



**PENENTUAN RASIO MOL  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  TERBAIK  
PADA SINTESIS ZSM-5 DARI ZEOLIT ALAM LAMPUNG (ZAL) DENGAN  
SUMBER SILIKA PENAMBAH BAGASSE FLY ASH (BFA) MENGGUNAKAN  
TEMPLATE TETRA PROPYL AMMONIUM BROMIDE (TPABr)**

Ngudi Waluyo<sup>1</sup>, Simparmin Br Ginting<sup>1</sup> dan Hens Saputra<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Teknik Kimia Universitas Lampung

<sup>2</sup>Pusat Teknologi Industri Proses - TIRBR

Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi

Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro Street No.1 Bandar Lampung 35145

Surel : ngudiwaluyo@hotmail.com

**ABSTRACT**

The Natural Zeolite of Lampung (ZAL) from South Lampung and The Bagasse Fly Ash (BFA) from P.T. Gunung Madu Plantations (Central Lampung) as Sugar Factory were used as raw material for Synthesis ZSM-5 by hydrothermal process. The synthesis of ZSM-5 material was carried out in an autoclave at 180°C with autogenous pressure, and the constant parameters were  $\text{Na}^+/\text{SiO}_2$  mol ratio 0.06 mol/mol,  $\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  mol ratio 30 mol/mol, TPABr/ $\text{SiO}_2$  mol ratio 0.05 mol/mol, and the time of crystallization in 48 hours. While the varying parameter was  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  mol ratio 40, 50, and 60 mol/mol. The product was characterized by X-Ray Diffraction. The results indicated from the produce were not formed ZSM-5. The product can be seen from X-Ray Diffraction pattern were Analcim, Albite High, and Quartz as reactant remaining. According to the experimental results, the highest percent of product crystallinity was 25.17 % at 50 mol/mol  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  mol ratio. The crystal shape of product from space group X-Ray Diffraction pattern were trigonal, cubic and triclinic.

Keyword : Bagasse Fly Ash (BFA) Natural Zeolite of Lampung (ZAL), , ZSM-5, Tetra Propyl Ammonium Bromide (TPABr)

**PENDAHULUAN**

Lampung memiliki sumber zeolit alam yang melimpah. Pada tahun 2012 data Direktorat Pengembangan Potensi Daerah (BKPM) menyatakan bahwa Lampung memiliki sumber zeolit alam 31.173.505 Ton. Rasio mol  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  yang masih rendah yaitu 8,83 mol/mol menyebabkan ZAL tidak dapat digunakan sebagai bahan baku tunggal pembuatan ZSM-5. Oleh karena itu peneliti menambahkan sumber silika penambah yang berasal dari *Bagasse Fly Ash* (BFA) untuk meningkatkan rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  bahan baku. Provinsi Lampung memiliki kontribusi mencapai 38% dari seluruh produksi gula dalam negeri, dengan volumenya mencapai 2,76 juta ton pada

Juni 2013, Jamalzen (2013). Potensi limbah industri gula berupa ampas tebu (*bagasse*) biasa digunakan sebagai bahan bakar boiler dan menghasilkan limbah berupa *Bagasse Fly Ash* (BFA). BFA memiliki kandungan yang  $\text{SiO}_2$  tinggi sebesar 49,98 % massa, Purnomo (2007). Tika dan Ginting (2012) melakukan sintesis ZSM-5 menggunakan ZAL dengan sumber silika penambah yang berasal dari sekam padi ekstrak dan abu sekam padi diperoleh produk ZSM-5 dengan persen kristalinitas tertinggi sebesar 48,32 %. Andhika dan Ginting (2012) juga telah melakukan sintesis ZSM-5 menggunakan BFA diperoleh produk ZSM-5 dengan 25% kristalinitas. Pada tahun yang sama Utomo dan Ginting (2012) melakukan sintesis ZSM-5 menggunakan BFA yang ditambah dengan alumina sintesis menghasilkan produk ZSM-5 dengan persen kristalinitas 29,42 %. Pada hasil penelitian diatas masih belum memperoleh ZSM-5 dengan persen kristalinitas yang tinggi, oleh karena itu peneliti akan melakukan penelitian lebih lanjut dengan mensintesis ZSM-5 menggunakan ZAL (berasal dari Kalianda – Lampung Selatan) dan BFA (berasal dari PT.Gunung Madu Plantations) sebagai sumber silika penambah.

## METODE

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Teknologi Industri Proses Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi (BPPT) – Serpong Tangerang. Waktu penelitian dilaksanakan pada bulan Juli 2013. Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah Zeolit Alam Lampung (ZAL) yang berasal dari CV.MINATAMA Bandar Lampung, *Bagasse Fly Ash* (BFA) yang berasal dari PT Gunung Madu Plantations (GMP) Lampung Tengah,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  96 %, Aquades, NaOH, *Tetra Propil Ammonium Bromide* (TPABr). Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah Ayakan 100 Mesh, Sendok, Neraca Digital, Gelas Ukur, Gelas Kimia, Pipit Tetes, *Magnetic Stirrer*, pH meter, Corong, Kertas Saring, Spatula, Cawan Porselin, *Autoclave*, Oven, Alat Penumbuk, *Furnace*, Desikator, Alat SEM-EDS di Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir Badan Tenaga Nuklir Nasional (PTBIN BATAN) - Serpong Tangerang, dan Alat XRD Shimadzu di Pusat Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri (UIN) Syarif Hidayatullah Jakarta.

Pada tahap awal dilakukan *Pretreatment* ZAL dengan melakukan pemanasan pada oven dengan temperatur  $105^\circ\text{C}$  selama 2 jam. Hal ini bertujuan untuk mengurangi

kadar air pada ZAL. Selanjutnya melakukan *Pretreatment* BFA yang mengacu pada proses yang dilakukan oleh Kurniati (2009). Adapun yang dilakukan adalah Menumbuk BFA sampai halus, lalu diayak dengan ayakan berukuran 100 mesh. Kemudian merendam 45 gram BFA dalam larutan  $H_2SO_4$  15 mL pada gelas kimia dan mengencerkan dengan aquades sebanyak 450 mL dan melakukan pengadukan selama 30 menit. Selanjutnya melakukan penyaringan dengan kertas saring untuk memisahkan filtrat dan endapan BFA. Endapan BFA yang terbentuk dicuci dengan aquades sebanyak tiga kali dan dikeringkan pada oven  $150^\circ C$  selama 1 jam. BFA kering dibakar dalam *furnace* pada  $600^\circ C$  selama 4 jam dan didinginkan. Kemudian dilakukan analisis gravimetri di Balai Penguji dan Kalibrasi Balai Riset dan Standarisasi Industri Bandar Lampung.

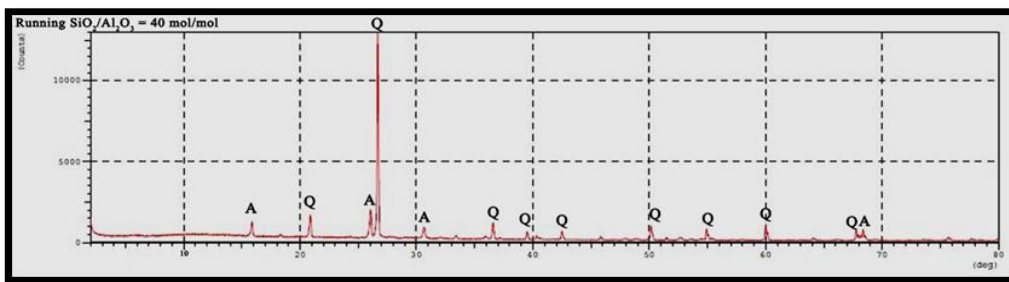
Sintesis ZSM-5 mengacu pada prosedur yang telah dilakukan Tika dan Ginting (2012). Semua bahan disiapkan dengan ditimbang dan dibagi dengan berat yang sesuai dengan yang diinginkan. Selanjutnya membuat larutan A, B, dan C dari bahan yang sudah disiapkan. Larutan A dibuat dengan melarutkan NaOH dan BFA (hasil *pretreatment*) lalu diaduk selama 1 jam. Larutan B dibuat dengan melarutkan ZAL (hasil *pretreatment*) dengan larutan NaOH. Larutan C dibuat dengan melarutkan TPABr ke dalam aquades. Setelah dilakukan pengadukan pada larutan A selama 1 jam, maka dimasukan larutan B dan larutan C dalam posisi *stirrer* masih berputar hingga 5 menit. Campuran yang dihasilkan memiliki pH berkisar 13. Untuk memperoleh pH 11, ke dalam larutan tersebut ditambahkan  $H_2SO_4$  1 N setetes demi setetes hingga dicapai pH 11. Namun setelah dilakukan penambahan  $H_2SO_4$  1 N (LAMPIRAN G) sebanyak 57 ml, campuran tetap memiliki pH 13. Campuran akhir yang dihasilkan berupa larutan yang terdapat endapan berwarna coklat. Campuran yang dihasilkan dimasukkan ke dalam *autoclave* dan dipanaskan pada temperatur tetap  $180^\circ C$  dengan tekanan *autogenous* selama 48 jam tanpa pengadukan. Padatan yang terbentuk dari hasil reaksi tersebut disaring, dicuci dengan aquades 3 kali, kemudian dikeringkan dalam oven pada temperatur  $105^\circ C$  selama 2 jam. Produk yang dihasilkan selanjutnya dilakukan karakterisasi XRD di Pusat Laboratorium Terpadu Universitas Islam Negeri (UIN) Syarif Hidayatullah Jakarta.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

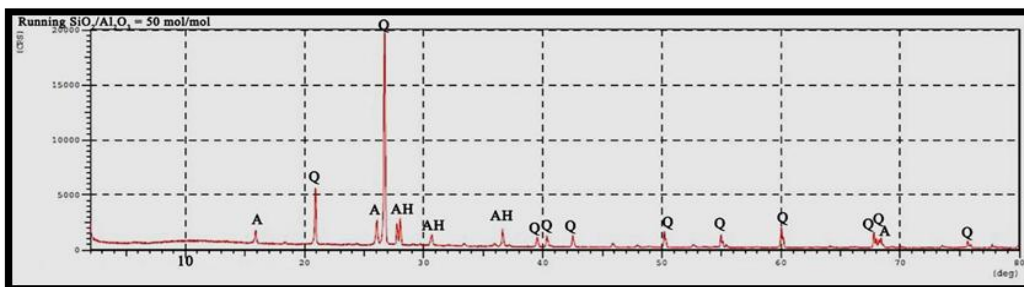
Hasil analisis gravimetri yang dilakukan terhadap ZAL dan BFA serta hasil pola XRD dari produk yang terbentuk diperoleh sebagai berikut.

Tabel 1. Hasil Gravimetri

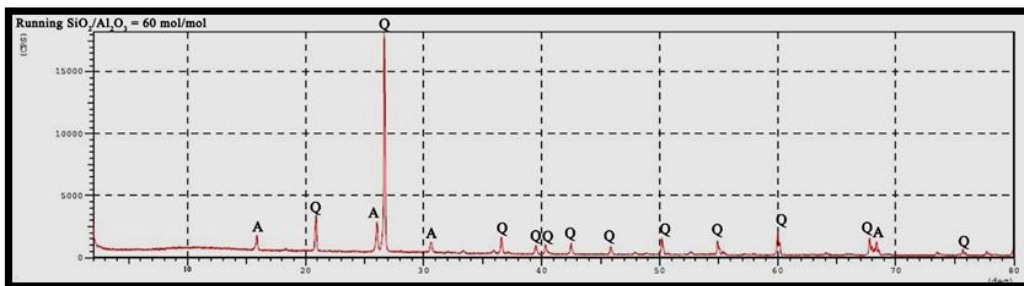
Parameter	BFA	ZAL
SiO <sub>2</sub> (%)	92,51	84,58
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	1,19	2,19



Gambar 1. Run I (SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 40 mol/mol)



Gambar 2. Run II (SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 50 mol/mol)

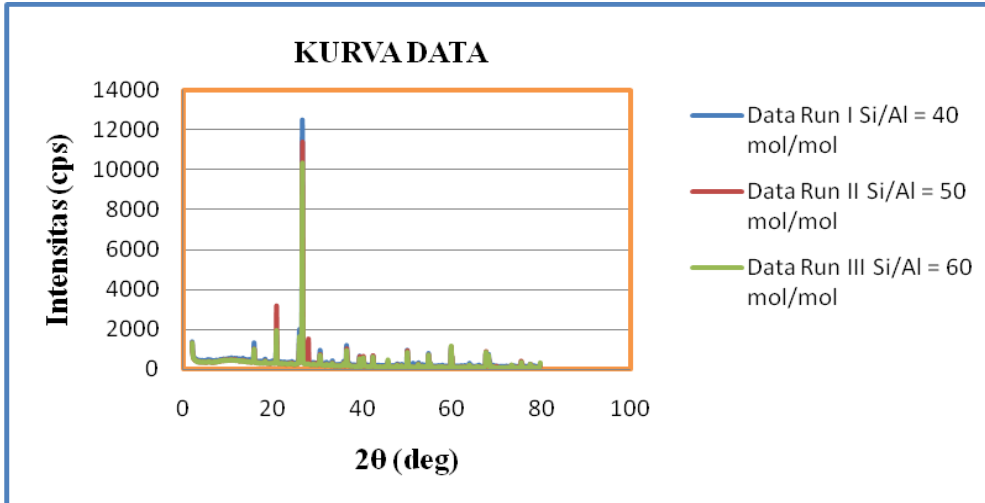


Gambar 3. Run III (SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> = 60 mol/mol)

Keterangan : (A) = *Analcim* (Sodium Aluminum Silicate Hydrate/Na(Si<sub>2</sub>Al)O<sub>6</sub>.H<sub>2</sub>O) ;  
 (Q) = *Quartz* (Silicon Oxide/SiO<sub>2</sub>); dan (AH) = *Albite High* (Na(AlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>))

Pada analisis kualitatif diperoleh mineral *analcim*, dimana menurut Weitekamp (1999), *analcim* adalah fase metastabil dimana jika waktu sintesis diperpanjang maka fasa *analcim* akan berubah menjadi zeolit lain yang tergantung pada metode serta bahan baku sintesisnya. Berdasarkan pola XRD produk *analcim* standar, puncak tertinggi *analcim* terdapat pada nilai dua teta 25,96 deg. Sedangkan *Quartz* yang diduga sebagai silika sisa reaktan yang tidak bereaksi didalam *autoclave* memiliki nilai dua teta tertinggi memiliki *range* 26,03 - 26,73 deg. Pada Run I ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 40 \text{ mol/mol}$ ) terdapat puncak tertinggi yaitu 26,6538 deg dengan intensitas 9716 cps, hal ini juga dimiliki pada dua teta yang sama oleh *Alpha Quartz* ( $\text{Si}_3\text{O}_6$ ). Begitu juga pada Run II ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 \text{ mol/mol}$ ) dan Run III ( $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 60 \text{ mol/mol}$ ) memiliki nilai dua teta yang sama berturut-turut 26,6958 deg dan 26,6634 deg. Sehingga dapat disimpulkan bahwa produk masih didominasi oleh kandungan silika sebagai silika sisa reaktan yang tidak bereaksi didalam *autoclave*. Berdasarkan analisis kualitatif dapat disimpulkan bahwa pada running penelitian ini tidak didapatkan produk yang diinginkan berupa ZSM-5.

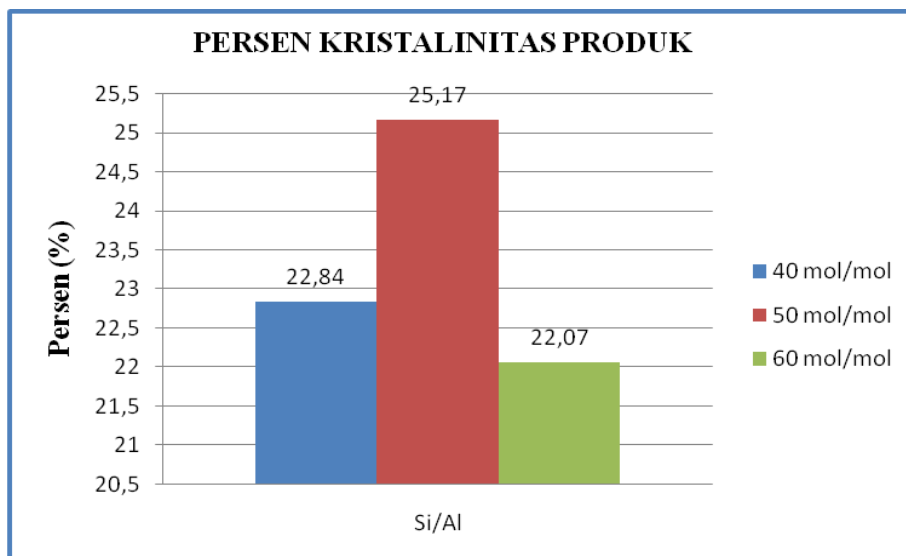
Analisis kuantitatif dilakukan dengan menghitung persen kristalinitas menggunakan metode *Based Amorf* yaitu dengan membandingkan luas kristalin terhadap luas keseluruhan area di bawah kurva (amorf + kristalin). Kurva yang telah dilakukan *smoothing* dari ketiga running dapat dilihat pada Gambar 4. Dari hasil perhitungan persen kristalinitas menggunakan metode *Based Amorf* diperoleh nilai kristalinitas tertinggi diperoleh ada Run II dengan  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 \text{ mol/mol}$  sedangkan persen kristalinitas terendah diperoleh pada Run III dengan  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 60 \text{ mol/mol}$ . Adapun nilai persen kristalinitas pada masing masing RUN terlihat pada Tabel 2 dan Gambar 5.



Gambar 4. Kurva Data

Tabel 2. Tabel Kristalinitas

Run	SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Kristalinitas (%)
I	40	22,84
II	50	25,17
III	60	22,07

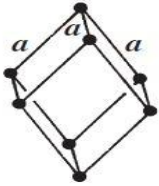
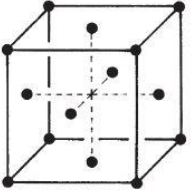
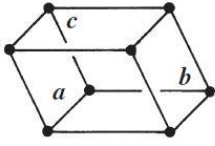


Gambar 5. Kurva Kristalinitas

Pada penelitian ini tidak dilakukan analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*) yang bertujuan untuk mengetahui struktur morfologi produk yang terbentuk. Namun peneliti dapat menganalisis dari hasil karakterisasi XRD Berdasarkan

*Space Group* (S.G.) untuk menentukan jenis kristal yang berada dalam produk Pecharsky dan Zavalij (2009). Berdasarkan *Space Group* (S.G.), struktur kristal pada produk adalah berupa *Trigonal*, *Cubic* dan *Triclinic* seperti yang tercantum pada Tabel 3. Namun sebagian dari produk juga terdiri dari struktur amorf.

Tabel 3. Tabel Jenis Kristal

Nama	S.G.	Jenis Kristal	Struktur
<i>Quartz</i>	P3221	<i>Trigonal</i>	
<i>Analcim</i>	Ia3d	<i>Cubic</i>	
<i>Albite High</i>	P-1	<i>Triclinic</i>	

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa berdasarkan hasil analisis kualitatif, tidak diperoleh produk ZSM-5, melainkan produk yang terbentuk adalah *Analcim*, *Albite High*, dan *Quartz* sebagai sisa reaktan. Hasil perhitungan persen kristalinitas produk didapatkan nilai kristalinitas produk tertinggi pada  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  50 mol/mol yaitu sebesar 25,17 %. Bentuk kristal pada produk yang terbentuk berupa *Trigonal*, *Cubic* dan *Triclinic*.



## DAFTAR PUSTAKA

- Andika & Ginting S Br. 2012. *Sintesis Zeolit ZSM-5 dari Fly Ash Baggase dengan Penambah Alumina*. Bandar Lampung: Laporan Penelitian Universitas Lampung
- Jamalzen, 2013. Produksi Gula Sulit di Capai. <http://agroindonesia.co.id/2013/08/27/produksi-gula-sulit-dicapai/>
- Kurniati E. 2009. *Ekstraksi Silica White Powder dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi Dieng*. UPN Press. Surabaya
- Pecharsky dan Zavalij. 2009. *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Material*. Spinger : USA
- Purnomo, Chandra, W., dan Prasetya, Agus. 2007. *The Study of Adsorption Breakthrough Curves of Cr (VI) on Bagasse Fly Ash (BFA)*. San Fransisco, USA
- Tika & Ginting SBr. 2012. *Penentuan Hidrotermal Terbaik Sintesis ZSM-5 Dari Zeolit Alam Lampung Dengan Sumber Penambah Silica Penambah dari Sekam Padi*. Bandar Lampung: Laporan Penelitian Universitas Lampung
- Utomo H & Ginting SBr. 2012. *Sintesis Zeolit ZSM-5 dari Fly Ash Baggase dengan Penambah Alumina*. Bandar Lampung: Laporan Penelitian Universitas Lampung
- Weitkamp, J., dan Pupe, L.1999. *Catalysis and Zeolites Fundamental and Application*, Berlin. Germany