



Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Sekam Padi melalui Proses Hidrotermal

Krisnawati[✉], Jumaeri, dan Sri Wardani

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

Info Artikel

Diterima Desember 2017

Disetujui Januari 2018

Dipublikasikan Mei 2018

Keywords:

abu sekam padi
zeolit Na-X
hidrotermal
minyak bekatul
biodiesel

Abstrak

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris, termasuk Indonesia. Di daerah kabupaten Demak mayoritas mata pencaharian penduduknya adalah sebagai petani padi, penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan nilai jual dari hasil produk samping dari padi. Abu sekam padi memiliki kandungan silika yang tinggi sehingga dapat digunakan dalam sintesis zeolit secara hidrotermal. Bahan yang digunakan yaitu abu sekam padi sebagai bahan utama, Al_2O_3 , dan NaOH. Sintesis zeolit diawali dengan pembuatan larutan natrium silikat (Na-Si) dan natrium aluminat (Na-Al), selanjutnya kedua larutan diaduk sampai homogen. Campuran sol-gel yang diperoleh dilebur dalam krus *stainless steel*, selama 4 jam pada temperatur $160^\circ C$. Zeolit sintesis diuji secara kualitatif menggunakan spektrofotometer inframerah (FT-IR) diperoleh serapan gugus fungsi Si-O-Al, difraksi sinar-X (XRD) diperoleh susunan kristal yang dipediksi merupakan zeolit jenis tipe Na-X dan diperkuat dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat susunan kristal yaitu berupa kubus tak beraturan dan diperoleh hasil rendemen pada suhu $160^\circ C$ sebanyak 68,17%.

Abstract

Rice is the main product of agriculture in agrarian countries, including Indonesia. In the area of Demak majority of the population are living as rice farmers, this study aims to increase the selling value of the results of products from rice. Rice husk ash has a high silica content that can be used in zeolite synthesis hydrothermally. The materials used are rice husk ash as main ingredient, Al_2O_3 , and NaOH. The synthesis of zeolite begins with the preparation of sodium silicate (Na-Si) and sodium aluminate (Na-Al) solution, then the two solutions are stirred until homogeneous. a mixture of sol-gel derived melted in a crucible of stainless steel, for 4 hours at a temperature of $160^\circ C$. Zeolite synthesis qualitatively tested using infrared spectrometer (FTIR) absorption obtained functional group Si-O-Al, X-ray Diffraction (XRD) obtained the crystal structure is a zeolite types dipediksi Na-X and strengthened by Scanning Electron Microscope (SEM) to be tough crystal composition in the form of an irregular cube and the results yield at $160^\circ C$ as much as 68.17%.

© 2018 Universitas Negeri Semarang

✉Alamat korespondensi:
Gedung D6 Lantai 2 Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229
E-mail: krisnawati737@gmail.com

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

Pendahuluan

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris, termasuk Indonesia. Sekam padi merupakan produk samping yang melimpah dari hasil penggilingan padi dan selama ini hanya digunakan sebagai bahan bakar untuk pembakaran batu merah, pembakaran untuk memasak atau dibuang begitu saja (Ningsih, 2012). Di daerah kabupaten Demak mayoritas mata pencaharian penduduknya adalah sebagai petani padi, oleh karena itu di daerah tersebut terdapat beberapa pabrik penggilingan padi yang menghasilkan produk samping antara lain menir, beras pecah, sekam, dan dedak. Menir dan beras pecah dapat digiling menjadi tepung sebagai bahan berbagai kue dan makanan lainnya. Sekam dapat digunakan untuk bahan bakar dan kompos, sedangkan dedak hanya dimanfaatkan sebagai pakan ternak.

Sekam padi merupakan hasil samping dari penggilingan padi yang melimpah. Pemanfaatan sekam padi selama ini dilakukan terbatas pada upaya untuk meningkatkan nilai ekonomis serta mengurangi dampaknya sebagai limbah. Sekam padi digunakan sebagai sumber silika, bahan bakar, media tanam, dan pemurnian air (Putranto, 2015), sebagai sumber silika, abu sekam padi mempunyai kandungan silika dengan presentase tinggi (85-98%). Azizi & Yousefpour (2010) memanfaatkan abu sekam padi sebagai bahan baku pembuatan material zeolit dengan metode hidrotermal. Hasil penelitian yang telah dilakukan oleh Houston dalam Yahya (2012) menyatakan bahwa abu sekam padi secara umum mengandung silika *amorfy* yang cukup tinggi berkisar lebih dari 90%.

Zeolit merupakan mineral alam yang terbesar di berbagai bagian dunia dan sekitar 40 jenis zeolit alam telah ditemukan (Amber *et al.*, 2012). Zeolit alam telah lama dikenal sebagai material aplikasi karena memiliki sifat yang mendukung pemanfaatannya seperti pemurnian gas (Ulfah *et al.*, 2006), katalis dan pemurnian air serta absorben (Ackley *et al.*, 2003). Berbagai kelemahan pada zeolit alam, banyak peneliti mengembangkan zeolit sintetis untuk memenuhi kebutuhan industri yang tidak dapat dipenuhi oleh zeolit alam. Sampai saat ini, terdapat sekitar 180 jenis zeolit yang telah disintesis, salah satunya yaitu zeolit X ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2,5\text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) yang memiliki karakteristik yang sesuai dengan sifat dan pemanfaatan zeolit alam (Bogdanov *et al.*, 2008).

Pembuatan zeolit sintesis ini dimungkinkan karena terbentuk dari alumina dan silika, sehingga dapat dibuat dengan mencampurkan kedua senyawa tersebut. Bahan baku untuk mendapatkan silika diperoleh dari limbah abu sekam padi. Sekam padi merupakan limbah pertanian yang ketersediaannya sangat melimpah dan kandungan silikanya (SiO_2) dapat mencapai 94% (Kalapathy *et al.*, 2000). Silika sekam padi dapat dengan mudah diekstrak karena memiliki kelarutan yang besar dalam larutan alkali (Pandingan, 2008). Salah satu metode pengekstraksian silika sekam padi yaitu menggunakan metode sol-gel. Pembuatan zeolit sintetis X menggunakan silika yang diperoleh dari hasil pengekstraksian abu sekam padi dengan metode sol-gel, kemudian metode yang dilakukan dengan cara pencampuran bahan baku larutan yaitu larutan natrium silika dan natrium alumina menggunakan metode hidrotermal.

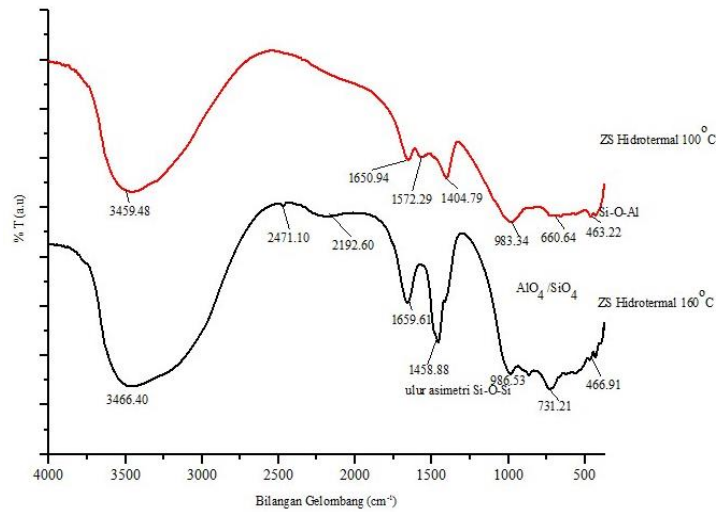
Metode

Bahan dasar utama yang digunakan yaitu silika sekam padi dari kabupaten Demak, Al_2O_3 sebagai sumber alumina, dan NaOH. Alat yang digunakan sebagai analisis zeolit adalah *X-Ray Diffraction PW3 710* (Shimadzu XRD 6000), SEM dan FT-IR *Shimadzu 8201 PC*

Proses pembuatan zeolit X dilakukan dengan cara abu sekam padi, larutan NaOH dimasukkan kedalam erlenmeyer, adonan diaduk dengan kecepatan 350 rpm dan dipanaskan dengan temperatur 50°C. Temperatur dijaga konstan selama 3 jam. adonan selanjutnya ditambahkan larutan NaOH dan serbuk Al_2O_3 diaduk selama 1 jam dengan temperatur 50°C. Larutan yang diperoleh selanjutnya dicampurkan kedalam autoclave *stainless steel* dengan kondisi temperatur 160°C. Produk hasil zeolit X selanjutnya dilakukan kalsinasi, dengan pemanasan dalam oven pada temperatur 120 selama 2 jam. Hasil sintesis zeolit dilakukan uji karakteristik. Uji karakteristik dilakukan dengan analisis XRD (X-Ray Diffraction), FT-IR, dan SEM.

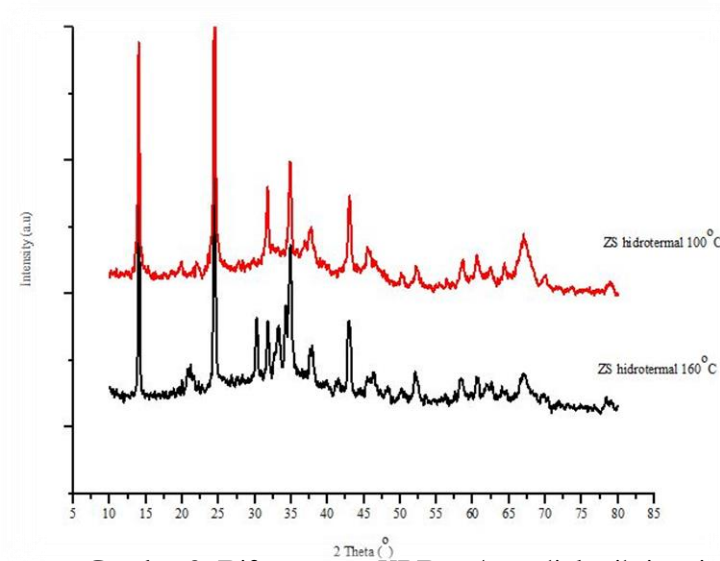
Hasil dan Pembahasan

Hasil pengukuran FT-IR diperoleh data berupa spektrum yang dapat dilihat pada Gambar 1. Puncak-puncak yang muncul mengindikasikan beberapa gugus fungsi. Puncak pada bilangan gelombang 3912,55-3466,4, dan 3459,48 cm^{-1} merupakan hasil vibrasi ulur dari gugus OH yang menunjukkan adanya air dalam sampel, dan diperkuat oleh puncak pada 1650,94-1572,29, dan 1659,61 cm^{-1} yang timbul akibat vibrasi tekuk gugus -OH. Puncak pada 986,53 dan 983,34 cm^{-1} menunjukkan ulur asimetri Si-O-Si yang menunjukkan silika dalam sampel belum seluruhnya bereaksi dengan alumina, karena pada suhu 100°C belum mampu mereaksikan silika alumina, yang didukung dengan adanya puncak pada 731,21 dan 660,64 cm^{-1} yang merupakan pita serapan alumina, namun terjadi reaksi antara silika dan alumina dalam jumlah kecil yang ditunjukkan pada puncak 463,22- 430,58 dan 466,91- 431,63 cm^{-1} yang merupakan pita serapan dari gugus Si-O-Al.



Gambar 1. Spektra FTIR pada zeolit hasil sintesis

Dengan membandingkan hasil spektrum Gambar 1. terdapat beberapa perubahan fungsionalitas yang menunjukkan pengaruh suhu. Gugus fungsi ulur asimetri Si-O-Si pada sampel dengan suhu 100°C lebih tumpul jika dibandingkan dengan suhu 160°C. Begitu pula dengan gugus yang mengindikasikan terjadinya reaksi dan menghasilkan struktur Si-O-Al. Dari hasil karakterisasi dengan menggunakan XRD, nilai jarak antar bidang kristal (d) yang diperoleh dari hasil pengukuran dengan menggunakan metode pertama dan metode kedua kemudian dibandingkan dengan standart pengukuran nilai yang dihasilkan hampir mendekati nilai standart pengukuran JCPDS (*Joint Comitte of Powder Diffraction Standart*) untuk zeolit Na-X.



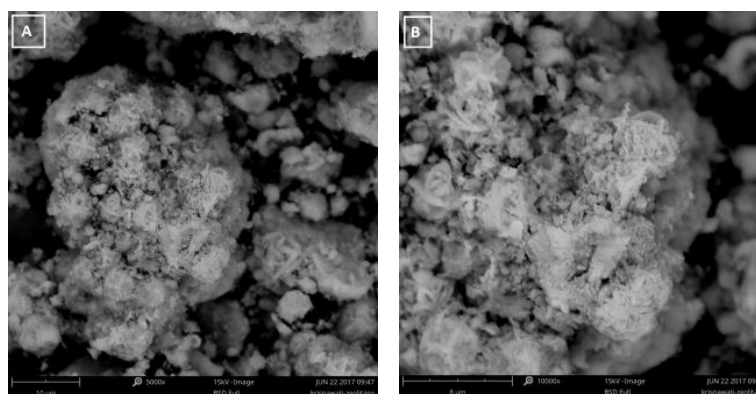
Gambar 2. Difragtogram XRD pada zeolit hasil sintesis

Hal ini dapat dilihat pada Tabel 1. Hasil difraksi sinar X dari sintesis zeolit dengan menggunakan metode pertama setelah dibandingkan menggunakan standart JCPDS Treacy & Higgins (2001) hasil mendekati zeolit Na-X kemudian untuk zelit sintesis yang kedua hasil mendekati nilai faujasit.

Tabel 1. Harga d spacing untuk zeolit standart dan sintesis

ZS1	d spacing		ZS2
	JCPDS Na-X	JCPDS <i>faujasit</i>	
6,346	6,275	6,185	6,320
5,253	5,758	4,373	4,480
4,855	4,830	3,773	3,769
4,382	4,437	3,571	3,656
3,652	3,781	2,857	2,822
3,077	3,066	2,593	2,569

Pengujian ini untuk mengetahui ukuran morfologi, dan distribusi butir pada permukaan zeolit. Uji SEM ini diperlihatkan dengan gambar mikrograf pada perbesaran 5000 dan 10000 kali.

**Gambar 3.** Mikrograf SEM zeolit hasil sintesis

Hasil SEM menunjukkan bahwa sampel memiliki struktur berpori. Dari hasil mikrograf terbentuk kubus tak beraturan dan atau tumpukan tetrahedral. Ditunjukkan juga keheterogenitasan sampel karena terdiri dari dua jenis butiran, yaitu butiran besar dan kecil.

Simpulan

Zeolit X terbentuk pada temperatur optimal 160°C, hal ini dibuktikan dengan adanya gugus Si-O-Al pada spektrum FT-IR pada bilangan gelombang 466,91cm⁻¹, dan juga pada puncak XRD terdapat fasa Na-X. Sementara itu, hasil analisa SEM menunjukkan bahwa zeolit X memiliki struktur kubus tak beraturan dan atau tumpukan tetrahedral.

Daftar Pustaka

- Ackley, M.W., Rege, S.U., Saxena, H. 2003. Application of Natural Zeolit in the Purification and Separation of Gases. *Microporous and Mesoporous Materials*, vol. 61
- Amber, I., Odekhe, R.O. and Sanusi, Y.S. 2012. Experimental Determination of the Adsorption Capacity of Synthetic Zeolit A/Water Pair for Solar Cooling Application. *Journal of Mechanical Engineering Research*, 4(4): 142-147
- Azizi S.N. & Yousefpour, M. 2010. Synthesis of Zeolites NaA and Analcime using Rice Husk as Silica Source without using Organic Template. *J Mater Sci.*, 45: 5692-5697
- Bogdanov, B., Georgiev, D., Angelova, K., Hristov, Y. 2008. Synthetic Zeolit and Their Industrial and Environmental application Review. *Natural & Mathematical Science*, IV: 1-5
- Houston, D.F. 2012. *Rice Chemistry and Technology*. American Association on of Cereal Chemist
- Kalapathy, U.A., Proctor, and J. Schultz. 2000. A Simple Method for production of Pure Silica from Rice Husk Ash. *Bioes Technology*, 73: 257-262
- Ningsih, T., R. Chairunnisa., dan S. Miskah. 2012. Pemanfaatan Bahan Additive Abu Sekam Padi pada Cement Portland PT. Semen Baturaja (Persero). *Jurnal Teknik Kimia*, 18(4): 59-66

- Pandingan, K.D. 2008. Pembuatan Katalis Heterogen Silika-Fe dengan metode Sol-Gel dan karakterisasinya. *Jurnal Sains MIPA*, vol.14(3):198-204.
- Putranto V.H., E. Kusumastuti, dan Jumaeri. 2015. Pemanfaatan Zeolit dari Abu Sekam Padi dengan Aktivasi Asam untuk Penurunan Kesadahan Air. *Jurnal MIPA*, 32(2):164-173.
- Ulfah, E.M., Yasnur, F.A., dan Istadi. 2006. Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, vol. 1(3): 26-32.