



## SINTESIS ZEOLIT DENGAN KANDUNGAN Si/Al RENDAH DARI KAOLIN MENGUNAKAN METODE PELEBURAN DAN HIDROTERMAL

Amir Setiadi\*), Jumaeri dan Nuni Widiarti

Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Sejarah Artikel:  
Diterima Agustus 2016  
Disetujui September 2016  
Dipublikasikan November  
2016

Kata Kunci:  
kaolin  
sintesis  
peleburan  
hidrotermal  
zeolit

### Abstrak

Kaolin Belitung mengandung silikon 42,3% dan aluminium 24% sehingga berpotensi sebagai bahan dasar pada proses sintesis zeolit. Zeolit dapat disintesis dari bahan yang mengandung unsur Si dan Al. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis zeolit dari kaolin menggunakan metode peleburan dan hidrotermal. Kaolin dicampur dengan serbuk NaOH sebagai *mineralizer*. Metode peleburan dilakukan pada temperatur 450°C selama 2 jam kemudian diikuti metode hidrotermal yang dilakukan pada temperatur 175°C selama 6 jam. NaOH yang digunakan dalam penelitian ini yaitu NaOH *pro analyst* dan NaOH teknis. Pencampuran serbuk NaOH/kaolin (b/b) divariasi masing-masing 0,5; 1; 1,25; dan 1,5. Karakterisasi zeolit sintesis dilakukan menggunakan XRD, FT-IR, dan SEM. Hasil karakterisasi menunjukkan zeolit dengan perbandingan rasio NaOH teknis/kaolin 1,25 menghasilkan persentase relatif zeolit A (LTA) sebesar 37,54% dengan kristalinitas sebesar 91,42% dan zeolit dengan perbandingan rasio NaOH *pro analyst*/kaolin 1 membentuk zeolit A (LTA) sebesar 22,72% dengan kristalinitas sebesar 85,37%.

### Abstract

Kaolin contains silicon 42.3% and aluminium 24% therefore it is potential as basic material for synthesizing process of zeolit. Zeolite can be synthesized from material which contains silicon and aluminium. This study aimed to carry out synthesizing zeolite from kaolin using fusion and hidrotermal method. Kaolin was mixed with NaOH powder as mineralizer. Fusion method was carried out on temperature of 450°C for 2 hours then followed by hidrothermal method which carried out on 175°C for 6 hours. NaOH which were used in this research were *pro analyst* NaOH and technical NaOH. Mixing powder NaOH/kaolin (w/w) is varied respectively 0.5, 1, 1.25, and 1.5. Characterizations of synthesized zeolite were carried out by using XRD, FT-IR, and SEM. Characterization result showed that zeolite with technical NaOH/kaolin ratio 1.25 forming zeolite A (LTA) which contained weight relative percentage 37.54% and crystallinity with percentage 91.42% and zeolite with *pro analyst* NaOH/kaolin ratio 1 forming zeolite A (LTA) which contained weight relative percentage 22.72% and crystallinity with percentage 85.37%.

## Pendahuluan

Penggunaan zeolit pada berbagai bidang cukup efektif seiring penelitian tentang aplikasi zeolit yang dilakukan oleh para peneliti. Zeolit didefinisikan sebagai kristal alumino silikat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk oleh tetrahedral  $[AlO_4]^{5-}$  dan  $[SiO_4]^{4-}$  dengan pori-pori didalamnya terisi ion-ion logam. Biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Endrias, *et al.*; 2013).

Salah satu bahan alam yang dapat digunakan sebagai sumber silika dan alumina pada proses sintesis zeolit yaitu kaolin. Kegunaan kaolin sebagai sumber silika dan alumina telah banyak dilakukan sebagai alternatif pada sintesis zeolit. Ma, *et al.* (2013) melakukan sintesis zeolit 13X dari kaolin alam menggunakan metode peleburan diikuti proses hidrotermal. Hasilnya menunjukkan suatu keberhasilan bahwa kaolin dapat ditransformasi menjadi zeolit tipe 13X.

Metode hidrotermal yang diawali dengan metode peleburan akan lebih baik daripada tanpa peleburan (Molina dan Poole; 2004). Proses hidrotermal akan membantu percepatan transformasi bahan seperti abu layang menjadi materi *zeolite-like* dan tidak merusak struktur dasar kristal zeolit yang terbentuk dari proses fusi alkali yang dilakukan sebelumnya.

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik zeolit hasil sintesis dari kaolin. Dalam penelitian ini digunakan *mineralizer* yaitu NaOH *pro analyst* dan berdasarkan tingkat kesulitan pada pencampuran NaOH *pro analyst* yang berupa serbuk digunakan NaOH teknis sebagai pembanding.

## Metode Penelitian

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan 100 *mesh*, *muffle furnace*, *hot plate*, *autoclave*, oven, spektrofotometer infra-merah (FT-IR *Shimadzu-8201 PC*), difraktometer sinar-X PW3 710 (*Shimadzu XRD 6000*), seperangkat alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan seperangkat alat fluoresensi sinar-X (*XRF JEOL Element Analyzer JSX-3211*). Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu kaolin, NaOH, asam oksalat, fenolftalein dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, NaOH teknis dan aquademin.

Sintesis zeolit dari kaolin dilakukan dengan perlakuan awal yaitu menyaring kaolin ukuran 100 *mesh* kemudian dilanjutkan dengan pencampuran NaOH (*pro analyst* atau teknis)

dan kaolin dengan perbandingan berat (b/b) 0,5; 1; 1,25; 1,5 dan dilanjutkan dengan pemanasan di *muffle furnace* pada temperatur 450°C selama 2 jam. *Slurry* yang dihasilkan di *stirrer* selama 1 jam pada temperatur 50°C. Setelah itu dilakukan proses hidrotermal menggunakan reaktor *autoclave* berlapis teflon selama 6 jam pada temperatur 175°C kemudian dilakukan netralisasi dan pengeringan pada suhu kamar. Zeolit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD. Zeolit dengan kristalinitas paling tinggi kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX dan FT-IR. Hasil data dan kondisi sintesis ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Kondisi sintesis dan hasil data

| Kode | NaOH <i>pro analyst</i> (g) | NaOH teknis (g) | Kaolin (g) |
|------|-----------------------------|-----------------|------------|
| A1   | 10                          | -               | 20         |
| A2   | 10                          | -               | 10         |
| A3   | 10                          | -               | 8          |
| A4   | 10                          | -               | 6,67       |
| B1   | -                           | 10              | 20         |
| B2   | -                           | 10              | 10         |
| B3   | -                           | 10              | 8          |
| B4   | -                           | 10              | 6,67       |

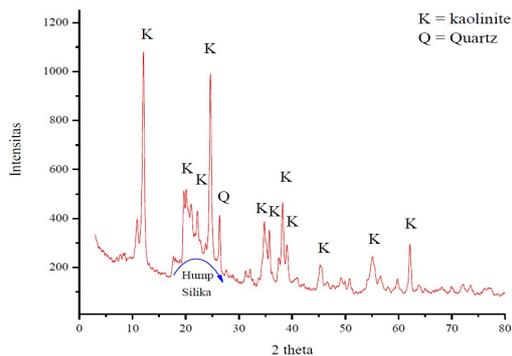
## Hasil dan Pembahasan

Analisis menggunakan XRF bertujuan untuk mengetahui komposisi kimia bahan kaolin dan kadar dari masing-masing unsur penyusun. Karakterisasi menggunakan XRF ditunjukkan pada Tabel 2.

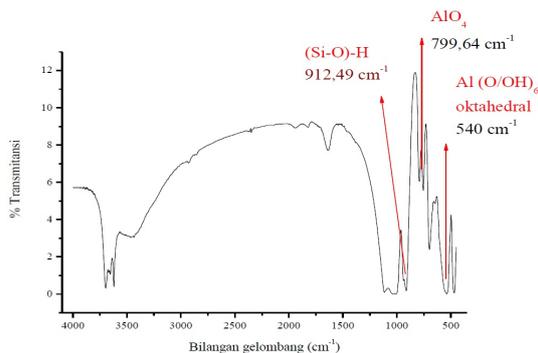
**Tabel 2.** Analisis komposisi kimia dari kaolin menggunakan XRF

| No | Komponen | Presentase (b/b) |
|----|----------|------------------|
| 1  | Si       | 42,30            |
| 2  | Al       | 24,00            |
| 3  | Fe       | 13,50            |
| 4  | K        | 5,24             |
| 5  | Ca       | 6,17             |
| 6  | Ti       | 2,77             |
| 7  | V        | 0,10             |
| 8  | Cr       | 0,18             |
| 9  | Mn       | 0,19             |
| 10 | Ni       | 3,53             |

Analisis kaolin menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui sifat kristalinitas dan mineral penyusun kaolin. Analisis XRD dilakukan dalam rentang sudut ( $2\theta$ ) antara 3-80 derajat dengan radiasi Cu sebesar 40.0 kv dan arus 30 mA. Data yang dihasilkan dicocokkan dengan JCPDS (*Joint Committee for Powder Diffraction Standard*) yang berupa jarak antar bidang, intensitas, dan besar sudut ( $2\theta$ ). Hasil analisis kaolin menggunakan XRD ditunjukkan pada Gambar 1.

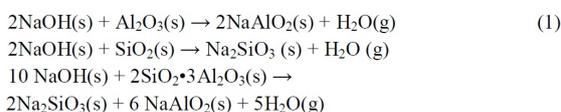


**Gambar 1.** Analisis XRD dari kaolin belitung  
 Gambar 1. menunjukkan pola difraksi dari kaolin Belitung yang digunakan pada proses sintesis zeolit. Analisis XRD dari bahan kaolin menunjukkan kaolin tersusun dari *kaolinite* sebagai bahan utama dengan *peak-peak* tertinggi pada  $2\theta = 12,048^\circ$ ;  $24,634^\circ$ ; dan  $38,177^\circ$  serta *quartz* dalam jumlah kecil yang ditunjukkan pada  $2\theta = 26,369^\circ$  (Septawendar, *et al.*; 2013). *Hump* yang terbentuk pada kisaran  $2\theta = 15 - 30^\circ$  mengindikasikan adanya kandungan silika *amorf* dalam kaolin (Feng, *et al.*; 2009). Hasil analisis kaolin menggunakan FT-IR ditunjukkan pada Gambar 2.



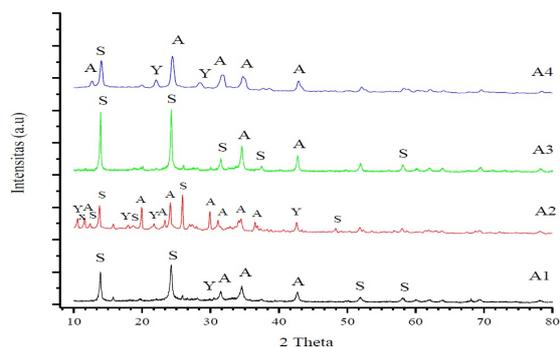
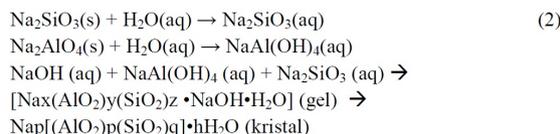
**Gambar 2.** Analisis FT-IR dari kaolin Belitung  
 Munculnya pita serapan pada daerah bilangan gelombang  $912,49\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur gugus (Si-O)-H dari kaolin. Vibrasi ulur Al (O/OH)<sub>6</sub> oktahedral pada kaolin teramati pada bilangan gelombang  $540\text{ cm}^{-1}$ . Selain itu juga muncul pita serapan dengan puncak vibrasi pada  $799,64\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi tetrahedral AlO<sub>4</sub> (Septiyana dan Prasetyoko; 2012).

Reaksi NaOH dengan kaolin sebagai sumber silika dan alumina pada proses peleburan dilakukan pada temperatur  $450^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Persamaan reaksi pada proses peleburan



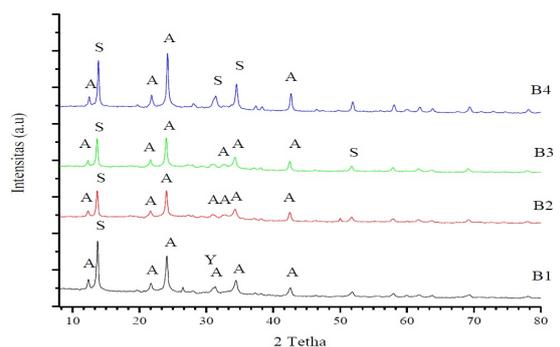
ditunjukkan pada reaksi 1 (Zhely dan Widiastuti; 2011).

Proses peleburan dilakukan untuk memperoleh bahan metakaolin sebagai sumber silika, alumina dan natrium sehingga dapat dikonversi menjadi zeolit pada tahap hidrotermal pada tahap selanjutnya. Reaksi yang terjadi pada proses hidrotermal ditunjukkan pada reaksi 2 (Zhely dan Widiastuti; 2011).



**Gambar 3.** Pola difraksi zeolit hasil sintesis menggunakan NaOH *pro analysis* pada rasio NaOH/Kaolin (A1) 0,5; (A2) 1; (A3) 1,25; dan (A4) 1,5

Gambar 3. menunjukkan zeolit hasil sintesis menggunakan NaOH *pro analyst* mengandung zeolit tipe *sodalit*, zeolit NaX dan zeolit NaY yang ditandai terdapatnya pola dan puncak-puncak pada  $2\theta$  pada masing-masing tipe zeolit berdasarkan data JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dari Treacy dan Higgins (2001).



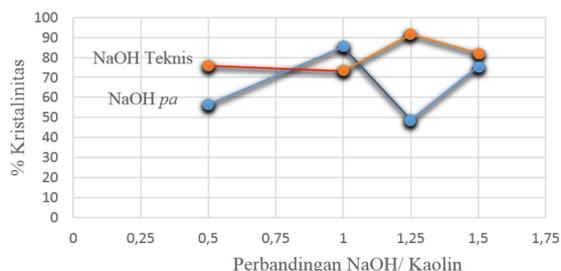
**Gambar 4.** Pola difraksi zeolit hasil sintesis menggunakan NaOH teknis pada rasio NaOH/Kaolin (A1) 0,5; (A2) 1; (A3) 1,25; dan (A4) 1,5

Gambar 4. menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis menggunakan NaOH teknis membentuk empat jenis zeolit yaitu zeolit A, zeolit tipe *sodalit*, zeolit NaX dan zeolit NaY.

Kristalinitas zeolit A yang dihasilkan dari zeolit hasil sintesis ditentukan dengan menggunakan rumus (Zhely dan Widiastuti; 2012).

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{\text{total Intensitas Relatif zeolit A}}{\text{total Intensitas Relatif Zeolit A standar}} \times 100\%$$

Dari perhitungan persentase kristalinitas dihasilkan data grafik perhitungan kristalinitas zeolit A hasil sintesis seperti pada Gambar 5.



**Gambar 5.** Pengaruh perbandingan NaOH/kaolin terhadap kristalinitas zeolit hasil sintesis

Zeolit hasil sintesis menggunakan NaOH *pro analyst* memiliki nilai kristalinitas paling tinggi yaitu pada sampel A2 yang mempunyai komposisi perbandingan berat NaOH/kaolin= 1 sebesar 85,37%. Zeolit hasil sintesis yang menggunakan NaOH teknis didapat data nilai kristalinitas paling tinggi yaitu pada zeolit B3 yang mempunyai komposisi perbandingan berat 1,25 sebesar 91,42%.

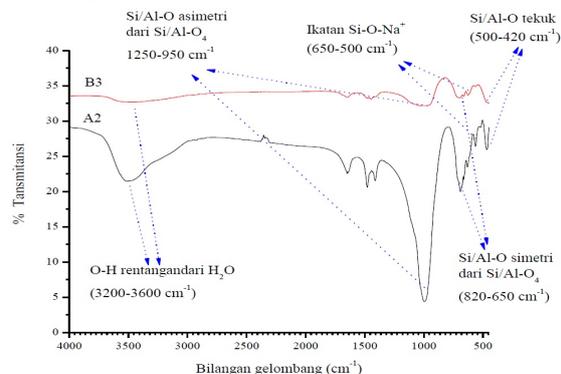
Analisis menggunakan XRD menunjukkan bahwa zeolit A2 menghasilkan *peak-peak* zeolit A sebanyak 7 *peak* sedangkan zeolit B3 hanya 4 *peak*. Berdasarkan *peak* yang dihasilkan pada zeolit A2 dan zeolit B3 menunjukkan bahwa kualitas NaOH *pro analyst* sebagai *mineralizer* lebih baik daripada NaOH teknis.

Analisis komposisi relatif mineral digunakan untuk mengetahui komposisi mineral yang terbentuk dari zeolit hasil sintesis. Zeolit hasil sintesis mengandung campuran dari beberapa jenis zeolit yang terdeteksi oleh *peak-peak* yang ada melalui karakterisasi menggunakan XRD. Komposisi relatif mineral dari masing-masing zeolit hasil sintesis ditunjukkan pada Tabel 3.

**Tabel 3.** Komposisi relatif mineral penyusun zeolit hasil sintesis

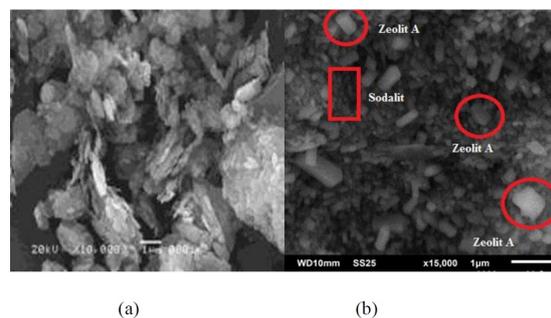
| No. | Kode zeolit hasil sintesis | Kadar relatif sampel (% berat) |         |      |      |
|-----|----------------------------|--------------------------------|---------|------|------|
|     |                            | Zeolit A                       | Sodalit | NaY  | NaX  |
| 1   | A1                         | 11,01                          | 38,02   | 5,39 | -    |
| 2   | A2                         | 22,72                          | 22,45   | 7,84 | 2,43 |
| 3   | A3                         | 9,00                           | 62,58   | -    | -    |
| 4   | A4                         | 39,54                          | 16,00   | 7,72 | -    |
| 5   | B1                         | 43,26                          | 28,65   | 6,87 | -    |
| 6   | B2                         | 35,89                          | 15,08   | -    | -    |
| 7   | B3                         | 37,54                          | 18,85   | -    | -    |
| 8   | B4                         | 35,53                          | 31,02   | -    | -    |

Analisis FT-IR terhadap zeolit hasil sintesis dimaksudkan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada zeolit hasil sintesis. Analisis FT-IR dilakukan pada zeolit dengan kristalinitas paling tinggi yaitu zeolit A2 dan dan B3. Hasil pola difraksi zeolit A2 dan zeolit B3 dapat dilihat pada Gambar 6.



**Gambar 6.** Spektrum FT-IR zeolit hasil sintesis dari sampel A2 dan sampel B3

Pita serapan  $3467,85 \text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan ulur O-H dan pita serapan  $1650,49 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk O-H. Adanya vibrasi tekuk dan vibrasi ulur O-H menunjukkan adanya ikatan hidrogen pada sampel yang diuji sehingga dapat dikatakan bahwa sampel A2 mengandung ikatan hidrogen dalam molekul  $\text{H}_2\text{O}$ . Pita serapan pada daerah  $583,5 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk Si/Al-O. Bilangan gelombang  $631,59 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Si-O- $\text{Na}^+$ . Ikatan Si-O- $\text{Na}^+$  menunjukkan bahwa zeolit A dapat berfungsi sebagai penukar ion metal dengan ion  $\text{Na}^+$  yang ada di dalam struktur zeolit (Reyes, *et al.*; 2013). Pita serapan pada daerah  $690,91 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi rentang Si/Al-O dan pita serapan pada  $995,98 \text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur Si/Al-O asimetri.



**Gambar 7.** Hasil analisis SEM dari sampel Kaolin belitung (kiri) dan zeolit B3 (kanan)

Gambar 7. menunjukkan adanya perubahan dari morfologi kaolin menjadi morfologi zeolit. Morfologi kaolin menunjukkan bahwa struktur mikro dari kaolin didominasi oleh partikel metakaolin yang berbentuk benang dan

berserabut (Samadhi, *et al.*; 2011)

Kristal berbentuk kubik menunjukkan terbentuknya zeolit A (Reyes, *et al.*; 2010) dan keberadaan morfologi campuran pada zeolit hasil sintesis selain zeolit A diindikasikan sebagai sodalit yang berada pada permukaan zeolit A.

### Simpulan

Karakteristik zeolit sintesis dari kaolin dengan menggunakan metode peleburan dan hidrotermal menghasilkan zeolit jenis LTA (*Linde Type A*), sodalit, dan zeolit jenis *faujasite* (NaX dan NaY). Berdasarkan kualitas zeolit A yang dihasilkan maka *mineralizer* yang baik adalah NaOH *pro analyst* sedangkan berdasarkan kuantitas zeolit A yang dihasilkan maka *mineralizer* yang baik adalah NaOH teknis. Hasil karakterisasi menunjukkan zeolit dengan perbandingan rasio NaOH teknis/kaolin 1,25 menghasilkan persentase relatif zeolit A (LTA) sebesar 37,54% dengan kristalinitas sebesar 91,42% dan zeolit dengan perbandingan rasio NaOH *pro analyst*/kaolin 1 membentuk zeolit A (LTA) sebesar 22,72% dengan kristalinitas sebesar 85,37%.

### Daftar Pustaka

- Endrias, H., Kasmui dan A.T. Prasetya. 2013. Pengaruh Rasio Si/Al, Kation dan *Template* Organik terhadap Ukuran Rongga Zeolit ZSM-5. *Indo. J. Chem. Sci.*, 3. (3):12-17. Tersedia di <http://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs>
- Feng, H., Li, C. dan Shan, H., 2009. *In-situ* Synthesis and Catalytic Activity of ZSM-5 Zeolite. *Applied Clay Science*, 42: 439-445
- Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C. dan Li, D. 2013. *Synthesis and Characterization of 13X Zeolite from Low-grade Natural Kaolin*. <http://dx.doi.org/10.1016/j.apcl.2013.08.002>.
- Molina, A. dan Poole, C., 2004. A Comparative Study using Two Methods to Produce Zeolites from Fly Ash. *Journal of Minerals Engineering*, 17: 167-173
- Reyes, C.A.R., Williams, C.D. dan Alarcon, O.M.C., 2013. Nucleation and Growth Process of Sodalite and Cancrinite from Kaolinite-rich Clay under Low-temperature Hydrothermal Conditions. *Materials Research*. 16(2): 424-438
- Reyes, C.A.R., Williams, C.D. dan Alarcon, O.M.C., 2010. Synthesis of Zeolite LTA from Thermally Treated Kaolinite. *Rev. Fac. Ing. Univ. Antioquia N. 53*: 30-41
- Samadhi, T.W., Subagjo, Lismana, K.R. dan Fuadi, K. 2011. Synthesis of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalyst Support from Kaolin of Indonesian Origin. *ITB J. Eng. Sci.*, 43(2): 113-126
- Septawendar, R., Rasma, A., Sutardi, S. dan Ramadhan, A., 2013. Preparation of Nano  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> from Kaolin Belitung by Liquid Polish Milling. *Journal of Ceramic Processing Research*, 14(1): 35-40
- Septiyana, D. dan Prasetyoko, D., 2012. Sintesis ZSM-5 Berbahan Dasar Kaolin Menggunakan Metode Hidrotermal. *Jurnal Sains dan Seni*, 1(1): 1-4
- Treacy, M.M.J. dan J.B. Higgins. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Elsevier
- Zhely, M.N.H. dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-Karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA-ITS*