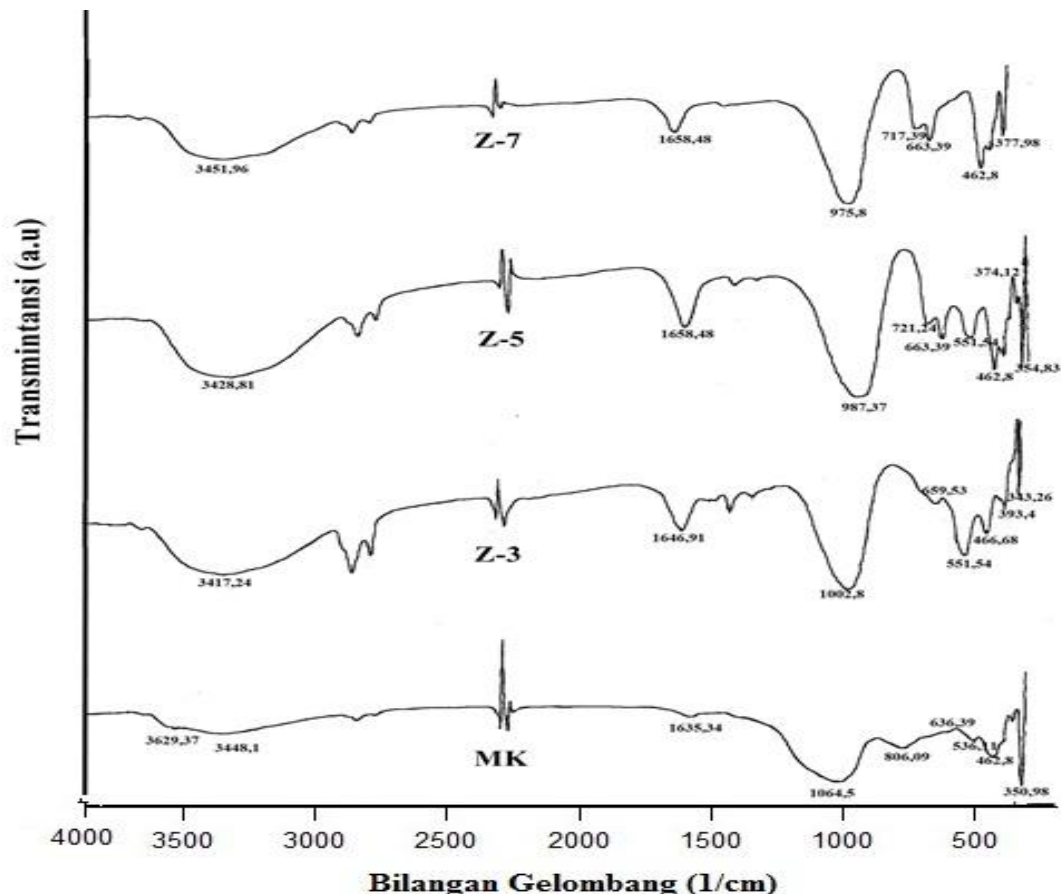
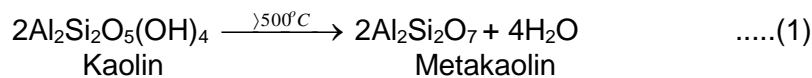
Kaolin hasil preparasi dikalsinasi menggunakan *furnace* pada temperatur 800°C selama 3 jam sehingga diperoleh metakaolin. Sampel metakaolin diberikan perlakuan dengan menambahkan larutan NaOH dengan variasi konsentrasi 3 M, 5 M dan 7 M dengan perbandingan

metakaolin : NaOH yaitu 2,5 g: 25 mL kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 12 jam. Campuran tersebut dimasukkan ke dalam *autoclave* dan selanjutnya proses hidrotermal dilakukan pada temperatur 100°C selama 24 jam. Fasa padat hasil hidrotermal dipisahkan dan dinetralkan dengan akuades dan dikeringkan pada temperatur 100°C. Padatan yang

diperoleh kemudian dikarakterisasi dengan teknik XRD, FTIR, SEM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Proses sintesis zeolit diawali dengan merubah struktur berlapis dari kaolin alam Tatakan hingga menjadi hancur (amorf) yang disebut metakaolin. Reaksi yang terjadi pada proses metakaolinisasi sesuai dengan persamaan reaksi (1) sebagai berikut :



Gambar 1. Spektra inframerah sampel metakaolin (MK), zeolit dengan variasi konsentrasi NaOH (Z-3 = NaOH 3M, Z-5 = NaOH 5M, Z-7 = NaOH 7M)

Tabel 1. Puncak serapan FTIR Metakaolin dan Zeolit

Daerah (cm ⁻¹)	MK	Z-3	Z-5	Z-7	Keterangan
4000-1250	3629,37 ;	-	-	-	Vibrasi ulur OH ⁻ (Al----O-H inter oktahedral)
3620*	3448,1	3417,24	3428,81	3451,96	Vibrasi ulur O-H
	1635,34	1646,91	1658,48	1658,48	vibrasi tekuk –OH
1250-950	1064,51	1002,8	987,37	975,8	vibrasi rentangan asimetris
820-650	806,09	659,53	721,24	717,39	vibrasi rentangan simetris
			663,39	663,39	
650-500	636,39 ;	551,54	551,54	-	vibrasi cincin ganda
537*	536,11	-	-	-	vibrasi Si-O-Al ^{VI}
500-420	462,8	466,68	462,8	462,8	vibrasi tekuk T-O
420-300	350,98	393,40	374,12	377,98	vibrasi pori terbuka
		343,26	354,83	323,98	

*Ekosse (2005)

Keterangan : T = Si atau Al ; MK = Metakaolin ; Z-3 = NaOH 3M ; Z-5 = NaOH 5M dan Z-7 = NaOH 7M.

Data spektroskopi FTIR dari metakaolin dan zeolit hasil sintesis dengan variasi konsentrasi NaOH ditunjukkan pada Gambar 1. Vibrasi ulur –OH dimiliki oleh masing-masing MK, Z-3, Z-5 dan Z-7 berturut-turut yaitu 3448,1 cm⁻¹; 3417,24 cm⁻¹; 3428,81 cm⁻¹ dan 3451,96 cm⁻¹. Sedangkan vibrasi tekuk –OH berturut-turut pada daerah 1635,34 cm⁻¹; 1646,91 cm⁻¹; 1658,48 cm⁻¹ dan 1658,48 cm⁻¹.

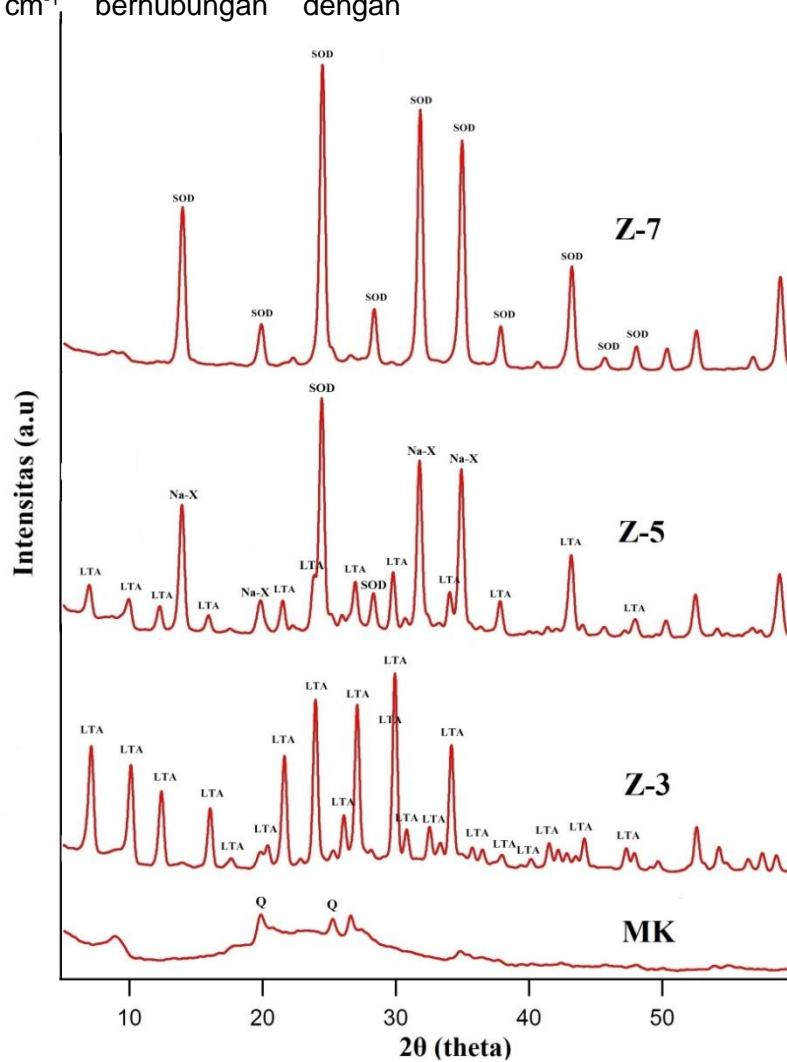
Pita serapan pada daerah antara 1250-950 cm⁻¹ menunjukkan serapan vibrasi rentangan asimetris eksternal (T-O-T) dan internal (O-T-O) (Flanigen dkk, 1971). Pita serapan vibrasi rentangan asimetris yang muncul pada keempat perlakuan secara berturut-turut untuk MK, Z-3, Z-5 dan Z-7 adalah 1064,51 cm⁻¹, 1002,8 cm⁻¹, 987,37 cm⁻¹ dan 975,8

cm⁻¹. Serapan pada daerah bilangan gelombang 850-650 cm⁻¹ merupakan serapan vibrasi rentangan simetris yang dapat dibedakan menjadi 2 daerah yaitu 720-650 cm⁻¹ yang merupakan vibrasi internal (Flanigen dkk, 1971) dan 780-720 cm⁻¹ yang merupakan hasil vibrasi eksternal. Pada MK terdapat daerah serapan vibrasi rentangan simetris yaitu pada daerah 806,09 cm⁻¹, sedangkan Z-3 memiliki vibrasi rentangan yang lebih spesifik yaitu vibrasi internal pada daerah 659,53 cm⁻¹. Sampel Z-5 dan Z-7 masing-masing memiliki 2 daerah vibrasi rentangan simetris. Pada Z-7 terdapat 2 daerah vibrasi rentangan simetris internal, yaitu pada bilangan gelombang 717,39 cm⁻¹ dan 663,39 cm⁻¹. Pada Z-5 terdapat 2 vibrasi rentangan simetris yaitu vibrasi internal pada daerah 663,39

cm^{-1} dan vibrasi eksternal pada daerah $721,24 \text{ cm}^{-1}$.

Pita serapan pada daerah antara $500-420 \text{ cm}^{-1}$ berhubungan dengan serapan vibrasi tekuk T-O (Flanigen dkk, 1971). Pita serapan muncul pada keempat perlakuan yaitu MK, Z-3, Z-5 dan Z-7. Terdapat kesamaan daerah serapan vibrasi tekuk T-O pada MK, Z-5 dan Z-7 yaitu daerah $462,8 \text{ cm}^{-1}$, sedangkan pada Z-3 serapan vibrasi tekuk T-O terdapat pada daerah $466,68 \text{ cm}^{-1}$. Pita serapan pada daerah antara $420-300 \text{ cm}^{-1}$ berhubungan dengan

serapan vibrasi dari pori terbuka (Flanigen dkk, 1971). Pada MK terdapat serapan yaitu $350,98 \text{ cm}^{-1}$, sedangkan pada Z-7 terdapat 2 daerah serapan yaitu $377,98 \text{ cm}^{-1}$ dan $323,98 \text{ cm}^{-1}$. Daerah serapan yang dimiliki oleh Z-3 dan Z-5 yang menunjukkan bahwa pada zeolit yang dihasilkan memiliki pori terbuka, berturut-turut untuk Z-3 yaitu pada daerah $393,40 \text{ cm}^{-1}$ dan $343,26 \text{ cm}^{-1}$. Sedangkan untuk Z-5 yaitu serapan terjadi pada daerah $374,12 \text{ cm}^{-1}$ dan $354,83 \text{ cm}^{-1}$.



Gambar 2. Difraktogram sinar X dengan variasi konsentrasi NaOH

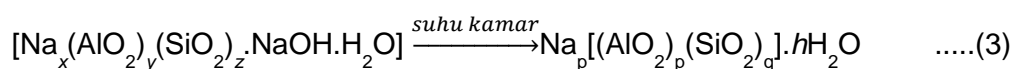
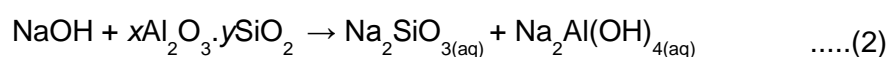
(MK = metakaolin, Z-3 = NaOH 3M, Z-5 = NaOH 5M, Z-7 = NaOH 7M)
 Difraktogram dari metakaolin dan zeolit hasil sintesis dengan variasi konsentrasi 3, 5 dan 7M ditampilkan pada Gambar 2. Harga posisi puncak intensitas difraksi untuk zeolit dengan perlakuan konsentrasi NaOH 3M (Z-3) yaitu sekitar 2θ ($^{\circ}$) = 7,18; 10,2; 12,44; 16,12; 17,66; 20; 20,4; 21,7; 22,92; 24,04; 25,32; 26,14; 27,16; 29,98; 30,86; 32,58; 33,42; 34,2; 35,8; 36,52; 37,98; 40,18; 41,58; 42,2; 42,9; 43,54; 44,24; 47,34; 47,96. Harga posisi puncak dimiliki oleh zeolit *Linde Type A* (LTA).

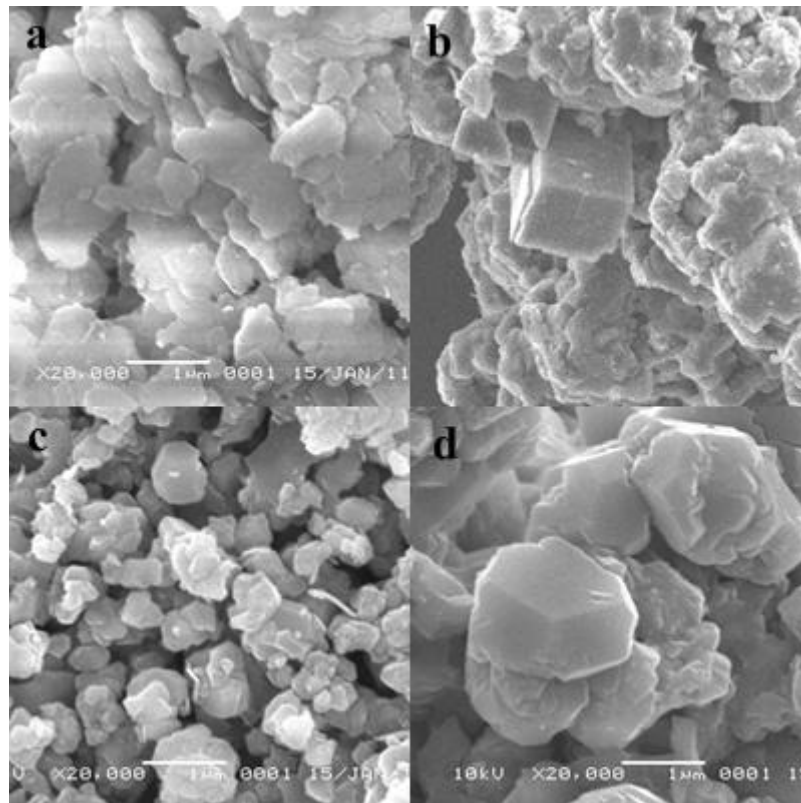
Pada difraktogram sinar-X Z-5, posisi puncak-puncak yang dimiliki hampir sama dengan posisi puncak-puncak milik Z-3 yaitu sekitar 2θ ($^{\circ}$) = 7,1; 10,08; 12,4; 14,04; 16; 20; 21,58; 24,48; 27,02; 28,36; 29,86; 31,84; 34,08; 34,96; 37,84; 43,32; 48,02. Hal ini dapat dikatakan bahwa jenis zeolit (Z-5) yang terbentuk sama dengan Z-3 yaitu zeolit *Linde Type A* (LTA). Yang membedakan antara Z-3 dan Z-5 yaitu adanya puncak lain yang dimiliki oleh Z-5 yaitu puncak milik *sodalite octahydrate* (SOD) pada 2θ ($^{\circ}$) = 24,48 dan 28,36 dan untuk zeolit Na-X pada 2θ ($^{\circ}$) = 14,04; 20; 31,84; 34,08. Pada difraktogram Z-7 posisi puncak-

puncak yang dimiliki yaitu sekitar 2θ ($^{\circ}$) = 14,04; 19,94; 24,52; 28,36; 31,84; 34,98; 37,88; 40,58; 43,24 dan menunjukkan harga posisi puncak intensitas difraksi 2θ ($^{\circ}$) yang seragam dengan *sodalite octahydrate* (SOD).

Perbedaan antara difraktogram Z-3, Z-5 dan Z-7 sangat dipengaruhi oleh perlakuan variasi konsentrasi NaOH. Peran NaOH sebagai *mineralizer* dalam proses sintesis zeolit secara alkalihidrotermal, seperti ditunjukkan pada persamaan reaksi (2) dan (3) (Keka dkk, 2004).

Analisis morfologi dari metakaolin dan zeolit yang terbentuk menggunakan SEM disajikan pada Gambar 3. Gambar ini menunjukkan bahwa terjadi perbedaan struktur yang dimiliki oleh metakaolin dan zeolit yang terbentuk. Pada Gambar 4.10b terlihat bentuk dari zeolit tipe LTA ($[\text{Na}^{+}_{12}(\text{H}_2\text{O})_{27}]_8[\text{Al}_{12}\text{Si}_{12}\text{O}_{48}]_8$) yang berbentuk kubus yang berbeda dengan zeolit tipe *sodalite* ($[\text{Na}^{+}_8\text{Cl}^{-2}] [\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}]$) dan tipe Na-X ($(\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}, \text{Na}^{+}_2)_{29}(\text{H}_2\text{O})_{240}[\text{Al}_{58}\text{Si}_{134}\text{O}_{384}]$).





Gambar 3. Foto SEM sampel metakaolin (a), zeolit tipe LTA (b), zeolit tipe *sodalite* (c), zeolit tipe Na-X (d)

KESIMPULAN

Hasil analisis terhadap kaolin, metakaolin dan variasi zeolit sintetik yang terbentuk menggunakan FTIR, XRD dan Sem menunjukkan pengaruh penambahan konsentrasi NaOH yang bervariasi terhadap zeolit yang terbentuk yaitu dengan konsentrasi NaOH 3M terbentuk zeolit tipe LTA, dengan konsentrasi NaOH 5M terbentuk zeolit tipe LTA, Na-X dan *sodalite* dan dengan konsentrasi NaOH 7M terbentuk zeolit tipe *sodalite*.

DAFTAR PUSTAKA

Alkan, M., C. Hopa, Z. Yilmaz, H. & Guler. 2005. The effect alkali concentration and solid/liquid ratio on the hydrothermal synthesis of zeolit NaA from

natural kaolinite. *Microporous and Mesoporous Materials* 86, 176-184.

Anonim¹. 2005. Data Pertambangan mineral dan Batubara. Kalimantan Selatan.

Covarrubias, C., R. Garcia, R. Arriagada, J. Yanez, & M.T. Garland. 2006. Cr(III) exchange on zeolites obtained from kaolin and natural mordenite, *Microporous and Mesoporous Materials*. 88, 220-231.

Cristobal, S. A.G., R. Castelló, M.A. M. Luengo & C. Vizcayno. 2010. Zeolites prepared from calcined and mechanically modified kaolins A comparative study. *Appl. Clay Sci.* 49. 239–246.

Davis, M, E., & Lobo R.F. 1992. Reviews : Zeolite and Molecular Sieve Synthesis. *J. Material Science*. 1-9.

Ekosse, G.E., 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray powder Diffractometry as Complementary Technique in characterizing Clay size fraction of Kaolin. *J. Appl. Sci. Enviro, Mgt* 9(2), 43-48

Flanigen, E.M., H. Khatami & H.A. Szymanski. 1971. *Infrared Strucural Studies of Zeolite Framework. Molecular Sieve Zeolite-I*. American Society Advanced in Chemistry Series.

Keka, O., N.C. Pradhan, & A.N. Samanta. 2004. Zeolite from Fly Ash : Synthesis and Characterization. *Bull. Mater. Sci*, vol. 27 No. 6.

Sunardi, Y., Aryanto, & Sutarno. 2009. Adsorption of gibberellic acid onto natural kaolin from Tatakan, south Kalimantan. *Indo. J. Chem.*, 9 (3), 373-379.

Youssef, H., D. Ibrahim, & S. Komarneni. 2008. Microwave-assisted versus conventional synthesis of zeolite A from metakolinite. *Microporous and Mesoporous Materials* 115, 527-534