

Search operation #1

Source text

Sintesis Nanozeolit Alam Menggunakan Metode Ball Milling (Makmur Sirait)
PENDAHULUAN Propinsi Sumatera Utara merupakan daerah yang kaya dengan sumber daya alam, seperti perkebunan karet dan kelapa sawit. Selain perkebunan juga ada bahan tambang seperti zeolit, emas dan belerang. Daerah Pahae (Kab. Tapanuli Utara) merupakan sumber zeolit yang belum banyak diolah oleh pemerintah dan industri. Zeolit merupakan salah satu sumber daya alam Indonesia yang mempunyai potensi untuk dikembangkan menjadi bahan unggulan yang bernilai komoditas tinggi, baik dalam bidang industri (farmasi, kosmetik, katalis dan cat), agribisnis dan lingkungan selain dari penggunaannya di bidang pertanian, peternakan, perikanan, proses penjernihan air, penyerap logam-logam berat dan deterjen [1]. Zeolit mempunyai beberapa sifat antara lain mudah melepas air akibat pemanasan, tetapi juga mudah SINTESIS NANOZEOLIT ALAM MENGGUNAKAN METODE BALL MILLING Makmur Sirait, Nurdin Bukit dan Usler Simarmata Jurusan Fisika, FMIPA-Universitas Negeri Medan Jl. Willem Iskandar Pasar V Medan, 20221 e-mail: makmursirait@yahoo.com
Diterima: 7 Juli 2014 Diperbaiki: 25 Agustus 2014 Disetujui: 19 September 2014 ABSTRAK
SINTESIS NANOZEOLIT ALAM MENGGUNAKAN METODE BALL MILLING. Telah disintesis nanozeolit alam Pahae dengan metode ball milling. Penelitian ini dilakukan untuk meningkatkan nilai jual sumber daya alam Sumatera Utara khususnya zeolit. Zeolit digerus sampai halus, lalu diayak dengan ukuran 200 mesh. Zeolit kemudian diaktivasi secara kimiawi dengan menggunakan HCl untuk membersihkan zeolit dari pengotor, dan secara fisika dengan kalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam untuk mengurangi kadar air. Selanjutnya, serbuk zeolit yang sudah diaktivasi tersebut dimasukkan ke dalam ball mill yang diaduk selama 10 jam untuk mendapatkan serbuk nanozeolit. Hasil X-Ray Diffraction (XRD) menunjukkan dua fasa dominan yaitu kalsium aluminium silicate hydrate ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_7 \cdot 4.7 \text{H}_2\text{O}$) dan aluminium oxide (Al_2O_3). Dengan persamaan Scherrer diperoleh ukuran kristal rata-rata zeolit adalah 74 nm. Hasil X-Ray Fluorescence (XRF) menunjukkan kandungan zeolit alam Pahae terdiri dari senyawa Na_2O (1,03%), MgO (0,82%), Al_2O_3 (17,29%), SiO_2 (71,06%), K_2O (4,63%), CaO (1,92%), TiO_2 (0,51%) dan Fe_2O_3 (2,75%).
Kata kunci: Zeolit alam, Partikel nano, Ball milling, Aktivasi, XRF
ABSTRACT SYNTHESIS OF NATURAL NANOZEOLITE USING BALL-MILLING METHOD. Natural nanozeolite of Pahae has been synthesized using ball milling method. Zeolite was crushed into powder, and then sieved to 200 mesh size. Then, the powder was chemically activated by using HCl to clean the zeolite from contamination, and physically by calcination at temperature 600 °C for 2 hours to reduce the water content. Afterward, the activated powder was milled using ball milling for 10 hours to produce nano-sized of zeolite powder. Result of XRD analyses showed two dominant phases i.e. hydrate silicate aluminium ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_7 \cdot 4.7 \text{H}_2\text{O}$) and aluminium oxide (Al_2O_3). Using Scherrer's equation it was obtained that the average size of the zeolite crystals was 74 nm. The results of XRF showed that the zeolite of Pahae consist of Na_2O (1.03%), MgO (0.82%), Al_2O_3 (17.29%), SiO_2 (71.06%), K_2O (4.63%), CaO (1.92%), TiO_2 (0.51%) and Fe_2O_3 (2.75%).
Keywords: Nanozeolite, Nano Particles, Ball Milling, Activation, XRF
Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 16, No. 1, Oktober 2014, hal. 7-11
mengikat kembali molekul air dalam udara lembap [2]. Zeolit memiliki dan menyerap zat organik, dapat berlaku sebagai penukar kation, dan sebagai katalis untuk berbagai reaksi. Zeolit merupakan struktur kerangka aluminosilikat yang memiliki ruang hampa yang ditempati oleh ion pengering. Zeolit juga mudah melepas

kation dan digantikan dengan mengikat ion Ca^{2+} atau ion Mg^{2+} . Zeolit dikenal sebagai "saringan molekul" dapat mengatur masuknya molekul yang lebih besar dari pori-pori dan masuk bagian yang lebih kecil. Zeolit sebagai membran untuk mencapai pemisahan molekul-selektif berdasarkan ukuran dan bentuk secara terus-menerus. Sifat penyerapan molekul polar bersifat selektif karena adanya medan elektrostatik lokal dalam pori-pori. Membran zeolit menarik untuk pemisahan berbagai campuran yang mengandung molekul yang tidak terserap, atau senyawa organik yang berbeda, atau campuran dari gas atau air/organik [3]. Zeolit juga dapat menyerap pencemar logam berat pada limbah cair atau pungas, antara lain Pb(II) , Co(II) , Cr(IV) dan Cu(II) . Kegunaan zeolit sangat luas dalam bidang agrikultur, hortikultur, rumah tangga, industri, pengolahan air, dan pengolahan air limbah [4]. Untuk berbagai aplikasi tersebut diperlukan zeolit dengan kualitas yang baik. Cara yang digunakan untuk menambah kualitas zeolit yaitu aktivasi secara fisis berupa pemanasan zeolit dengan tujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaan pori-pori bertambah. Aktivasi dengan pemanasan ini sering juga dikenal dengan kalsinasi. Aktivasi secara kimiawi dilakukan dengan asam atau basa, dengan tujuan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor, dan mengatur kembali letak atom yang dapat dipertukarkan. Secara umum penelitian yang dilakukan memakai penggabungan dari kedua metode tersebut untuk mencapai hasil yang diinginkan. Disamping metode pembuatannya, hasil akhir dari modifikasi zeolit alam sangat dipengaruhi dari jenis bahan bakunya. Pada penelitian Suriawan [5] zeolit alam Sukabumi diaktivasi dengan pengasaman H_2SO_4 selama 30 menit dengan variasi konsentrasi 2%, 4%, 6% dan 8%. Pada konsentrasi 6% diperoleh tingkat porositas zeolit tertinggi yang ditandai dengan timbulnya warna terang. Pada penelitian Buchori [6], pengaktifan dilakukan pada zeolit alam terlebih dahulu dengan menggunakan metode pengasaman dan kalsinasi. Kalsinasi dilakukan pada suhu 300°C , 450°C dan 600°C . Dari hasil penelitian didapatkan dengan perlakuan waktu kalsinasi 4-5 jam dengan ukuran 1,14 mesh dan penyerapan paling tinggi terjadi pada suhu kalsinasi 450°C . Ini membuktikan kandungan air pada pori-pori zeolit berkurang sehingga akan meninggalkan pori-pori zeolit yang cukup bersih dan ukuran zeolit yang semakin kecil, sehingga daya serap zeolit aktif semakin meningkat. Agus et al [7] mengayak zeolit dengan ukuran 225 mesh dengan tujuan untuk mendapatkan zeolit berukuran homogen. Setelah itu bubuk zeolit dimasukkan ke dalam ball mill PM200 untuk pembuatan nanozeolit. Dengan kecepatan rotasi 1000 rpm selama 6 jam diperoleh ukuran partikel 75 nm hingga 100 nm. Penelitian Shofarul [8] menunjukkan, zeolit jenis mordenitasal Nanggung Jawa Barat yang telah dikeringkan pada suhu 105°C dan digerus hingga berukuran kurang dari 325 mesh dengan alat jaw crusher dan ring mill. Zeolit yang telah dihaluskan kemudian dimasukkan ke dalam planetary ball mill dengan waktu penggilingan 30 jam secara basah (wet milling) menggunakan metanol, sehingga diperoleh ukuran partikel 42,9 nm. Tujuan penelitian ini adalah untuk menghasilkan zeolit yang berdimensi nanometer. Nanozeolit ini lebih efektif digunakan untuk pertanian, karena ukurannya yang kecil sehingga lebih reaktif dengan campuran kompos yang dapat menyuburkan tanah. Zeolit yang berdimensi nanometer ini dapat juga digunakan sebagai penguat (reinforcing) untuk campuran komposit untuk menghasilkan nanokomposit yang mempunyai sifat mekanik maupun sifat termal yang lebih baik. METODE PERCOBAAN Bahan dan Alat Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bongkahan zeolit alam Pahaedan HCl (pro analisis). Alat yang digunakan adalah ayakan 200 mesh, magnetic stirrer dan hot plate Gallen hamp buatan Inggris, Furnace Nabertherm ($30-3000^\circ\text{C}$) buatan Jerman. Ball Milling PM200 Retsch buatan Jerman, XRD-6100 Shimadzu buatan Jepang dan SEM EVO MA10 Zeiss untuk melihat morfologi permukaan dan kandungan zat dalam zeolit dengan XRF. Cara Kerja Pembentukan nanozeolit alam dilakukan dengan metode top-down. Zeolit alam diperoleh dari daerah Kecamatan Paha, Kabupaten Tapanuli Utara, Propinsi

Sumatera Utara. Zeolit alam yang diambil dalam bentuk bongkahan dalam ukuran besar, kemudian dipecahkan dengan martil lalu digerus dengan menggunakan mortar penggerus sampai bentuk halus dan diayak dengan ukuran 74 mikrometer (200 mesh). Untuk pemurnian dari bahan-bahan pengotor yang ada dalam zeolit, maka dilakukan proses aktivasi. Untuk menghilangkan kadar pengotor Fe digunakan magnet, untuk menghilangkan pengotor Al dilakukan proses kimia dengan menggunakan larutan HCl dengan kadar 2M. Larutan HCl tersebut dicampurkan ke dalam zeolit dalam satu wadah dengan perbandingan zeolit : HCl adalah 1:10, kemudian diaduk sampai homogen dengan menggunakan magnetic stirrer selama 2 jam. Untuk memisahkan larutan HCl dengan zeolit digunakan kertas saring kemudian 9 Sintesis Nanozeolit Alam Menggunakan Metode Ball Milling (Makmur Sirait) dilakukan pencucian ulang dengan menggunakan aquabidest dan kembali memisahkan antar zeolit dengan aquabidest sampai diperoleh pH netral. Zeolit alam hasil saringan yang sudah dimurnikan, dikeringkan dibawah sinar matahari kemudian dikalsinasi pada suhu 600 oC selama 2 jam. Zeolit hasil pemurnian dan kalsinasi dimasukkan pada planetary ball mill selama 10 jam, sehingga diperoleh zeolit alam dalam ukuran nanometer. Hasil zeolit alam yang telah dimurnikan, kemudian dikarakterisasi dengan X-Ray Diffractometer (XRD) untuk menentukan struktur kristal dan ukuran zeolit alam. X-Ray Fluorescence (XRF) dilakukan untuk menentukan kandungan kimia dalam zeolit tersebut dan Scanning Electron Microscope (SEM) untuk melihat morfologi dari zeolit. HASIL DAN PEMBAHASAN Pembentukan nanozeolit dilakukan secara top-down. Top-down merupakan metode pembuatan nanopartikel dengan cara memecah partikel berukuran besar menjadi partikel berukuran kecil. Salah satu alat yang dapat digunakan adalah ball-milling. Zeolit yang berukuran besar dipecah dengan martil dan digerus dan diayak dengan ukuran 200 mesh (70 um). Kemudian di ball-mill selama 10 jam dan dikarakterisasi dengan X-Ray Diffractometer (XRD), X-Ray Fluorescence (XRF) dan Scanning Electron Microscope (SEM). Hasil zeolit setelah di ball-mill selama 10 jam ditunjukkan pada seperti Gambar 1. Gambar 1 menunjukkan bahwa zeolit dengan kalsinasi warnanya berbeda dengan zeolit tanpa kalsinasi. Hal ini diakibatkan kandungan air pada zeolit dengan kalsinasi sangat sedikit dibanding dengan tanpa kalsinasi. Zeolit dengan kalsinasi warnanya kemerah-merahan, sedangkan tanpa kalsinasi warnanya putih. Kalsinasi mempengaruhi kualitas zeolit yang dihasilkan [9-10]. Hasil XRD zeolit alam dengan kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 2 yang menunjukkan pola difraksi sinar-X dari bahan zeolit alam dengan proses kalsinasi pada suhu 600 oC. Berdasarkan hasil analisis XRD dan mengacu pada data base Joint Committee for Powder Diffraction File (JCPDF) [11] zeolit alam dengan pemurnian dan kalsinasi diperoleh dua fasa mayoritas yaitu calcium aluminium silicate hydrate ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) dan aluminium oxide (Al_2O_3). Puncak maksimum aluminium silicate hydrate terdapat

-
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-
-



o dengan jarak antar atom $3,773 \text{ \AA}$. Gambar 3 menampilkan pola difraksi sinar-X dari bahan zeolit alam tanpa kalsinasi. Berdasarkan hasil analisis XRD zeolit alam diperoleh tiga fasa dominan yaitu calcium aluminium silicate hydrate ($\text{CaAl}_2\text{Si}_4\text{O}_{24} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$), aluminium oxide (Al_2O_3) dan calcium iron oxide (CaFeO_2). Pola difraksi yang dihasilkan ini sudah sesuai dengan pola difraksi yang dihasilkan oleh Ejechieh [12]. Puncak-puncak pada hasil XRD ini lebih banyak tapi tidak signifikan. Ini berarti zeolit tanpa kalsinasi ini lebih banyak pengotornya. Dari gambar terlihat pola difraksi berbentuk seperti struktur amorf, hal ini karena pada serbuk yang sudah menjadi halus, kristalinitas menurun, dimana tingkat keteraturannya menjadi lebih kecil dan terjadi tumbukan difraksi yang lebih banyak pada kristal tersebut sehingga pada difraktometer terlihat menebal. Dengan menggunakan persamaan Scherrer [13] diperoleh ukuran partikel sebesar 74 nm . Gambar 4 dan Gambar 5 menunjukkan hasil SEM dari zeolit dengan kalsinasi dan tanpa kalsinasi, dimana morfologi zeolit dengan kalsinasi lebih baik dan lebih sedikit penggumpalannya dibandingkan dengan zeolit tanpa kalsinasi. Suhu mempengaruhi ukuran dan morfologi dari Intensitas (a.u) Gambar 2. Hasil XRD Zeolit Alam dengan Kalsinasi. (b) Gambar 1. (a). Zeolit dengan kalsinasi, (b). zeolit tanpa kalsinasi. (a) Gambar 3. Hasil XRD Zeolit Alam tanpa Kalsinasi. Intensitas (a.u) 10

Jurnal Sains Materi Indonesia Vol. 16, No. 1, Oktober 2014, hal. 7-11 zeolit yang terbentuk [14-15]. Ukurannya belum merata dan masih ada aglomerasi. Zeolit alam dengan kalsinasi lebih homogen dan merata, hal ini terjadi karena kandungan air di dalamnya lebih sedikit. Hasil analisis XRF pada zeolit alam dengan kalsinasi dan tanpa kalsinasi dapat dilihat pada Tabel 1. Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa senyawa yang dominan terdapat pada zeolit alam yang dikalsinasi adalah SiO_2 , Al_2O_3 , K_2O , sedangkan senyawa yang lainnya merupakan pengotor. Untuk zeolit tanpa kalsinasi senyawa yang dominan SiO_2 , Al_2O_3 , sedangkan senyawa yang lainnya merupakan pengotor. Pada proses kalsinasi ada senyawa yang hilang yakni P_2O_5 hal ini diakibatkan karena proses pemurnian dengan HCl dan proses pemanasan pada suhu 600°C . Zeolit alam hasil kalsinasi menunjukkan perbandingan $\text{Si}/\text{Al} = 4,11$, sedangkan zeolit alam tanpa kalsinasi menunjukkan perbandingan $\text{Si}/\text{Al} = 5,65$, yang menunjukkan kerapatan atom Al pada struktur rangka kristal cukup tinggi. Jenis zeolit alam yang terbentuk adalah jenis mordenit dimana nilai nisbah Si/Al yang tinggi akan menyebabkan mordenit mempunyai kestabilan termal yang tinggi [16]. Zeolit alam jenis mordenit mempunyai perbandingan $\text{Si}/\text{Al} = 4,17$ hingga 10 [17]. Dari hasil data penelitian pada Tabel 1, untuk zeolit tanpa kalsinasi kadar Si menunjukkan lebih tinggi yakni sebesar $80,30\%$ dibandingkan dengan kalsinasi sebesar $71,06\%$. Hal ini dapat terjadi karena pengaruh proses kalsinasi, sehingga terjadi pengurangan oksigen. Zeolit berkeadaran tinggi bersifat hidrofobik dan mempunyai afinitas terhadap hidrokarbon. KESIMPULAN Berdasarkan hasil penelitian dengan menggunakan persamaan Scherer diperoleh ukuran rata-rata zeolit yang terbentuk adalah 74 nm . Hasil XRF diperoleh kandungan zeolit alam pada mayoritas adalah senyawa SiO_2 dan Al_2O_3 . Jenis zeolit alam yang terbentuk adalah jenis mordenit

UCAPAN TERIMA KASIH
 Ucapan terima kasih disampaikan kepada pihak Direktorat Penelitian dan Pengabdian Kepada Masyarakat, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi yang telah membiayai penelitian Hibah Bersaing ini. Selain itu, ucapan terima kasih juga disampaikan kepada Rektor dan Ketua Lembaga Penelitian Universitas Negeri Medan serta pihak-pihak terkait lainnya yang telah mendukung hingga terselesaikan penelitian ini.

[12:46:38 PM] Found 100% matches at:

<http://jurnal.batan.go.id/index.php/jsmi/article/download/4326/3787>

[12:46:40 PM] Check type: *Deep*

[12:46:40 PM] **The originality of the text is 98%[©]**



THE
Character Building
UNIVERSITY