



Sintesis Zeolit NaP Melalui Metode Sintesis Zeolit NaX Serta Efek Gelombang Mikro Sebagai Aktivator

Indah Pratiwi*, Universitas Negeri Padang, Indonesia

Miftahul Khair, Universitas Negeri Padang, Indonesia

ABSTRACT

This study aims to determine the effect of using microwaves on the zeolite synthesis process. Zeolite crystals were synthesized with the help of microwaves as an activator. The mixture of sodium silicate and sodium aluminate solution is stirred vigorously using a magnetic stirrer at 50°C and followed by an activation process for 1, 2, 3, 4, and 5 minutes using a microwave and continued aging for 12 hours, then dried in an oven at high temperature (105°C). The products obtained were then characterized by FTIR, XRD, and BET. The results of research using FTIR and XRD showed that the synthesis procedure followed by microwave activation showed the potential for the formation of zeolite NaP and resulted in an increased surface area of up to 125.797 m²/g.

ARTICLE HISTORY

Submitted 27/01/2023

Revised 01/02/2023

Accepted 04/05/2023

KEYWORDS

Microwave Activation; Zeolite NaP; Green Chemistry.

CORRESPONDENCE AUTHOR

✉ indahpratiwi250899@gmail.com

DOI: <https://doi.org/10.30743/cheds.v7i1.6579>

1. PENDAHULUAN

Zeolit berasal dari mineral hasil tambang yang memiliki sifat mudah kering serta lunak. Zeolit memiliki warna putih kekuning-kuningan, putih kehijau-hijauan, serta putih keabu-abuan. Nama zeolit ini berasal dari bahasa Yunani yaitu Zeni dan Lithos, memiliki arti batu yang mendidih karena jika dipanaskan akan mengeluarkan buih serta air. Zeolit memiliki sifat-sifat mineral yang sangat variasi tergantung dari jenis serta kadar mineral zeolit. Struktur zeolit sendiri berongga, dimana biasanya rongga ini diisi oleh air serta kation yang bisa dipertukarkan serta memiliki ukuran pori tertentu (Rahmawati & Sulistyaningsih, 2018). Pori-pori zeolit mengadsorpsi molekul yang masuk ke dalam pori dan menghalangi molekul yang lebih besar dari ukuran porinya, sehingga dapat berperan sebagai penyaring molekul (*molecular sieve*) (Indira & Abhitha, 2022). Struktur dasar zeolit terdiri dari jaringan tetrahedral [SiO₄]⁴⁻ dan tetrahedral [AlO₄]⁵⁻. Tetrahedron dihubungkan melalui atom oksigen untuk membentuk struktur terbuka dengan lubang kosong (Tran-Nguyen et al., 2021).

Terdapat dua jenis zeolit, yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam merupakan zeolit yang mengalami pembentukan dari batuan vulkanik serta batuan sedimen yang mengendap akibat proses perubahan alam jutaan tahun lalu, yang biasanya digunakan sebagai katalis maupun sebagai penyangga pada reaksi katalitik (Joya et al., 2014). Zeolit sintesis merupakan zeolit yang dibuat di laboratorium yang waktu pembuatannya tidak memakan waktu jutaan tahun seperti zeolit alam. Zeolit sintesis lebih unggul dari zeolit alam pada waktu pembuatannya yang tidak memakan waktu, parameter sintesis yang bisa dikontrol, yang pada gilirannya memungkinkan untuk memperoleh bahan dengan parameter tertentu dan bentuk yang sangat murni serta memiliki kristalinitas yang lebih tinggi (Szerement et al., 2021).

Zeolit sintesis terdiri dari berbagai tipe, yaitu zeolit faujasit dan gismondine. Salah satu contoh dari zeolite faujasit dan zeolite gismondine yaitu zeolit NaX dan zeolit NaP. Zeolit NaX mempunyai rasio molar Si/Al = 1,0 hingga 1,5 (Ge et al., 2020), sedangkan zeolite NaP memiliki rasio molar Si/Al = 2-5 (Sri et al., 2015). Zeolit NaX terdiri dari sangkar sodalit yang terhubung satu sama lain melalui enam cincin ganda (prisma D6R) yang membentuk rongga besar FAU dengan saluran berpori tiga dimensi berdiameter 7,4 Å yang mampu menampung molekul besar (Boycheva et al., 2020). Zeolit NaP yang merupakan tipe kerangka GIS terdiri dari kerangka (*framework*) dengan saluran perpotongan 0,31 nm x 0,44 nm dan 0,26 nm x 0,49 nm (Pal et al., 2013). Rasio Si/Al yang rendah (~1,18) yang membuatnya lebih baik untuk penyerapan logam berat karena adanya banyak ion Na⁺ yang dapat ditukar (6,54 mmol/g) (Ezzeddine et al., 2018). Ukuran mikropori zeolite NaP yang lebih kecil daripada zeolit lain seperti Faujasite (FAU), Linde type A (LTA) dan Mordenite (MOR), efektif dimanfaatkan untuk menghilangkan kation logam beracun seperti Zn²⁺ dari air limbah. Selain itu, NaP juga berpotensi dalam pemisahan air (H₂O) atau gas-gas kecil seperti N₂, CO₂, dan H₂ (Bunmai et al., 2020).



Pal et al., (2013) melaporkan sintesis zeolit NaP dengan menerapkan metode ultrasonic dan kristalisasi pada temperatur ruang selama 3 jam yang dilanjutkan dengan pemanasan hidrotermal untuk menghasilkan zeolit dengan ukuran partikel yang kecil. Dengan meningkatnya energi dan waktu radiasi, kristalinitas sampel zeolit yang disintesis sedikit meningkat. Rahayu et al., (2015) juga mensintesis zeolit Y dari kaolin dan mendapatkan fasa zeolit NaP pada proses pemanasan terlalu lama yaitu 21 jam.

Aktivasi zeolit dengan gelombang mikro atau microwave merupakan salah satu aktivasi zeolite yang menerapkan prinsip ramah lingkungan. Microwave adalah salah satu pemanfaatan energi elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang antara 1 mm - 1 m dimana frekuensinya antara 0,3 - 300 GHz (Zalmi & Khair, 2021). Karakteristik pemanasan gelombang mikro memungkinkan untuk memanaskan sistem reaksi secara seragam dalam waktu singkat, yang mendorong perkecambahan inti kristal serta mempercepat laju kristalisasi. Sampel yang disintesis dengan metode sintesis kristalisasi radiasi gelombang mikro memiliki keunggulan kristalinitas tinggi dan kemurnian tinggi (He et al., 2021). Semakin lama pemanasan gelombang mikro diberikan pada sampel, maka luas permukaan sampel akan semakin besar (Umam & Hernawati, 2018). Oleh karena itu penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh gelombang mikro (microwave) dalam sintesis zeolite.

2. METODE PENELITIAN

2.1 Alat dan Bahan

2.1.1 Alat

Microwave *Electrolux EMM2308X* 220V~50Hz, FTIR *Spectrum Two 120/240 V, 50/60 Hz - Standard DTC*, X-Ray Diffraction (XRD) *type X'Pert PRO merk PANalytical MPD PW3040/60*, dan penentuan spesifik surface area dilakukan dengan model Brunauer-Emmett-Teller (BET) *Quantachrome Nova 4200e*.

2.1.2 Bahan

Silica Gel 60 (Merck), Aluminium oksida (Merck), NaOH (Merck), dan akuades.

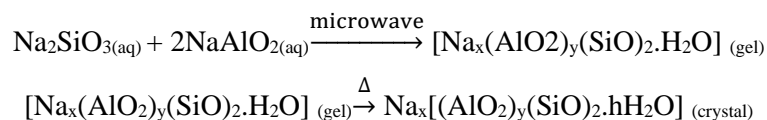
2.2 Prosedur

2.2.1 Preparasi Larutan Natrium Silikat dan Aluminat

Silica gel ditimbang sebanyak 3 gram dan dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dituangkan 50 mL larutan NaOH (1M) kedalam gelas lalu diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan kecepatan 300 rpm pada suhu 90°C selama 3 jam. Selanjutnya timbang 1 gram serbuk alumina dan 25 mL NaOH (1M) dan masukan ke dalam gelas kimia 250 mL diaduk sampai larut.

2.2.2 Sintesis Zeolit

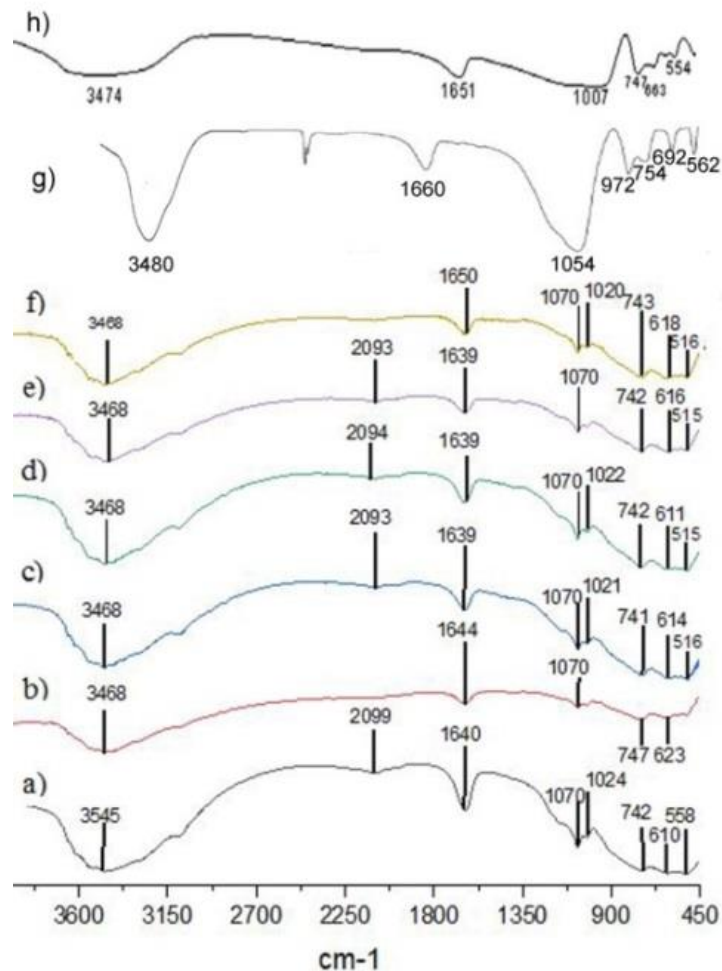
Menggabungkan larutan Natrium aluminat kedalam fraksi berair Natrium silikat secara bertahap pada suhu 50°C dan diaduk dengan kuat dengan magnetic stirrer selama 2 jam pada suhu 50°C. Setelah mendapatkan campuran gel homogen, campuran gel tersebut di microwave dengan daya 150 watt dengan variasi waktu selama 1, 2, 3, 4, 5 menit. Setelah itu diamkan selama satu malam hingga terbentuk kristal zeolit yang mengendap. Kemudian dilakukan sentrifugasi lalu disaring dan dilakukan pencucian dengan aquades sebanyak 3 kali, kemudian di keringkan dalam oven pada suhu 105°C sampai berat kristal konstan. Serbuk zeolit yang terbentuk kemudian di karakterisasi menggunakan FTIR, XRD dan BET. Berikut adalah reaksi yang terjadi pada sintesis zeolit.



3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Karakteristik Zeolit dengan FTIR

Analisa FTIR dilakukan untuk melihat gugus-gugus fungsi yang terbentuk sebelum dan setelah diaktivasi menggunakan gelombang ultrasonik yang dilakukan pada gelombang 4000-450 cm⁻¹. Berdasarkan hasil karakterisasi FTIR, diperoleh spektrum sebagai berikut.



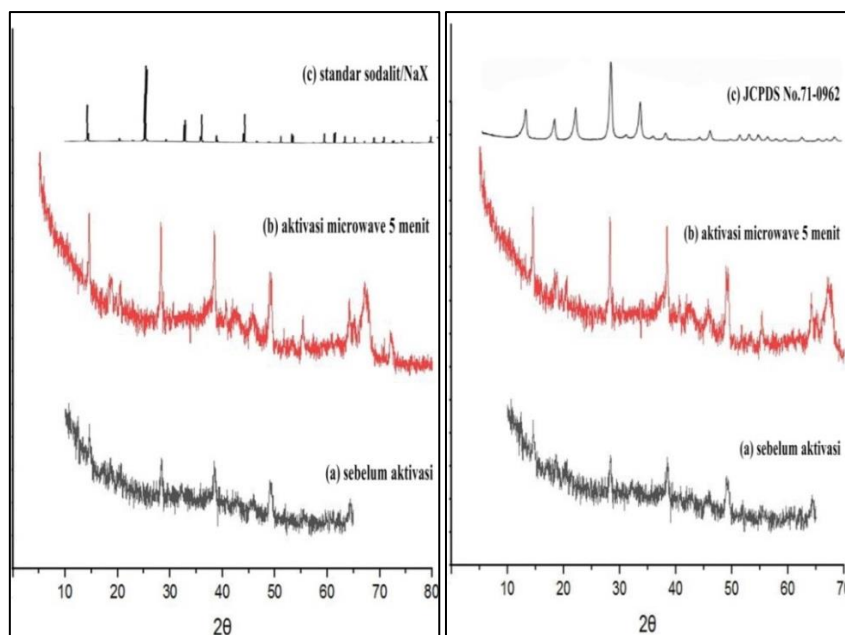
Gambar 1: Hasil Karakterisasi FTIR a) tanpa aktivasi, b) 1 menit, c) 2 menit, d) 3 menit, e) 4 menit, f) 5 menit, g) Zeolit NaX, h) Zeolit NaP

Puncak karakteristik spektrum FTIR zeolit NaX adalah pada bilangan gelombang 3480, 1637, 1054, 972, 754, 692, 671, 562 cm^{-1} (Kalaycı & Bardakçı, 2014). Puncak karakteristik zeolite NaX adalah pada 970 cm^{-1} yang merupakan puncak Si-O-Al (Panek et al., 2021). Dari hasil pengukuran terlihat puncak karakteristik zeolite NaX tidak muncul. Hal ini menyatakan bahwa NaX tak terbentuk melalui prosedur sintesis ini.

Karakteristik zeolite NaP muncul pada bilangan gelombang 3472, 1650, 1007, 747, 670, 572 dan 465 cm^{-1} . Serapan ini dipenuhi dari spektrum gambar 1. Sehingga mengindikasikan zeolit yang terbentuk dengan perlakuan diatas adalah NaP.

Puncak 1600-1650 serta 600-670 dikaitkan dengan hubungan eksternal cincin ganda, getaran molekul air dan peregangan OH masing-masing. Puncak 1007-1070 dan 500-572 masing-masing ditetapkan untuk tekukan T-O (T= Si, Al) dan getaran tetrahedral Si-O, Al-O. Puncak sekitar 740-747 cm^{-1} ditetapkan sebagai vibrasi regangan simetris tetrahedron internal (Pal et al., 2013). Spektrum IR total mengkonfirmasi pembentukan struktur zeolit NaP.

3.2 Karakteristik XRD



(a) (b)
Gambar 2: Hasil XRD (a) Zeolit NaX; (b) Zeolit NaP

Dari Gambar 2. menunjukkan efek gelombang mikro (microwave) dalam meningkatkan kristalinitas produk dengan makin tajamnya puncak difraktogram setelah aktivasi dengan microwave. Hasil XRD dari produk dengan aktivasi microwave lebih menunjukkan karakteristik puncak difraksi zeolite NaP dibandingkan dengan zeolite NaX. Terlihat pada Gambar 2. (b) bahwa puncak utama aktivasi 5 menit muncul pada $28,2^\circ$ serta sudut lainnya $18,6^\circ$, $28,2^\circ$, dan $38,4^\circ$ yang merupakan sebagian dari puncak karakteristik zeolite NaP menurut standar pengukuran JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standard No.71-0962).

Terlihat dari hasil XRD bahwa Zeolit NaP sudah mulai terbentuk pada sebelum aktivasi dengan prosedur sintesis ini. Puncak difraktogram terlihat makin tajam setelah aktivasi. Semakin lama waktu radiasi gelombang mikro selama 5 menit, maka semakin tinggi kristalinitas zeolite NaP. Radiasi gelombang mikro dapat mempercepat proses nukleasi sehingga semakin seragamnya pertumbuhan partikel zeolit NaP. (Umam & Hernawati, 2018) Puncak difraksi yang semakin tinggi dan tajam menandakan kristal yang tersusun semakin teratur (Rahmadani, 2019).

Metode yang sama dari sumber silika abu sekam padi dengan metode refluks sebelumnya telah berhasil menghasilkan zeolit NaX (Tran-Nguyen et al., 2021), dan metode yang sama dengan sumber *fumed silica* dengan metode hidrotermal-microwave menghasilkan zeolit NaX (Ansari et al., 2014). Dengan demikian pada penelitian ini metode yang sama dengan sumber silika gel dan melibatkan microwave belm menghasilkan zeolit NaX, namun mengindikasikan pembentukan zeolit lain yaitu zeolit NaP.

Saat mensintesis zeolite, seringkali hasil sintesis berakhir dengan menghasilkan zeolit campuran dan zeolit NaP merupakan salah satu yang sering dijumpai (Hansen et al., 1993). Hal ini dapat terjadi karena pemanasan zeolit A, X, dan Y dalam waktu lama dalam larutan NaOH dapat menghasilkan pembentukan zeolit P (NaP). Seperti yang telah dilakukan Rahayu et al., (2015) mensintesis zeolit Y dari kaolin dengan metode hidrotermal, namun menghasilkan zeolit NaP pada waktu sintesis 21 jam.

3.3 Penentuan Luas Permukaan Spesifik Produk

Berdasarkan hasil karakterisasi diperoleh data sebagai berikut. Contoh untuk Tabel 1.

Tabel 1: Hasil BET Adsorpsi-Desorpsi N_2

Sampel	S_{BET} (m^2/g)	Rata-ratan ukuran pori (\AA)	V_{total} pori (cc/gr)
Tanpa Aktivasi	110.569	61.0885	0.2125
Microwave 5 menit	125.797	61,027	0.2145

Terlihat pada Tabel 1. sampel yang diaktivasi dengan microwave selama 5 menit menghasilkan luas permukaan yang lebih besar daripada sampel tanpa aktivasi. Luas permukaan sampel zeolit mengalami peningkatan dari 110.569 m²/g menjadi 125.797 m²/g. Adanya peningkatan luas permukaan pada sampel zeolit dikarenakan adanya energi gelombang mikro yang dapat memanaskan campuran reaksi secara lebih seragam, sehingga menghasilkan partikel yang lebih kecil dengan distribusi ukuran yang sempit, serta memperluas luas permukaan (Serhan et al., 2019).

Kristalinitas yang rendah akan mengurangi luas permukaan spesifik karena fakta bahwa aluminosilikat amorf akan memblokir pori-pori luar kristal zeolite (Ansari et al., 2014). Ukuran rata-rata pori sampel zeolit menunjukkan bahwa zeolit NaP hasil dari protokol sintesis ini memiliki ukuran rata-rata pori sebesar 61,027 Å (6,1027 nm).

Tabel 2: Perbandingan luas permukaan zeolit NaX dan NaP yang telah disintesis penelitian sebelumnya.

Sumber Silika	Metode	S _{BET} (m ² /g)	Referensi
Silika gel (NaP)	Microwave	127.797	Penelitian ini
Abu sekam padi (Zeolit NaX)	Refluks	388	(Tran-Nguyen et al., 2021)
Sodium metasilicate (Zeolit NaX)	Hidrotermal	NaX-500 = 336 NaX-600 = 125	(Menad et al., 2018)
Natrium silikat (Zeolit NaX)	Microwave	204.013	(Umam & Hernawati, 2018)
Colloidal silica (Zeolit NaP)	Ultrasonic	102	(Pal et al., 2013)
Natural Zeolite (Zeolit NaP)	Hidrotermal	95.95	(Hong, 2021)

Surface area pada zeolite NaP dengan aktivasi ultrasonik dan hidrotermal pada Tabel 2 diatas lebih kecil dibandingkan dengan *surface area* zeolite yang disintesis pada penelitian ini., dimana aktivasi zeolite NaP dengan ultrasonik menghasilkan *surface area* = 102 m²/g dan aktivasi zeolite NaP dengan hidrotermal menghasilkan *surface area* = 95.95 m²/g sedangkan hasil sintesis dengan aktivasi microwave yang dilakukan oleh peneliti menghasilkan *surface area* sebesar 127.797 m²/g. Sehingga aktivasi zeolit menggunakan microwave lebih efektif dan efisien dalam meningkatkan luas permukaan dibandingkan dengan menggunakan aktivasi hidrotermal yang membutuhkan waktu berjam-jam untuk meningkatkan luas permukaan zeolit NaP.

4. SIMPULAN

Telah dilakukan sintesis zeolit dengan aktivasi gelombang mikro. Produk dari metode sintesis ini menunjukkan adanya zeolit yang berhasil disintesis dengan adanya gugus fungsi Si-O dan Al-O, serta mengindikasikan adanya fasa NaP pada sudut 2θ 18,6°, 28,2°, dan 38,4° sesuai dengan standar pengukuran JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standard No.71-0962) serta luas permukaan zeolit mengalami peningkatan dari 110.569 m²/g menjadi 125.797 m²/g.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada LP2M UNP untuk bantuan pendanaan penelitian ini dengan skema PNBP No kontrak 958/UN35.13/LT/2022.

6. DAFTAR PUSTAKA

- Ansari, M., Aroujalian, A., Raisi, A., Dabir, B., & Fathizadeh, M. (2014). Preparation and characterization of nano-NaX zeolite by microwave assisted hydrothermal method. *Advanced Powder Technology*, 25(2), 722–727. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2013.10.021>
- Boycheva, S., Marinov, I., Miteva, S., & Zgureva, D. (2020). Conversion of coal fly ash into nanozeolite Na-X by applying ultrasound assisted hydrothermal and fusion-hydrothermal alkaline activation. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 15(January), 100217. <https://doi.org/10.1016/j.scp.2020.100217>
- Bunmai, K., Osakoo, N., Deekamwong, K., Kosri, C., Khemthong, P., & Wittayakun, J. (2020). Fast synthesis of zeolite NaP by crystallizing the NaY gel under microwave irradiation. *Materials Letters*, 272, 127845. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127845>
- Ezzeddine, Z., Batonneau-Gener, I., Pouilloux, Y., Hamad, H., & Saad, Z. (2018). Synthetic nax zeolite as a very efficient heavy metals sorbent in batch and dynamic conditions. *Colloids and Interfaces*, 2(2). <https://doi.org/10.3390/colloids2020022>
- Ge, Q., Moeen, M., Tian, Q., Xu, J., & Feng, K. (2020). Highly effective removal of Pb²⁺ in aqueous solution by Na-X zeolite derived from coal gangue. *Environmental Science and Pollution Research*, 27(7), 7398–7408.

- <https://doi.org/10.1007/s11356-019-07412-z>
- Hansen, S., Ulf, H., Landa-canovas, A. R., & Lars, F. (1993). *On the crystal chemistry of NaP zeolites*. 13, 276–280.
- He, Y., Tang, S., Yin, S., & Li, S. (2021). Research progress on green synthesis of various high-purity zeolites from natural material-kaolin. *Journal of Cleaner Production*, 306, 127248. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127248>
- Indira, V., & Abhitha, K. (2022). A review on recent developments in Zeolite A synthesis for improved carbon dioxide capture: Implications for the water-energy nexus. *Energy Nexus*, 7(March), 100095. <https://doi.org/10.1016/j.nexus.2022.100095>
- Joya, M. R., Barón-Jaimez, J., & Barba-Ortega, J. (2014). Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam. *J. Phys.: Conf. Ser*, 466, 132–133. <http://iopscience.iop.org/1742-6596/466/1/012004>
- Kalaycı, T., & Bardakçı, B. (2014). A spectroscopic investigation for the adsorption of 4-nitrophenol onto synthetic zeolites. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 50(6), 709–714. <https://doi.org/10.1134/S2070205114060057>
- Pal, P., Das, J. K., Das, N., & Bandyopadhyay, S. (2013). *Ultrasonics Sonochemistry Synthesis of NaP zeolite at room temperature and short crystallization time by sonochemical method*. 20, 314–321.
- Panek, R., Medykowska, M., Wi, M., & Szewczuk-karpisz, K. (2021). *Simultaneous Removal of Pb 2 + and Zn 2 + Heavy Metals Using. C*.
- Rahmadani, E. (2019). *SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN VARIASI RASIO MOL Na2O/SiO2 MENGGUNAKAN METODE HIDROTHERMAL*.
- Rahmawati, A. W., & Sulistyarningsih, T. (2018). Zeolit Alam Termodifikasi Surfaktan Heksadesiltrimetilammonium (HDTMA) dan Pemanfaatannya sebagai Adsorben Zat Warna Congo Red. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(2), 110–116.
- Serhan, M., Sprowls, M., Jackemeyer, D., Long, M., Perez, I. D., Maret, W., Tao, N., & Forzani, E. (2019). Total iron measurement in human serum with a smartphone. *AIChE Annual Meeting, Conference Proceedings, 2019-Novem*. <https://doi.org/10.1039/x0xx00000x>
- Sri, E., Walmiki, T., G, M. L., & Kunci, K. (2015). *Sintesis Zeolit Y dari Kaolin Terbenefisiasi*.
- Szerement, J., Szatanik-Kloc, A., Jarosz, R., Bajda, T., & Mierzwa-Hersztek, M. (2021). Contemporary applications of natural and synthetic zeolites from fly ash in agriculture and environmental protection. *Journal of Cleaner Production*, 311(May), 127461. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2021.127461>
- Tran-Nguyen, P. L., Ly, K. P., Thanh, L. H. V., Angkawijaya, A. E., Santoso, S. P., Tran, N. P. D., Tsai, M. L., & Ju, Y. H. (2021). Facile synthesis of zeolite NaX using rice husk ash without pretreatment. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 000, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2021.05.009>
- Umam, H. I., & Hernawati, T. (2018). PENGARUH PEMANASAN MICROWAVE TERHADAP MORFOLOGI DAN LUAS PERMUKAAN MATERIAL ZEOLITE NaX. *Journal Industrial Manufacturing*, 3(1), 11–14. <https://doi.org/10.31000/jim.v3i1.614>
- Zalmi, H., & Khair, M. (2021). Sintesis dan Karakterisasi Karbon Aktif dari Ampas Tebu Diaktivasi menggunakan Gelombang Mikro. *Periodic*, 10(2), 38–41. <http://ejournal.unp.ac.id/index.php/kimia/article/view/112388>