

## PEMBUATAN ZEOLIT SINTETIS DARI SEKAM PADI

**A.M. Fuadi, Malik Musthofa, Kun Harismah, Haryanto, Nur Hidayati**

Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Universitas Muhammadiyah Surakarta  
Jl. A. Yani Tromol Post 1 Pabelan Kartasura Tel 57 102 0271 717 417

### Abstrak

*Padi merupakan salah satu hasil pertanian yang sangat melimpah. Melimpahnya padi menyebabkan melimpahnya sekam padi yang merupakan limbah dari penggilingan padi. Sekitar 20% sekam padi akan diperoleh dari padi yang digiling. Saat ini, pemanfaatan sekam padi masih sangat terbatas, yaitu sebagai bahan bakar pada pembakaran batu merah atau bahkan masih banyak yang hanya dibuang begitu saja. Padahal, abu sekam padi mengandung silika yang sangat tinggi, yaitu sekitar 85-97% (Prasad dkk.,2011). Kandungan silika yang sangat tinggi ini, memungkinkan untuk dimanfaatkan sebagai sumber silika untuk menggantikan sumber lain yang lebih mahal. Penelitian ini mencoba memanfaatkan abu sekam padi sebagai sumber silika untuk membuat zeolit sintetis dengan menggunakan microwave. Abu sekam padi yang diperoleh dicuci dengan asam sulfat. Abu sekam digunakan untuk membuat sodium silikat dengan cara menambahkan air dan NaOH pada suhu kamar serta diaduk selama satu jam. Larutan yang diperoleh ditambah dengan larutan sodium aluminat secara perlahan-lahan dan diaduk selama 1 jam hingga homogen. Setelah homogen, campuran dimasukkan ke microwave pada berbagai variasi suhu dan waktu. Berdasarkan hasil pengujian dengan XRD bisa disimpulkan bahwa sekam padi bisa dimanfaatkan untuk membuat zeolit sintetis. Hal ini ditunjukkan dengan bentuk-bentuk kristalin yang dihasilkan sama dengan bentuk kristalin dari zeolit. Sintesis dengan microwave yang dijalankan pada suhu rendah bisa menghasilkan kristal zeolit sintetis setelah 60 menit, pada kondisi med low, kristal zeolit diperoleh setelah proses 20 menit, pada suhu sedang kristal zeolit sudah terbentuk meskipun proses baru berjalan selama 5 menit.*

**Kata kunci:** *microwave; sekam padi; zeolit sintetis*

### Pendahuluan

Salah satu produk utama pertanian di Indonesia adalah padi, dimana hampir 20% -nya adalah sekam yang dihasilkan saat proses penggilingan. Sehingga jumlah sekam padi sangat melimpah. Sayangnya, pemanfaatannya belum optimal. Selama ini, sekam padi hanya digunakan sebagai bahan bakar pada pembakaran batu merah atau dibuang begitu saja. Padahal, menurut penelitian Prasad dkk (2011) abu sekam padi mengandung silika ( $\text{SiO}_2$ ) sekitar sejumlah 85-97 %. Tingginya kandungan silika ini merupakan potensi besar untuk menggantikan sumber silika lain yang lebih mahal.

Dewasa ini, penelitian telah banyak dilakukan untuk memanfaatkan silika yang terkandung dalam abu sekam padi sebagai bahan untuk mensintesis zeolit (Ramli, Z., 2003, Nur, H. 2001). Zeolit merupakan material yang tersusun atas silika dan alumina dengan perbandingan tertentu. Selain berpori, zeolit juga memiliki struktur dan bentuk yang unik. Selain itu, kekuatan asam zeolit juga dapat dikontrol. Hal inilah yang menyebabkan zeolit digunakan secara luas pada proses industri kimia, yaitu pada proses pertukaran ion, absorpsi, dan reaksi (Auerbach, S., dkk, 2003). Apalagi di tengah maraknya kasus pencemaran lingkungan oleh logam berat seperti kasus Minamata, kasus Teluk Buyat, pencemaran di Teluk Jakarta dan Muara Angke, yang terbukti merusak lingkungan, sistem fisiologi manusia, dan sistem biologis lainnya, maka zeolit memiliki potensi besar untuk digunakan sebagai adsorben limbah logam tersebut.

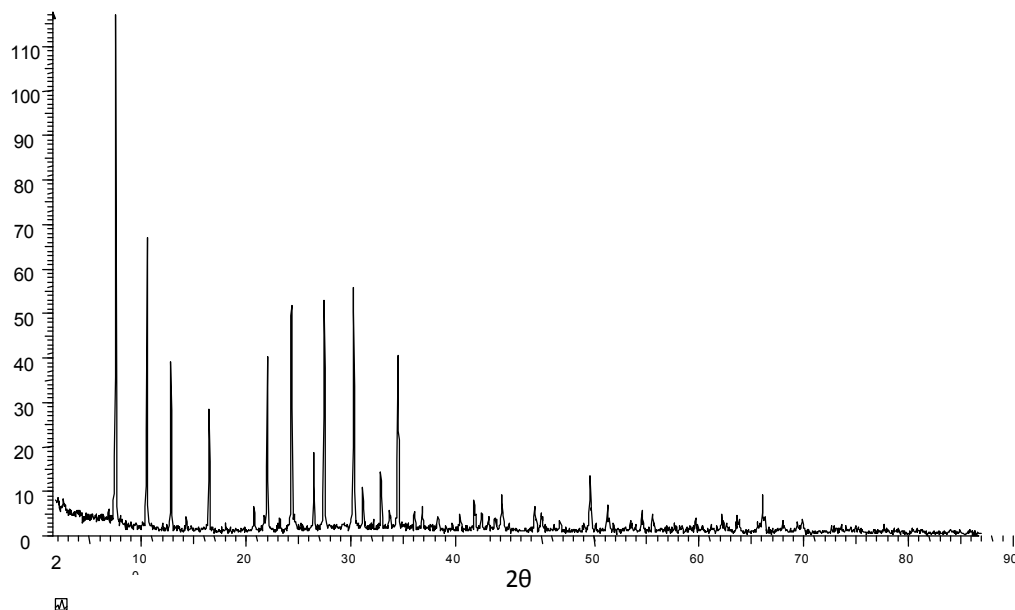
Teknik preparasi zeolit sintetis yang umum digunakan adalah teknik *hydrothermal* (Wu., Zhang, dkk., 2006). Meskipun relatif sederhana dan tidak memerlukan peralatan yang khusus, namun teknik ini memiliki kelemahan, yaitu memerlukan waktu yang lama dan banyak bahan kimia yang terbuang. Sehingga pada tahap terapan, metode ini menjadi tidak ekonomis. Penggunaan *microwave* dalam proses pembuatan zeolit sintetis mulai dikenalkan. Beberapa studi menunjukkan bahwa teknik ini cukup efektif dan efisien, jika dibandingkan dengan metode *hydrothermal*, karena zeolit dapat disintesis dalam waktu yang relatif singkat dan banyak bahan kimia yang terbuang (Adac., dkk, 2006). Hanya saja, penelitian tentang aplikasi *microwave* ini masih sangat terbatas dan masih

perlu dikembangkan dan dioptimalkan. Pada penelitian ini, permasalahan yang akan diselesaikan adalah bagaimana mengoptimalkan (menentukan kondisi optimum) dalam proses pembuatan zeolit sintetis dari abu sekam padi dengan aplikasi *microwave*.

### Studi Pustaka

Salah satu unsur zeolit adalah silika. Kualitas dari suatu unsure sangat bergantung dari kemurniannya. Abu sekam padi mempunyai kandungan silika yang sangat tinggi. Kadar silika dalam abu sekam padi berkisar antara 85–97 % (Prasad, dkk, 2001). Dengan tingginya kandungan silika ini, memungkinkan untuk memanfaatkan abu sekam padi sebagai sumber silika pada pembuatan zeolit sintetis. Zeolit merupakan kristal alumina silika yang berstruktur tiga dimensi, yang terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga di dalam yang berisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Secara empiris, rumus molekul zeolit adalah  $M_{n/m}^{m+} \cdot [Si_{1-n}Al_nO_2] \cdot nH_2O$ . Zeolit dapat ditemukan secara alami (zeolit alam) dan dapat pula dibuat dengan teknik tertentu (zeolit sintetis). Zeolit sintetis memiliki karakteristik yang berbeda dengan zeolit alam. Jika karakteristik zeolit alam tergantung dengan kondisi geologis dan geografis alam, maka karakteristik zeolit sintetis hanya dipengaruhi oleh teknik sintesis, kondisi proses pembuatan serta komposisi bahan baku (Auerbach, S., dkk, 2003).

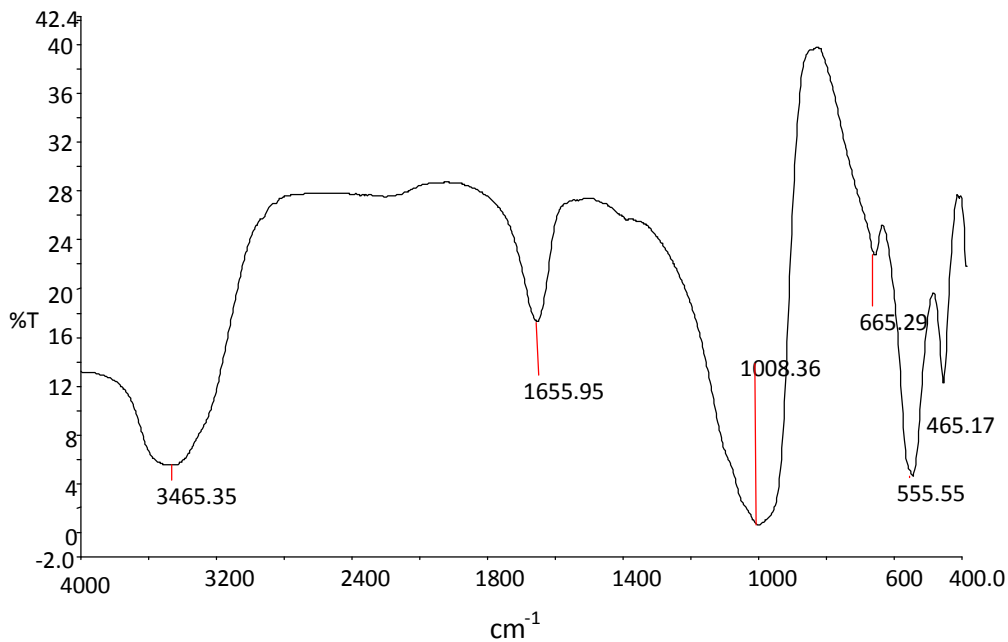
Zeolit alam biasanya mengandung banyak impuritas, pori-porinya tidak seragam, dan kekuatan asamnya juga lebih sulit dikontrol. Sedangkan zeolit sintetis memiliki struktur yang lebih teratur sehingga membentuk pori-pori yang seragam dan terstruktur juga. Zeolit juga memiliki luas permukaan yang luas. Karakteristik ini yang membuat zeolit memiliki potensi besar sebagai adsorben. Kekuatan asam zeolit sintetis juga dapat dikontrol, yang menjadikannya salah satu katalis yang banyak diminati oleh industri kimia (Auerbach, S., dkk, 2003).



Gambar 1. Contoh hasil analisis XRD zeolit

Struktur zeolit sejauh ini diketahui bermacam-macam, tetapi secara garis besar strukturnya terbentuk dari unit bangun primer, berupa tetrahedral yang kemudian menjadi unit bangun sekunder polihedral dan membentuk polihendra dan akhirnya unit struktur zeolit (Auerbach, S., dkk, 2003). Struktur kristal zeolit merupakan salah satu karakteristik penting dari zeolit. Struktur tersebut dapat dianalisis menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Gambar 1 menunjukkan contoh hasil analisis XRD dari zeolit. Difraktogram pada gambar tersebut menunjukkan bahwa sampel zeolit memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi. Hal ini nampak puncak-puncak yang jelas dan intensitas ketajaman puncaknya tinggi dan tajam pada beberapa posisi diantaranya pada  $2\theta$ : 7-8, 11-17, dan 23-35 (Musthofa, M., Sugeng., T., 2010). Identifikasi gugus fungsi dalam zeolit menjadi sangat penting dalam proses zeolit sintesis.

Uji ini akan mendeteksi ikatan Si-O-Al dalam sampel. Hasil ini sangat menentukan apakah hasil sintesis zeolit berhasil dengan baik atau tidak. Gambar 2 menunjukkan contoh hasil spektro infra merah dari suatu zeolit. Puncak yang tajam pada frekuensi 1008.36 merujuk kepada ikatan molekul Si-O, sedangkan pada 555.55 dan 465 menunjukkan struktur T-O-T dimana T adalah Si atau Al (Musthofa, M., Sugeng., T., 2010).



Gambar 2. Contoh hasil uji spektro infra merah dari zeolit

### Teknik Sintesis Zeolit

Zeolit dapat disintesis dari larutan silika dan alumina yang mengandung alkali hidroksida atau basa-basa organik untuk mencapai pH yang tinggi. Suatu gel silika alumina akan terbentuk melalui reaksi kondensasi. Jika kandungan silika dari zeolit adalah rendah, produk seringkali dapat dikristalkan pada temperatur 70–100°C, sedangkan jika zeolit kaya silika, sebagian besar produk hidrotermal adalah gel. Dalam kasus ini, gel selanjutnya ditempatkan dalam *autoclave* selama beberapa hari. Produk zeolit dengan struktur tertentu akan terbentuk pada temperatur antara 100-350°C. Variabel yang menentukan tipe produk meliputi komposisi larutan awal, pH, temperatur, kondisi *aging* serta laju pengadukan dan pencampuran. (Schubert dan Husing., 2000)

Kebanyakan zeolit dibuat melalui sintesis *hydrothermal*. Kondisi sintesis tergantung pada komposisi material yang diinginkan, ukuran partikel, morfologi dan sebagainya (Schubert dan Husing, 2000). Proses sintesis adalah sensitif terhadap sejumlah variabel seperti impuritas (pengotor), waktu pencampuran dan pencucian, temperatur, pH, sumber silika dan alumina, jenis kation alkali dan waktu reaksi maupun surfaktan.

Teknik lain yang mulai diperkenalkan adalah penggunaan *microwave*. Meskipun belum sepenuhnya berhasil, teknik ini memberikan prospek yang baik dalam perbaikan teknik sintesis zeolit dimana dengan teknik ini zeolit dapat dibuat dalam waktu yang sangat singkat. Beberapa peneliti melaporkan bahwa dengan teknik ini, zeolit dapat disintesis dalam waktu 20 menit, setelah proses pencampuran larutan. Namun teknik ini juga masih dipertanyakan mengenai keamanan dan efek kesehatan bagi pengguna karena tingginya frekuensi yang digunakan oleh *microwave* (Ma., J, 2005, Conner, W., 2004). Prinsip dari aplikasi *microwave* adalah memanfaatkan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi 300 MHz–300 GHz untuk mencampur larutan aluminat dan silikat sampai terbentuk campuran yang homogen. Sejauh ini, teknik ini relatif lebih baik jika dibandingkan dengan teknik *hydrothermal*, karena lebih cepat dalam sintesis dan tidak banyak bahan kimia yang terbuang (Conner, C.W, 2004, dan Xu, P.Y., 2006). Penelitian pendahuluan tentang aplikasi *microwave* pada sintesis zolit telah dilakukan (Musthofa, M., dan Lukman, I., 2010). Hanya saja, zeolit yang dihasilkan masih memiliki tingkat kristalinitas yang

rendah. Proses sintesis zeolit ini juga belum dioptimasi, sehingga memang belum diketahui kondisi proses yang optimum untuk menghasilkan zeolit sintetis dengan menggunakan *microwave*.

### Metode Penelitian

Penelitian dimulai dengan menyiapkan bahan baku. Bahan-bahan yang perlu disiapkan antara lain sekam padi, sodium hidroksida, aluminium oksida, asam klorida, gipsum, dan aquades. Sedangkan peralatan yang disiapkan antara lain *furnace*, oven, *microwave*, pH meter, dan peralatan penunjang lain. Setelah diperoleh abu sekam, maka proses selanjutnya adalah sintesis zeolit dengan *microwave*. Larutan sodium silikat disiapkan dengan mencampur abu sekam, air dan NaOH. Larutan sodium aluminat ditambahkan ke dalam larutan sodium silikat dimasukkan ke *microwave* pada berbagai variasi suhu dan waktu. Tahap berikutnya adalah proses pencucian dan penyaringan hingga pH larutan mendekati 7. Uji karakteristik zeolit sintetis dari abu sekam padi ini meliputi uji struktur kristal dengan XRD.

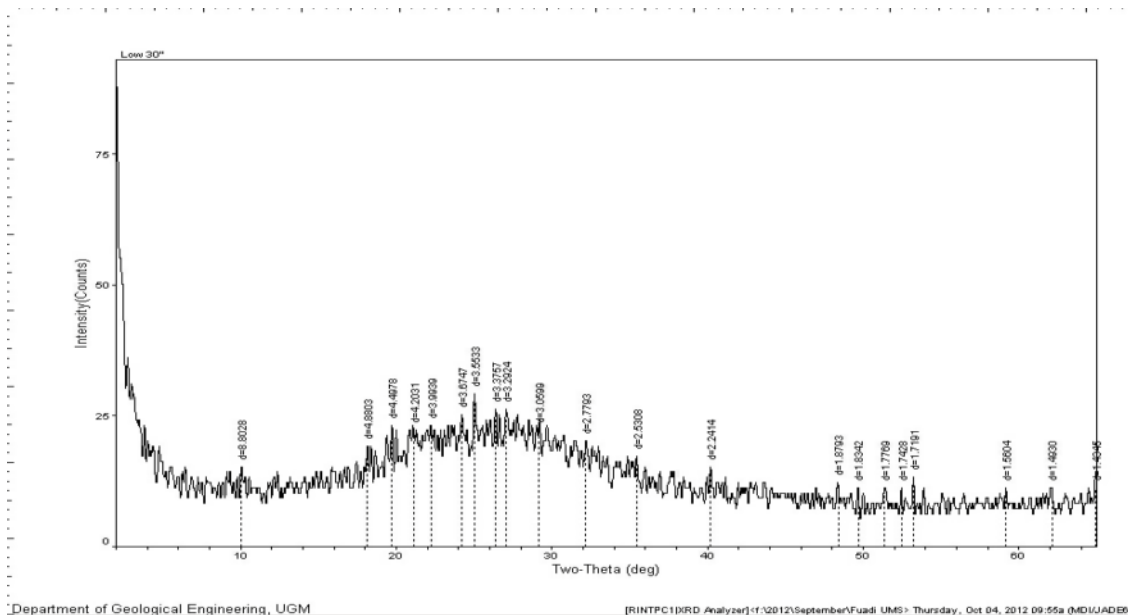
### Hasil Penelitian dan Pembahasan

Abu sekam yang diperoleh selanjutnya dicuci untuk memisahkan silika dari berbagai logam yang ada di abu sekam. Abu sekam yang diperoleh, baik yang belum dicuci maupun yang sudah dicuci, dianalisis kadar silikanya. Hasil analisis menunjukkan bahwa kadar silika yang ada pada sekam padi sangat tinggi yaitu hampir 96%, sehingga mempunyai potensi yang sangat besar untuk menggantikan bahan silika pada pembuatan zeolit sintetis.

Proses pembuatan zeolit dilakukan dengan menggunakan *microwave* pada berbagai suhu dan waktu. Variasi suhu disesuaikan dengan setting yang ada di *microwave*, yaitu pada kondisi *low*, *med low* dan *medium*. Hasil sintetis di *microwave* pada berbagai kondisi adalah sebagai berikut:

#### a. *Low temperature*

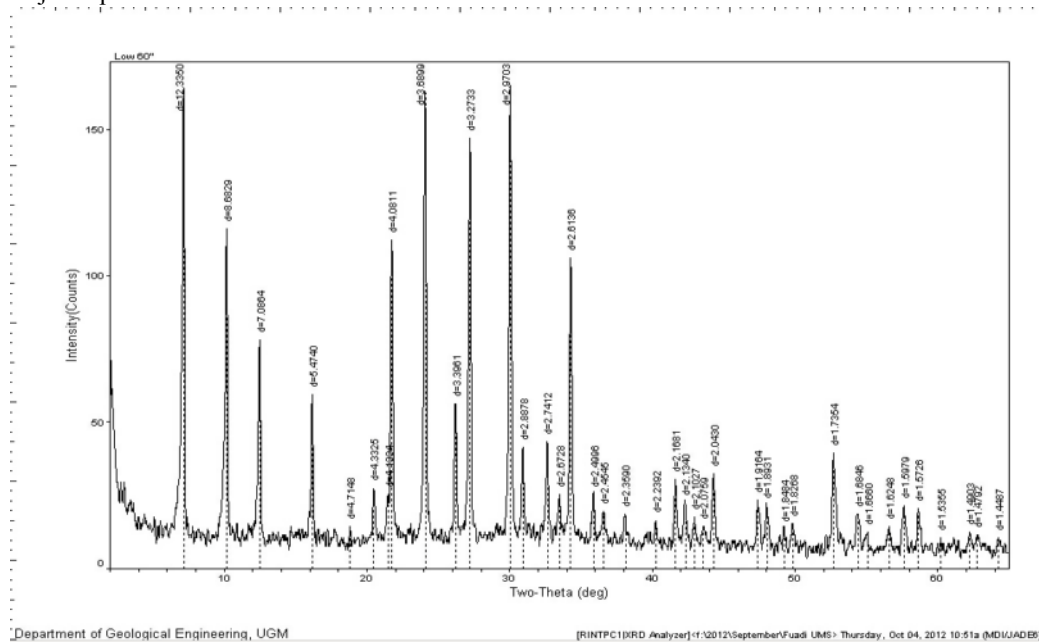
Hasil sintesis zeolit pada suhu rendah dilakukan pada berbagai waktu, yaitu 30, 60, 90 dan 100 menit. Hasil yang diperoleh untuk proses 30 menit ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil uji XRD sintesis zeolit pada *low temperature*, 30 menit

Gambar 3 menunjukkan hasil sintesa zeolit pada kondisi low selama 30 menit tidak menghasilkan kristal zeolit. Tidak terbentuknya zeolit ini mungkin disebabkan karena waktu reaksi yang terlalu singkat serta pada suhu yang rendah, sebagaimana diketahui bahwa kecepatan reaksi sangat tergantung pada suhu. Proses sintesis zeolit

pada suhu yang sama ini dilakukan tetapi untuk waktu yang lebih lama, yaitu selama 60 menit. Hasil uji zeolit yang diperoleh disajikan pada Gambar 4.

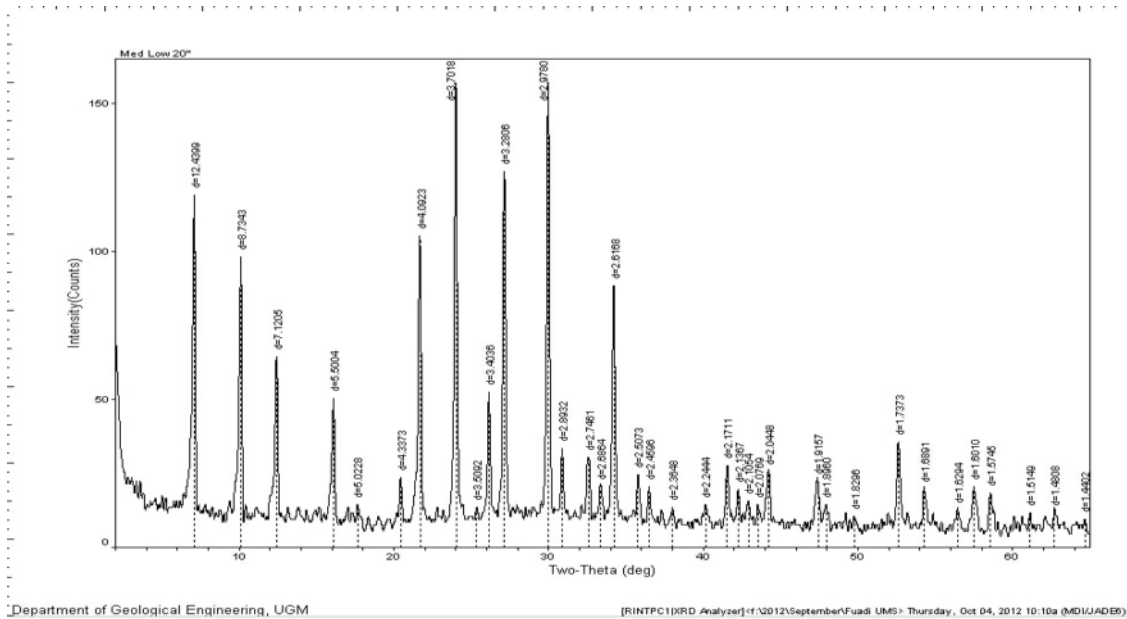


**Gambar 4. Hasil uji XRD sintesis zeolit pada *low temperature*, 60 menit**

Berdasarkan hasil yang ditunjukkan pada Gambar 4 ini, maka bisa disimpulkan bahwa proses sintesis zeolit yang dilakukan pada *low temperature* selama 60 menit menghasilkan zeolit dengan kristalinitas yang tinggi, proses yang sama dilakukan untuk waktu yang lebih lama, yaitu 90 menit dan 100 menit, hasilnya menunjukkan terbentuk kristalinitas yang tinggi sebagaimana pada waktu 60 menit. Hasil ini menunjukkan bahwa zeolit sintetis belum terbentuk pada 30 menit pertama (struktur kristal masih bersifat amorphous sebagaimana ditunjukkan pada gambar 8). Zeolit dengan tingkat kristalinitas yang tinggi berhasil disintesis setelah proses sintesis dengan microwave berlangsung selama 60, 90 dan 100 menit. Pada rentang waktu sintesis tersebut (60, 90 dan 100 menit) juga dihasilkan zeolit sintetis dengan pola struktur kristal yang sama dimana peak/puncak terdapat pada  $2\theta$  sekitar  $7-10^\circ$ ,  $22-30^\circ$ , dan  $34-35^\circ$ . Menurut literatur, struktur kristal yang bagus dengan puncak pada  $2\theta$ : 7-8, 10-11, 22-24 dan 29-31 merupakan karakteristik dari zeolit A dengan kristal berbentuk kubus (Auerbach, S., dkk, 2003).

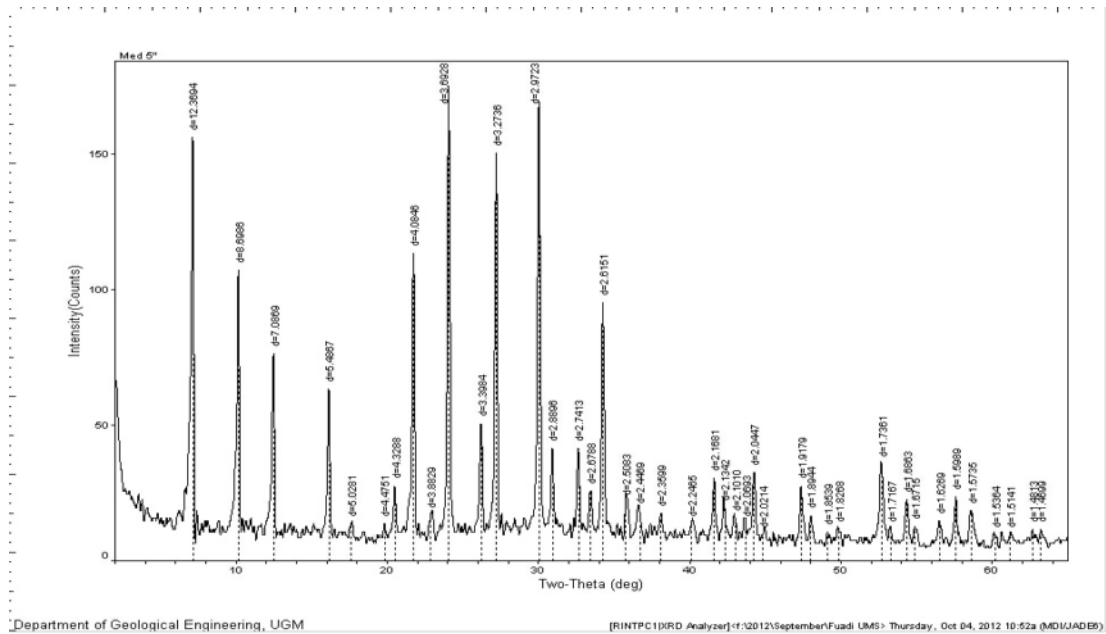
Hasil sintesis zeolit yang dijalankan pada *med low temperature* selama 10 menit menunjukkan hasil yang amorf. Penelitian dengan kondisi suhu yang sama, tetapi dengan waktu yang lebih lama menghasilkan zeolit dengan kristalinitas yang tinggi.

Gambar 5 menunjukkan hasil sintesis zeolit pada *med low temperature* selama 20 menit menghasilkan zeolit dengan kristalinitas yang tinggi. Hasil ini sama dengan hasil yang diperoleh pada sintesis zeolit pada suhu rendah (*low*) setelah 60, 90, dan 100 menit. Dengan menaikkan suhu, maka waktu yang diperlukan untuk menghasilkan zeolit bisa dilakukan dalam waktu yang lebih singkat. Jika waktu ini terus ditambah, ternyata bisa merubah struktur kristalin.



Gambar 5. Hasil uji XRD sintesis zeolit pada *med low temperature*, 20 menit

Hasil penelitian yang dilakukan pada med temperature untuk waktu 5 menit, ternyata sudah menghasilkan kristal zeolit yang sama dengan proses sintesis yang dilakukan pada low untuk 60 menit ke atas serta sama dengan med low 20 menit. Hasil ini menunjukkan sintesa zeolit jika dilakukan pada suhu yang lebih tinggi, maka waktu yang dibutuhkan semakin singkat. Hasil sintesis zeolit pada kondisi med, 5 menit ditunjukkan di Gambar 6.



Gambar 6. Hasil uji XRD sintesis zeolit pada *med temperature*, 5 menit

**Daftar Pustaka**

- Andac, O., Telli, S.M., Tatlier, M., Sirkecioglu, A., Erdem-Senatalar, (2006), "Effect of Ultrasound on zeolit A synthesis, *Microporous and Mesoporous Materials* 88, 72–76.
- Auerbach, S., Carrado, K., and Dutta, P., (2003), "Hand book of zeolite science and technology", Marcel Dekker, Inc., New York
- Conner, W., Tompsett, G., Lee, K., and Yngvesson, K., (2004), "*Journal of physical chemistry B*", 108, 13913-13920.
- Corma, A., (1997), "Current Opinion in Solid State and Material Science", 2: 63-75.
- Cung, D., (2001), "Applied Material Science: Application of Engineering Materials in Structural, Electronics, Thermal, and other Industries", CRC Press, Washington.
- Gupta SS, Bhattacharayya GK., (2008), "Immobilization of Pb(II), Cd(II), Ni(II) ions on kaolinite and montmorillonite surfaces from aqueous medium", *Journal of Environmental Management* 87: 46-58.
- Hermawan, Y., (2006), "Pemanfaatan Limbah Sekam Padi Sebagai Bahan Bakar Bentuk Briket", Laporan Penelitian, Jurusan Teknik Mesin, fakultas Teknik, Universitas Jember.
- Khabuanchalad, S. Dkk., (2008), *Suranaree J. Sci. Technol.* 15(3):225-231
- Kumar. N., Masloboischikova, Kustov. M, Heikkila, T., Salmi, T., dan Yu. Murzin, (2007), *Ultrasonics Sonochemistry*, 14, 122–130.
- Kundari, N. A., dan Wiyuniati, S., (2008), "Tinjauan kesetimbangan adsorpsi tembaga dalam limbah pencuci PCB dengan zeolit", Prosiding Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta,.
- Lestiasari, R., (2009), "Kesetimbangan adsorpsi logam berat Cu dengan adsorben abu sekam padi", Laporan penelitian, Jurusan Teknik Kimia, Universitas Riau, Pekanbaru
- Ma, J., and Tian, Y., (2005), "*Petroleum science and technology*", 23:1283-1289
- Manahan SE, (2003), "*Toxicological Chemistry and Biochemistry*" 3rd edition. Lewis Publishers, Washington.
- Musthofa, M., Triwahyono, S., (2010), "Synthesis of zeolite A from colloidal silica by ultrasound irradiation technique", "Prosiding seminar RAPI", Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Musthofa, M., Lukman, I., "Studi sintesis zeolit dari abu sekam padi dengan microwave", Laporan Penelitian, Teknik Kimia UMS.
- Moore JW., (1991), "*Inorganic contaminant of surface water*". Springer-Verlag. NewYork. hlm. 334.
- Nur, H., (2001), "Direct synthesis of NaA zeolite from rice husk and carbonaceous rice husk ash", *Indonesian Journal of Agricultural Science*, 1, 40-45.
- Ozkan, A. dan Kalipcilar, H. , (2006), "*Ind. Eng. Chem. Reourse*", 45, 4977-4984
- Prasad C.S., Maiti K.N., and Venugopal R., (2001), "Effect of rice husk ash in whiteware compositions", *Ceramic International*, 27, 629-635.
- Ramli, Z., dan Bahruji, H., (2003), "Synthesis of HZSM-5 Type Zeolite using Crystalline Silica of Rice Husk Ask", *Malaysian journal of Chemistry*, (5), 1.

Schubert, U dan Husing, N, (2000), "*Synthesis of Inorganic Materials*", Federal Republic of Germany. WILEY-VCH

Suslick, K., and Dantsin., G., (2000), "Sonochemical Preparation of a Nanostructured Bifunctional Catalyst", *Journal of American Chemical Society*, 122: 5214-5215.

Wu, D., Zhang, B., Yan, L., Kong, H., Wang, X., *Int. J. Miner. Process* 80 (2006) 266–272.

Xu, Y.P, Tian, Z., Wang, S.J, Yue Hu, Lei Hou, and Li-Wu Lin, 2006, *Angew. Chem. Int. Ed.* , 45, 3965 –3970