



SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZSM-5

Maya Sari Ananda Pohan¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sutomo, Indonesia

E-mail : maya.pohan@gmail.com¹

Masuk : 6 September 2021

Direvisi : 20 September 2021

Disetujui : 29 September 2021

Abstract: Zeolite material is material that have many function in various industries. The use of zeolite material because of their unique properties. ZSM-5 is one of zeolite material that frequently used. ZSM-5 have synthesized by hydrothermal method and analytical grade material. This method that used in this article is reference to some researches about ZSM-5. Based on various analyzes, synthesized ZSM-5 have specific characteristic of ZSM-5. Characterization was carried out to determine whether the formed was ZSM-5 or not through XRD analysis, analysis of surface area and pore distribution and SEM-EDS. Result of XRD analysis show that ZSM-5 synthesized have specific peaks at 2 theta, large surface area (334,02 m²/g), pore distribution (1,54 nm). micrograph of SEM show that hexagonal morphology with smooth surface and molar rasio Si/Al = 35,18 from result of EDS analysis. The results of the analysis were compared with ZSM-5 commercial or standard in order to better confirm that the zeolite formed was ZSM-5.

Keywords: Zeolite, ZSM-5, Synthesis, Analysis, Characterization

Abstrak: Material zeolit merupakan material yang sangat banyak digunakan dalam berbagai industri. Penggunaan material zeolit tersebut dikarenakan keunikan dari sifat zeolit tersebut. ZSM-5 merupakan salah satu material zeolit yang sering digunakan. ZSM-5 disintesis dengan metode hidrotermal dan menggunakan bahan-bahan *analytical grade*. Metode yang digunakan dalam pembuatan ZSM-5 mengacu pada beberapa jurnal penelitian dan dirangkum pada artikel ini. Berdasarkan hasil berbagai analisis diperoleh ZSM-5 hasil sintesis yang memiliki karakter khas dari ZSM-5. Karakterisasi yang dilakukan untuk memastikan apakah yang terbentuk adalah ZSM-5 atau tidak melalui analisis XRD, analisis luas permukaan dan distribusi pori dan SEM-EDS. Hasil XRD menunjukkan puncak-puncak khas pada 2 theta, luas permukaan yang besar (334,02 m²/g), distribusi pori (1,54 nm), hasil mikrograf SEM menunjukkan morfologi berbentuk heksagonal dengan permukaan yang halus dan rasio molar Si/Al sebesar 35,18 yang diperoleh dari analisis EDS. Hasil dari analisis tersebut dibandingkan dengan ZSM-5 komersial atau yang sudah standar agar lebih dapat memastikan bahwa zeolit yang terbentuk adalah ZSM-5.

Kata kunci: Sproket, Muffle Furnace, Quenching, Kekerasan, Struktur Mikro

PENDAHULUAN

Saat ini, material zeolit merupakan material yang sangat banyak digunakan dalam berbagai industri. Penggunaan material zeolit tersebut dikarenakan keunikan dari sifat zeolit tersebut. Zeolit merupakan material unik dengan berbagai bentuk pori, ukuran dan topologi yang mengontrol reaktivitas dan sifat selektif bentuk material ini [1]. Dari keunikan tersebut, zeolit sering digunakan sebagai katalis, adsorben dan dalam proses pemisahan gas dan cairan.

Zeolit terbagi menjadi dua kategori besar, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Kedua jenis zeolit tersebut dapat digunakan sebagai katalis, adsorben maupun pemisahan cairan dan gas. Umumnya zeolit alam dimodifikasi sesuai kebutuhan sedangkan zeolit sintetis dapat disintesis sesuai kebutuhan, misalnya dengan variasi rasio Si/Al.

Salah satu zeolit sintesis yang banyak digunakan dalam industri adalah ZSM-5.

Dengan fungsinya yang sangat berat, *gear* rawan terkena air, pasir, debu dan lain sebagainya, yang berakibat kualitas *gear* menurun. Dengan kejadian tersebut mengakibatkan *gear* menjadi penyebab laju sepeda motor tersendat, rantai renggang, rantai sulit disetel dan suara menjadi berisik.

ZSM-5 merupakan zeolit yang memiliki kerangka dengan dua saluran berpotongan yang terdiri dari saluran zigzag (sinusoidal) dan saluran lurus dengan 10-anggota cincin terbuka dengan diameter sekitar 5,5 Å (Angstrom). Karena keunikan strukturnya tersebut, ZSM-5 memiliki aktivitas katalitik yang baik dan selektivitas bentuk, hal ini dapat diaplikasikan pada beberapa industri petrokimia, produksi bahan kimia, pemisahan dan adsorben [2].

ZSM-5 umumnya disintesis dengan metode hidrotermal dari campuran silika dan alumina. Silika dan alumina yang digunakan umumnya komersial dan *analytical grade*, seperti sol silika, silika gel, smoky silika dan silika dengan turunan senyawa organik (contoh: silika dengan TEOS -- Tetraetilortosilikat). Seperti pada penelitian yang dilakukan oleh Widayat, dkk, Fyfe et.al dan Zahara dkk [3][4][5]. Pada kajian ini akan dibahas mengenai sintesis dan karakterisasi ZSM-5 secara umum sehingga dapat dijadikan referensi oleh peneliti lain dalam pembuatan/sintesis ZSM-5.

METODE

Bahan-bahan yang digunakan adalah Natrium aluminat, TPAOH 1M, TEOS 98% (tetraetil ortosilikat), dan air destilasi atau boleh juga menggunakan *deionized water*. Prosedur kerjanya adalah Natrium aluminat, H₂O, TPAOH 1M, TEOS 98%, dicampur pada suhu 373 K sambil diaduk selama 3 jam. Rasio molar bahan-bahan yang digunakan adalah 1Al₂O₃ : 64.35SiO₂ : 10.08(TPA)₂O : 3571.66 H₂O. Campuran tadi dipindahkan ke wadah stainless-Teflon di dalam autoklaf untuk kristalisasi lebih lanjut pada suhu 443 K selama 144 jam. Kemudian, hasil yang diperoleh disaring, dicuci dan dikeringkan. ZSM-5 dikalsinasi pada suhu 823 K dan dikarakterisasi menggunakan XRD, Surface Area Analyzer, dan SEM-EDS.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1 menunjukkan hasil analisis luas permukaan dan diameter pori rata-rata dari ZSM-5 yang disintesis sesuai prosedur kerja (ZSM-5_m) dan dengan tambahan bahan lain yaitu PDD-AM 35%. Dari tabel berikut dapat dilihat bahwa luas permukaan ZSM-5_m lebih besar daripada zeolit dengan tambahan PDD-AM dan diameter porinya lebih kecil daripada ZSM yang menggunakan bahan tambahan. Gambar 1 merupakan difraktogram ZSM-5 hasil sintesis dan ZSM-5 standard. Analisis menggunakan XRD akan menunjukkan apakah material yang disintesis memiliki puncak-puncak khas dari ZSM-5. Pada hasil tersebut dapat dilihat bahwa ZSM-5 standard (b) memiliki puncak-puncak khas pada 2 theta yang menunjukkan adanya silika dan aluminium yaitu 13°, 23° and 45° [6][7].

Sedangkan ZSM-5 hasil sintesis (a dan c) dari dua peneliti berbeda (Fyfe, dkk dan Zahara, dkk) memiliki puncak selain dari puncak ZSM-5 standar yaitu ada pada 2 theta = 6°-9°. Hasil sintesis ZSM-5 didukung oleh hasil penelitian lain yang juga menunjukkan adanya puncak yang sama yaitu diantara 6°-9° [8][9].

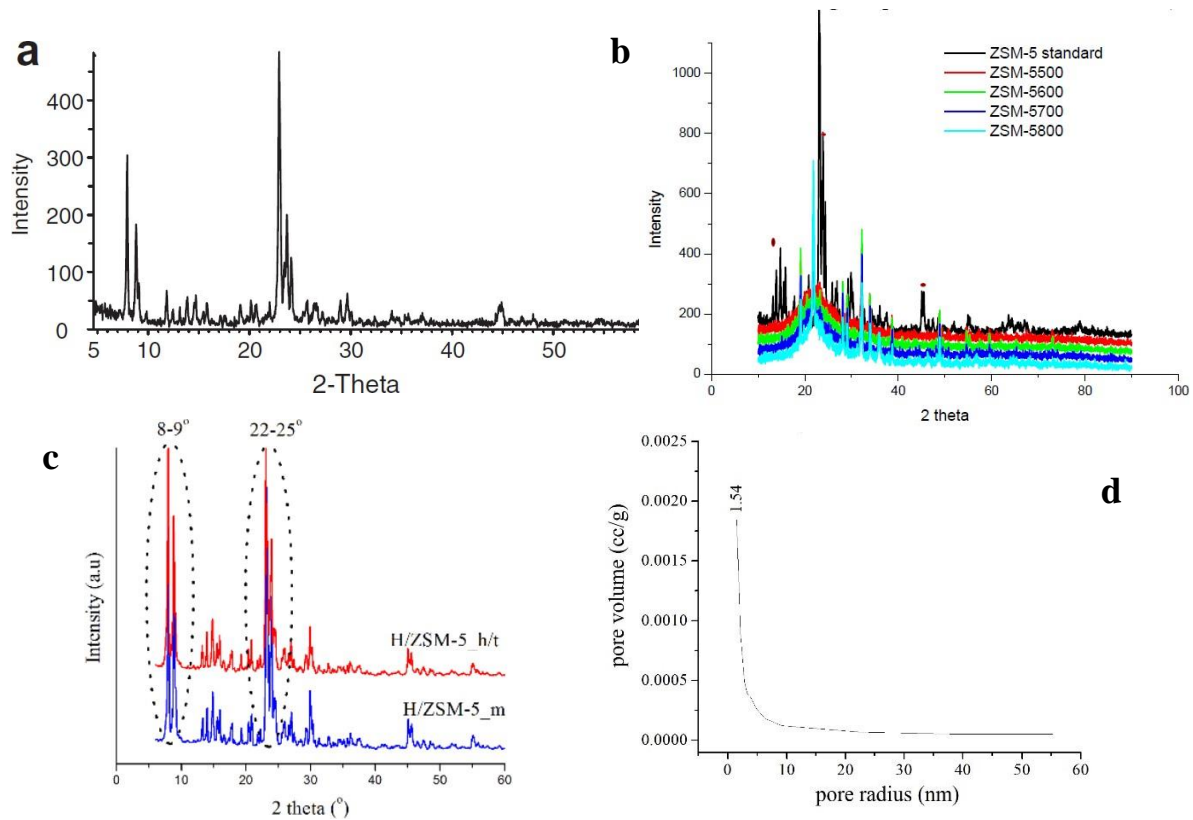
Hasil uji distribusi pori dilakukan untuk melihat porositas material yang disintesis. Pada Gambar 1d hasil distribusi pori tidak terlihat ada mesoporositas dan ini menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis masih berupa material mikropori (1,54 nm). Jika yang diinginkan adalah material yang memiliki pori lebih besar maka dapat ditambahkan bahan atau senyawa yang dapat memperbesar pori seperti *template* organik, sehingga pada hasil akan terlihat bahwa grafiknya tidak datar melainkan muncul puncak-puncak baru.

Tabel 1. Hasil analisis luas permukaan dan diameter pori rata-rata ZSM-5

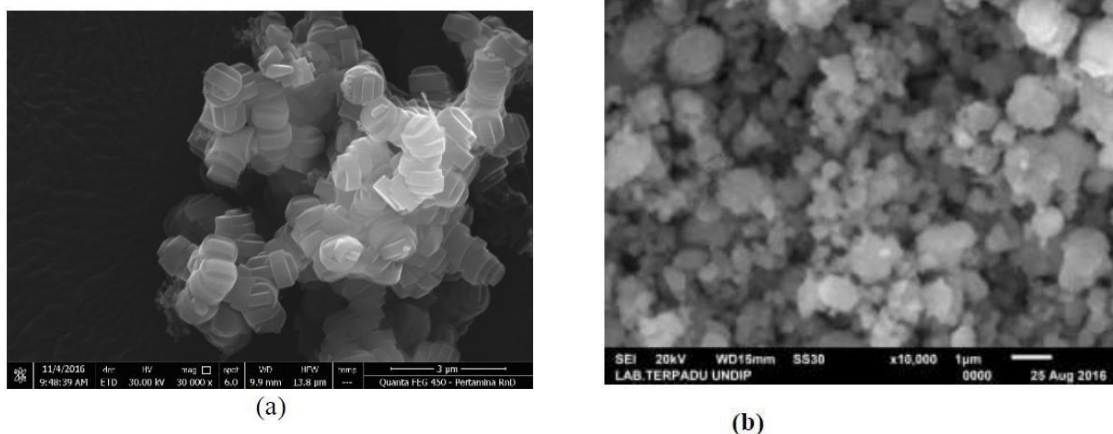
Sample	S _{BET} (m ² /g)	S _{mikro} (m ² /g)	S _{meso} (m ² /g)	Total pore volume (cc/g)	V _{mikro} (cc/g)	V _{meso} (cc/g)	Average Pore Diameter (nm)
ZSM-5 _m	334.02	334.02	-	0.2	0.2	-	1.729
ZSM-5 _{h/t}	293.885	118.382	175.503	0.2115	0.062	0.1495	2.878

Hasil SEM pada Gambar 2. menunjukkan bentuk morfologi dari ZSM-5 hasil sintesis dan komersial. Pada gambar 2a dan 2b dapat dilihat bahwa kedua ZSM-5 baik sintesis maupun komersial/standar memiliki bentuk heksagonal dan teratur. Bentuk heksagonal tersebut merupakan bentuk khas dari ZSM-5 dan hasil ini menunjukkan

bahwa material atau zeolit yang disintesis merupakan ZSM-5 [3][5]. Hasil yang diperoleh tersebut didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Rodponthukwaji, et al., 2017, yang menunjukkan bahwa ZSM-5 komersial memiliki morfologi permukaan yang halus dengan ukuran partikel $3,6 \pm 0,5 \mu\text{m}$ [10]. Pada gambar 2a terlihat lebih jelas daripada gambar 2b, hal ini dikarenakan pengoperasian/pengaturan alat yang berbeda pada saat pengujian. Pada 2a, dilakukan pengaturan pada 20 kV, perbesaran 30.000 kali dan $1\mu\text{m}$ sedangkan 2b dilakukan pada 30 kV, perbesaran 10.000 kali dan $3 \mu\text{m}$. Selain itu, pengujian dengan EDS akan menunjukkan kandungan Si, Al, O dan Na yang terkandung pada ZSM-5 yang telah dibuat.



Gambar 1. Pola difraksi dan distribusi pori ZSM-5



Gambar 2. Mikrograf SEM ZSM-5 hasil sintesis (a) dan ZSM-5 standar (b)

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari Zahara,dkk menunjukkan bahwa ZSM-5 memiliki komposisi sebagai berikut: 32,65% Si; 0,895% Al; 60,845% O dan 0,44% Na dengan rasio molar Si/Al sebesar 35,18 [3][5].

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis dan pembahasan pada penelitian yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa ZSM-5 berhasil dibuat dengan mengikuti cara ataupun prosedur kerja di atas. ZSM-5 hasil sintesis memiliki puncak-puncak, luas permukaan, diameter pori dan distribusi pori yang sudah sesuai dengan karakter khas dari material ZSM-5 yang menunjukkan bahwa material tersebut termasuk mikropori. Selain itu, ZSM-5 hasil sintesis memiliki morfologi berupa heksagonal yang merupakan bentuk khas dari ZSM-5 dan rasio molar Si/Al juga menunjukkan bahwa ZSM-5 hasil sintesis memiliki tingkat keasaman yang cukup (Si/Al=35,18). Dengan demikian, kajian sintesis dan karakterisasi ZSM-5 secara umum ini dapat dijadikan referensi pembuatan ZSM-5 ataupun modifikasinya untuk berbagai keperluan.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] W. Song, R. E. Justice, C. A. Jones, V. H. Grassian, and S. C. Larsen, "Synthesis, Characterization, and Adsorption Properties of Nanocrystalline ZSM-5," *Langmuir*, vol. 20, no. 19, pp. 8301–8306, 2004, doi: <https://doi.org/10.1021/la049516c>.
- [2] K. P. Dey, S. Ghosh, and M. K. Naskar, "Organic template-free synthesis of ZSM-5 zeolite particles using rice husk ash as silica source," *Ceram. Int.*, vol. 39, no. 2, pp. 2153–2157, 2013, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.07.083>.
- [3] W. Widayat and A. N. Annisa, "Synthesis and Characterization of ZSM-5 Catalyst at Different Temperatures," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2017, vol. 214, pp. 1–7, doi: 10.1088/1757-899X/214/1/012032.
- [4] C. A. Fyfe, R. J. Darton, H. Mowatt, and Z. S. Lin, "Efficient, low-cost, minimal reagent syntheses of high silica zeolites using extremely dense gels below 100 °C," *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 144, no. 1–3, pp. 57–66, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2011.02.020>.
- [5] Z. Zahara, Y. K. Krisnandi, W. Wibowo, D. A. Nurani, D. U. C. Rahayu, and H. Haerudin, "Synthesis and characterization of hierarchical ZSM-5 zeolite using various templates as cracking catalysts," in *AIP Conference Proceedings 2023, 020088*, 2018, pp. 1–6, doi: <https://doi.org/10.1063/1.5064085>.
- [6] A. Nezamzadeh-Ejhi and Z. Shams-Ghahfarokhi, "Photodegradation of Methyl Green by Nickel-Dimethylglyoxime/ZSM-5 Zeolite as a Heterogeneous Catalyst," *J. Chem.*, vol. 104093, pp. 1–11, 2013, doi: <https://doi.org/10.1155/2013/104093>.
- [7] L. Tao *et al.*, "Synthesis and characterization of H-ZSM-5 zeolites and their catalytic performance in CH₃Br conversion to aromatics," *React. Kinet. Mech. Catal.*, vol. 103, pp. 191–207, 2011, doi: <https://doi.org/10.1007/s11144-011-0292-5>.
- [8] M. M. Pereira *et al.*, "Biomass-mediated ZSM-5 zeolite synthesis: when self-assembly allows to cross the Si/Al lower limit," *Chem. Sci.*, vol. 9, no. 31, pp. 6532–6539, 2018, doi: <https://doi.org/10.1039/C8SC01675E>.
- [9] A. Lestari, S. B. Ginting, and H. Saputra, "Effect of Seed Amounts on the Synthesis of Zeolite ZSM-5 Using Coal Bottom Ash and Rice Husk as Sources of Silica and Alumina by Using Seeding Method," *Mater. Sci. Forum*, vol. 948, pp. 9–13, 2019, doi: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.948.9>.
- [10] K. Rodponthukwaji *et al.*, "Catalytic upgrading of carboxylic acids as bio-oil models over hierarchical ZSM-5 obtained via an organosilane approach," *RSC Adv.*, vol. 7, no. 57, pp. 35581–35589, 2017, doi: <https://doi.org/10.1039/C7RA03890A>.