

Synthesis and Characterization of Zeolite X from Boiler Ash and Aluminum Foil Waste

Intan Ayu Safitri and Iis Siti Jahro

Chemistry Department, Faculty of Mathematics and natural Sciences, Universitas Negeri Medan, Medan, 20371, Sumatera Utara

*Email : intanayusafitri15@gmail.com

ABSTRACT

This study aims to determine the effect of the Si/Al molar ratio and the number of Na₂EDTA additions on the purity and crystallinity levels of the synthesized zeolite X. zeolite X was synthesized by hydrothermal method at 70 °C and 120 °C for 3 and 6 hours, respectively. In the synthesis of zeolite X used boiler ash and aluminum foil waste. The results of characterization using Fourier Transform Infra Red (FT-IR) and X-Ray Diffraction (XRD) showed that the level of purity and crystallinity of the synthesized zeolite X was influenced by the variation of Si/Al molar ratio and amount of Na₂EDTA addition. The zeolite with the best quality was obtained from the synthesis with a Si/Al molar ratio of 1.6 and the amount of Na₂EDTA added as much as 3.0 g. The synthesized zeolite X has a purity level of 75% and a degree of crystallinity with a total intensity of 845.

Keywords : Boiler ash, aluminium foil waste, zeolite X, hydrothermal

I. Pendahuluan

Di Sumatera Utara, khususnya desa Sosor Ladang, Pangombusan, kecamatan Parmaksian, kabupaten Toba Samosir terjadi pencemaran tanah, air dan ekosistem akibat pembuangan limbah abu boiler dari PT. Toba Pulp Lestari sebuah perusahaan yang bergerak dalam industri pulp. Perusahaan tersebut menggunakan cangkang kelapa sawit, serat/fiber janjang kosong kelapa sawit dan sisa kulit kayu sebagai bahan bakar boiler pada produksinya.

Berdasarkan data yang diperoleh secara langsung dari lapangan menunjukkan jumlah abu boiler yang dihasilkan per harinya mencapai 25 ton sehingga per bulannya sekitar 600 ton abu boiler. Limbah abu hasil pembakaran dalam jumlah yang sangat banyak hanya dimanfaatkan sebagai pupuk.¹ Abu yang tidak digunakan sebagai pupuk ditumpuk

di sekitar area pabrik untuk kemudian dibuang ke tempat pembuangan.

Hasil analisis mengenai komposisi kimia menunjukkan abu boiler mengandung SiO₂ (silika) dan Al₂O₃ (alumina) berturut-turut sebesar 57,5 dan 4,20%.² Tingginya kadar komponen silika dan adanya alumina yang terkandung di dalam abu boiler menjadikan abu boiler sangat berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai bahan sintesis zeolit.

Selain abu boiler, di lingkungan juga banyak ditemukan limbah berupa sampah aluminium foil yang biasa digunakan sebagai pembungkus produk sekali pakai. Susu bubuk merupakan salah satu produk yang menggunakan bungkus kemasan aluminium foil. Berdasarkan data Kementan dan BPS tahun 2017, pasar konsumsi susu tumbuh sekitar 6.6% pertahun dengan persentase terbesar dalam bentuk susu bubuk (59%), disusul oleh susu cair (20%) dan susu kental manis (21%).³ Tingkat

konsumsi masyarakat yang tinggi terhadap produk berkemasan aluminium foil ini mengakibatkan bertumpuknya sampah aluminium foil yang berdampak terhadap pencemaran tanah. Hasil analisis komposisi kimia menunjukkan aluminium foil mengandung 92-99% logam aluminium yang dapat digunakan sebagai sumber aluminium pada sintesis material seperti zeolit.

Zeolit merupakan mineral kristal alumina silika terhidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Masing-masing tetrahedral tersebut dihubungkan oleh atom-atom oksigen sedemikian rupa sehingga terbentuk kerangka tiga dimensi yang mengandung rongga-rongga, yang didalamnya terisi oleh ion-ion logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas.⁴ Zeolit memiliki sifat sebagai penukar ion, adsorben, katalis dan penyaring molekul sehingga dapat digunakan dalam pengolahan limbah industri pelapisan logam.⁵

Berdasarkan uraian diatas, peneliti telah melakukan penelitian sintesis dan karakterisasi zeolit X dari limbah abu boiler dan sampah aluminium foil dengan variasi rasio Si/Al dan penambahan Na_2EDTA .

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan pada sintesis zeolit X ini terdiri dari abu boiler, aluminium foil, NaOH, Na_2EDTA , akuades dan akuabides. Adapun alat yang digunakan meliputi neraca analitik, tanur, cawan porselin, ayakan 200 mesh, kaca arloji, gelas kimia, pengaduk, magnet batang, penyaring vakum, tabung fraksinasi, labu dasar bulat, termometer 0-200°C, corong kaca, erlenmeyer, dan oven. Sementara itu untuk karakterisasi zeolit X hasil sintesis digunakan instrument *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Pemanasan Abu Boiler

Pemanasan Abu boiler dilakukan dalam tanur pada suhu 800°C selama 4 jam. Abu hasil pemanasan dihaluskan dan diayak dengan ukuran 200 mesh.

2.2.2. Pemisahan Abu Boiler Secara Magnetik

Abu Boiler yang telah halus ditimbang sebanyak 20 g, dimasukkan ke dalam *beaker glass* 500 mL lalu ditambahkan akuades hingga volume 100 mL. Kemudian ke dalamnya dimasukkan

magnet batang dan diaduk di atas pemanas berpengaduk magnetik (*hot plate magnetic stirrer*) selama 30 detik. Selanjutnya abu boiler non magnetik disaring dan dikeringkan pada suhu 120 °C selama 3 jam.

2.2.3. Pemisahan Abu Boiler Secara Fraksinasi

Pemisahan abu boiler non magnetik melalui proses fraksinasi dilakukan dengan memasukkan 5 g abu boiler non magnetik dan akuades hingga penuh ke dalam tabung fraksinasi. Campuran tersebut diaduk hingga seluruh bagian dalam tabung terlihat homogen. Setelah didiamkan selama 10 detik, selanjutnya 3 buah kran pada tabung tersebut dibuka secara bersamaan kemudian campuran yang keluar dari masing-masing kran yang terdiri dari campuran berisi abu fraksi ringan, sedang dan berat ditampung lalu disaring dan dikeringkan pada suhu 120°C selama 3 jam. Setelah dingin, fraksi berat abu boiler yang digunakan sebagai sumber silika dan alumina untuk sintesis zeolit.

2.2.4. Sintesis Zeolit X

Sintesis zeolit X dari abu boiler non magnetik fraksi berat dan aluminium foil dengan perlakuan variasi rasio molar Si/Al sebagaimana terangkum pada Tabel 1.

Tabel 1. Komposisi bahan sintesis zeolit X dari abu boiler dan aluminium foil dengan variasi rasio molar Si/Al (1,4 ; 1,5 ; 1,6).

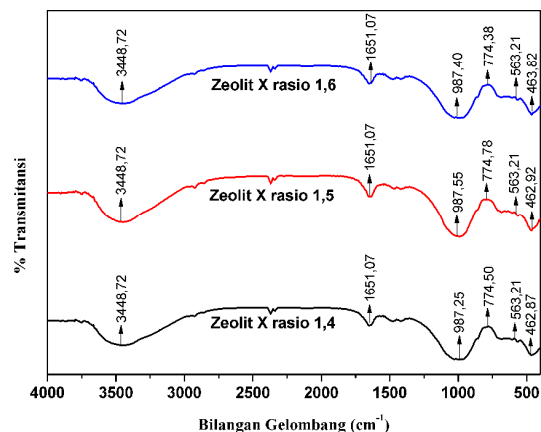
Rasio Si/Al	NaOH (g)	SiO ₂ (g)	Al (g)	H ₂ O (mL)	Na ₂ EDTA (g)
1,4	10,944	10	2,0073	300	2,5
1,5	10,208	10	1,8723	300	2,5
1,6	9,568	10	1,755	300	2,5

Campuran yang terdiri dari bahan-bahan sintesis zeolit diaduk diatas *hot plate magnetic stirrer* menggunakan magnet batang sebagai pengaduk pada temperatur ruang dengan kecepatan pengadukan 600 rpm selama 10 jam. Kemudian campuran reaktan disimpan selama 1 malam untuk keesokan harinya direfluks pada suhu 70°C selama 3 jam. Proses refuks dilanjutkan kembali untuk proses kristalisasi pada suhu 120°C selama 6 jam. Hasilnya kemudian disaring dan dicuci dengan aquades hingga pH netral pada air cucian, penyaringan dilakukan dengan menggunakan kertas saring whatman No. 42. Padatan yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C

selama 3 jam, hingga diperoleh berat yang konstan. Padatan yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan Spektroskopi FT-IR. Sebagai perlakuan variasi penambahan Na₂EDTA maka dilakukan sintesis zeolit X dengan variasi penambahan Na₂EDTA sebanyak 2,0 ; 2,5 dan 3 gram pada larutan campuran sebelum distirrer pada rasio molar terbaik hasil sintesis zeolit X. Selanjutnya hasil sintesis dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *X-Ray Diffractometer* (XRD) dan Spektroskopi FT-IR.

III. Hasil dan Diskusi

Hasil sintesis zeolit X berupa padatan berwarna coklat yang akan dikarakterisasi dengan Spektroskopi FT-IR dan *X-Ray Diffractometer* (XRD). Karakterisasi FT-IR dilakukan dengan cara membandingkan puncak serapan zeolit sintesis dengan spektra standar FT-IR zeolit X, hal ini bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi dari kerangka zeolit. Secara umum, zeolit X memiliki daerah serapan inframerah yang khas, pada daerah ini terdapat vibrasi fundamental struktur kerangka zeolit yang diklasifikasikan dalam 2 (dua) kelas vibrasi, yaitu vibrasi internal dan eksternal.



Gambar I. Hasil Analisis FT-IR Zeolit X Variasi Molar Si/Al (1,4; 1,5; 1,6)

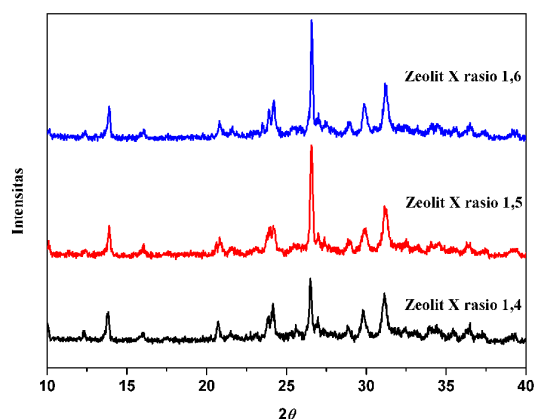
Daerah serapan inframerah yang khas pada zeolit X berada pada bilangan gelombang 1400-400 cm⁻¹. Berdasarkan hasil spektra zeolit X hasil sintesis menunjukkan adanya empat daerah serapan pada bilangan gelombang (500-420, 650-500, 820-750, 1250-945) cm⁻¹ yang merupakan daerah serapan khas struktur kerangka zeolit X.⁶ Adanya serapan pada daerah bilangan gelombang (462,87; 462,92; 463,82) cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi

internal tetrahedral dari vibrasi tekuk O-T-O (T = Si/Al). Daerah serapan pada bilangan gelombang 563,21 cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi eksternal dari vibrasi cincin ganda (D6R) dalam struktur kerangka yang merupakan ciri khas zeolit X. Puncak serapan pada bilangan gelombang (774,50; 774,78; 774,38) cm⁻¹ menunjukkan adanya vibrasi internal dari vibrasi ulur simetrik, pita serapan yang semakin jelas dan tajam pada hasil sintesis berhubungan dengan kristalinitas yang semakin tinggi. Serapan pada daerah bilangan gelombang (987,25; 987,55; 987,40) cm⁻¹ merupakan puncak vibrasi internal dari vibrasi ulur asimetrik, penyempitan pita serapan tersebut diperkirakan berhubungan dengan homogenya Si dan Al setelah proses sintesis.⁷ Serapan pada daerah bilangan gelombang 1651,07 cm⁻¹ menunjukkan adanya tekukan H-O-H yang mengartikan bahwa pada zeolit X hasil sintesis masih terdapat air yang teradsorpsi, vibrasi ulur gugus -OH ini dimungkinkan muncul karena terjadi penyerapan air dari udara yang disebabkan karena siat zeolit yang higroskopis. Sedangkan puncak serapan yang melebar pada daerah bilangan gelombang 3448,72 cm⁻¹ menunjukkan adanya rentangan O-H dari air.

Karakterisasi zeolit X menggunakan XRD berperan penting dalam menentukan tingkat kemurnian dan kristalinitas dari suatu material. Material dengan kristalinitas yang baik memiliki intensitas ketajaman puncak yang tinggi serta pemisahan puncak yang baik. Penentuan tingkat kemurnian dan kristalinitas zeolit X hasil sintesis dilakukan dengan membandingkan difraktogram hasil analisis XRD dengan data standar JCPDS (*Joint Commite Powder on Diffraction Standarts*), jika pada difraktogram muncul puncak-puncak selain puncak khas zeolit X menunjukkan banyak terkandung zat lain sehingga tingkat kemurniannya dapat dikatakan rendah. Sedangkan untuk kristalinitas, jika puncak khas zeolit X semakin banyak dan tajam serta intensitasnya besar maka dapat dikatakan kristalinitasnya tinggi.

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 2 dapat dilihat peningkatan intensitas puncak yang muncul dari zeolit X dengan rasio 1,4; 1,5 dan 1,6. Peningkatan intensitas puncak tersebut menunjukkan bahwa kristalinitas zeolit X hasil sintesis semakin tinggi seiring dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Perbandingan puncak-puncak yang muncul pada difraktogram

zeolit X hasil sintesis dibandingkan dengan puncak khas zeolit sintesis standar JCPDS.



Gambar 2. Hasil Analisis XRD Zeolit X Variasi Molar Si/Al (1,4; 1,5; 1,6)

Tabel 2. Perbandingan Karakterisasi Difraktogram Sintesis Zeolit X dengan JCPDS

No	Zeolit X Hasil Sintesis			
	JCPDS	(Rasio)		
	2θ	1,4	1,5	1,6
1.	10,00	-	-	-
2.	11,73	13,79	13,87	13,86
3.	15,43	-	-	-
4.	23,31	24,12	24,20	24,18
5.	26,65	26,49	26,55	26,57
6.	30,94	29,79	29,90	29,86
7.	31,98	31,11	31,18	31,20
8.	33,59	34,38	34,05	34,12

Zeolit X hasil sintesis dengan rasio molar Si/Al (1,4; 1,5; 1,6) memiliki 6 puncak dari 8 puncak khas zeolit dari data standar dan perbandingan. Jumlah puncak zeolit yang terbentuk berkaitan dengan tingkat kemurnian dan kristalinitas hasil sintesis. Semakin banyak jumlah puncak khas zeolit X yang muncul maka semakin tinggi kemurnian dan kristalinitasnya. Kemurnian zeolit X pada hasil sintesis yaitu 75%.

$$\% \text{ Kemurnian} = \frac{\text{jumlah puncak XRD}}{\text{jumlah puncak perbandingan}} \times 100\%$$

$$= \frac{6}{8} \times 100\%$$

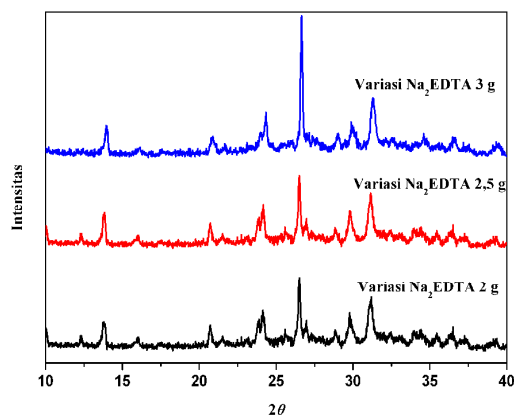
$$= 75 \%$$

Bila ditinjau dari tingginya jumlah intensitas puncak yang terbentuk sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 3, zeolit X rasio 1,6 merupakan zeolit X yang memiliki tingkat kristalinitas tertinggi dengan total intensitas sebesar 710.

Tabel 3. Hasil Karakterisasi Difraktogram Zeolit X Hasil Sintesis dengan Variasi Molar Si/Al (1,4; 1,5; 1,6)

No	Zeolit X Hasil Sintesis					
	Rasio 1,4		Rasio 1,5		Rasio 1,6	
	2θ	(I)	2θ	(I)	2θ	(I)
1.	13,79	73	13,87	69	13,86	74
2.	24,12	84	24,20	67	24,18	85
3.	26,49	158	26,55	285	26,57	318
4.	29,79	70	29,90	57	29,86	79
5.	31,11	103	31,18	116	31,20	133
6.	34,38	30	34,05	23	34,12	21
	ΣI = 518		ΣI = 617		ΣI = 710	

Komposisi bahan yang menghasilkan zeolit X dengan kemurnian dan tingkat kristalinitas tinggi digunakan untuk sintesis selanjutnya dengan variasi penambahan Na₂EDTA sebanyak 2,0 dan 3,0 g. Difraktogram hasil sintesis zeolit X dengan variasi penambahan Na₂EDTA ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil Analisis XRD Zeolit X Variasi Penambahan Na₂EDTA (2,0; 2,5; 3,0) g

Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa penambahan Na₂EDTA dengan variasi kadar (2,0; 2,5; 3,0) g menghasilkan jumlah puncak yang sama yaitu terdapat 6 puncak yang terbentuk dari 8

puncak khas zeolit berdasarkan data standar sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Perbandingan Karakterisasi Difraktogram Sintesis Zeolit X Variasi Na₂EDTA (2,0; 2,5; 3,0) g dengan JCPDS

No	JCPDS	Zeolit X Hasil Sintesis dengan Variasi Penambahan Na ₂ EDTA (Variasi)		
		2,0 g	2,5 g	3,0 g
		20	20	20
1.	10,00	-	-	-
2.	11,73	13,95	13,86	13,86
3.	15,43	-	-	-
4.	23,31	24,29	24,18	24,24
5.	26,65	26,63	26,57	26,52
6.	30,94	29,93	29,86	27,90
7.	31,98	31,27	31,20	31,46
8.	33,59	34,59	34,12	34,58

Berdasarkan jumlah puncak yang muncul dalam zeolit X hasil sintesis menunjukkan tingkat kemurnian dan kristalinitas zeolit X yang terbentuk adalah 75%. Jika ditinjau dari tingginya jumlah intensitas puncak yang terbentuk sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 5, dapat diketahui besarnya intensitas puncak yang terbentuk semakin meningkat seiring bertambahnya massa Na₂EDTA yang digunakan. Dengan demikian dapat diduga bahwa tingkat kemurnian dan kristalinitas zeolit X hasil sintesis semakin meningkat pula. Peningkatan intensitas puncak zeolit X dengan penambahan Na₂EDTA 2,0 ke 2,5 g memiliki selisih sebesar 16, sedangkan perbandingan peningkatan intensitas puncak zeolit X dengan penambahan Na₂EDTA 2,5 ke 3,0 g memiliki selisih sebesar 135. Dengan demikian dapat diperkirakan zeolit X dengan penambahan Na₂EDTA 3,0 g memiliki tingkat kemurnian dan kristalinitas tertinggi dengan jumlah intensitas 845.

Tabel 5. Hasil Karakterisasi Difraktogram Zeolit X Hasil Sintesis dengan Variasi Na₂EDTA (2,0; 2,5; 3,0) g

No	Zeolit X Hasil Sintesis dengan Penambahan Na ₂ EDTA					
	Variasi 2,0 g		Variasi 2,5 g		Variasi 3,0 g	
	20	(I)	20	(I)	20	(I)
1.	13,95	61	13,86	74	13,86	198
2.	24,29	75	24,18	85	24,24	260
3.	26,63	346	26,57	318	26,52	142
4.	29,93	56	29,86	79	27,90	59
5.	31,27	121	31,20	133	31,46	90
6.	34,59	35	34,12	21	34,58	96
	ΣI = 694		ΣI = 710		ΣI = 845	

IV. Kesimpulan

Hasil karakterisasi FT-IR dan XRD menunjukkan zeolit X hasil sintesis dengan tingkat kristalinitas tertinggi 75% diperoleh dari hasil sintesis yang menggunakan rasio molar Si/Al sebesar 1,6. Sementara zeolit X dengan kristalinitas terbaik yang memiliki total intensitas puncak-puncak difraksinya sebesar 845 diperoleh dari sintesis yang menggunakan rasio molar Si/Al 1,6 tambahan Na₂EDTA sebanyak 3,0 g.

Referensi

- Zahrina, I., (2007), Pemanfaatan Abu Sabut Dan Cangkang Sawit Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zsm-5 Dari Zeolit Alam, *Jurnal Sains Dan Teknologi*, Vol 6(2): 31–34.
- Balai Besar Selulosa., (2002), *Laporan Penelitian Pemanfaatan Limbah Padat Fly ash dan Bottom Ash sebagai Bahan Baku Pembuatan Bata Merah*, Kerjasama BBS - PT. RAPP.
- Taufik, E., (2019), Rancangan Induk Industri Susu: Peluang dan Tantangannya, *Foodreview Indonesia*, Vol XIV(6): 28-32.
- Lestari, D.Y., (2010), Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara, *Prosiding Seminar Nasional Kimia Dan Pendidikan Kimia*, FMIPA UNY, Yogyakarta.
- Las, T., dan Zamroni, H., (2002), Penggunaan Zeolit dalam Bidang Industri dan Lingkungan, *Jurnal Zeolit Indonesia*, Vol 1(1): 27–34.
- Flanigen, E.M., Syzmanski, H.A., Khatami, H., (1971), *Infrared Structural Studies off Zeolites Framework in Molecular Sieve Zeolites I*,

Advances in Chemistry Series 101, Washington DC: Gould ed.

7. Sunardi., Rohman, T., Mikrianto, E., Rusmayanthi, R., (2007), Pengaruh Waktu Refluks dengan NaOH terhadap Konversi Abu Layang Batubara Menjadi Zeolit, *Sains dan Terapan Kimia*, Vol 1(2): 83-92.
8. Apriyani, V., Girsang, T.A.S., Sirait, R., Simatupang, L., (2019), "Combination of Sinabung Volcanic Ash and Humic Acid Against Characteristics of Humid Silica Fertilizer, *Indonesian Journal of Chemical Science and Technology*. Vol 2 No 2, pp 108-110.
9. Herlinawati, Arpi, N., dan Azmi, N., (2020)., "Comparison of Wet Destruction, Dry Ashing, and Acid Homogenic Methods in Determining Na and K in Beef and Chicken Using Flame Photometer". *Indonesian Journal of Chemical Science and Technology*. Vol 3 No 2, pp 81-84.