



## **PEMBUATAN NANOZEOLIT ALAM PAHAЕ MENGGUNAKAN ALAT *PLANETARY BALL MILLING***

**Julizar Muttaqin dan Makmur Sirait\***

Jurusan Fisika, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Medan, Indonesia

*Diterima Oktober 2014; Disetujui November 2014; Dipublikasikan Desember 2014*

### **Abstrak**

Penelitian ini bertujuan untuk membuat nanozeolit alam Pahae dengan menggunakan Planetary Ball Milling. Zeolit diambil dari Pahae, kemudian digerus lalu diayak dengan 200 mesh, dicuci dengan aquades. Kemudian diaktivasi secara kimia dengan melarutkan ke dalam HCl 2 molar dengan perbandingan 1:3 b/v. Diaktivasi secara fisika dengan mensintering pada suhu 500 °C selama 2 jam. Zeolit yang telah dikeringkan dimasukkan dalam Planetary Ball Milling dengan kecepatan 500 rpm selama 8 jam, 16 jam, dan 24 jam. Analisis XRD ditemukan pola difraksi berbentuk amorf dan dengan menggunakan persamaan scherrer diperoleh ukuran rata-rata partikel zeolit sebesar 85,44 nm pada penggilingan selama 24 jam. Hasil SEM menunjukkan permukaan nanozeolit masih ada menggumpal (aglomerasi) dan ukurannya kurang merata. Hasil EDX diperoleh kandungan zeolit terdiri dari silikon (43,75%), Oksigen (42,66%), Aluminium dan (7,72%), Besi (6,39%), dan Kalium (3,3%)

Kata kunci : Nanozeolit, Planetary Ball Milling, XRD, SEM, EDX

**How to Cite:** Julizar Muttaqin dan Makmur Sirait, (2015), Pembuatan Nanozeolit Alam Pahae Menggunakan Alat *Planetary Ball Milling*, *Jurnal Einstein Prodi Fisika FMIPA Unimed*, 3 (2): 45-50.

\*Corresponding author:  
E-mail : [julizarmtq@gmail.com](mailto:julizarmtq@gmail.com)

p-ISSN : I2338 - 1981

## PENDAHULUAN

Nanopartikel merupakan pembuatan material dengan ukuran kurang dari 100 nm dan melahirkan sifat-sifat atau fungsi yang baru pada material tersebut. Dikalangan peneliti ingin memahami lebih mendalam mengapa nanopartikel dapat memiliki sifat atau fungsi yang berbeda dari material sejenis dalam ukuran besar (bulk). Dua hal utama yang membuat nanopartikel berbeda dengan material sejenis dalam ukuran besar yaitu: (a) karena ukurannya yang kecil, nanopartikel memiliki nilai perbandingan antar luas permukaan dan volume yang lebih besar jika dibandingkan dengan partikel sejenis dalam ukuran besar. Ini membuat nanopartikel bersifat lebih reaktif. Reaktivitas material ditentukan oleh atom-atom di permukaan, karena hanya atom-atom tersebut yang akan bersentuhan langsung dengan material lain; (b) ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum (Abdullah, 2008).

Zeolit adalah kristal aluminosilikat berpori, terdiri dari tetrahedral  $\text{AlO}_4$  dengan atom O menghubungkan tetrahedral tetangga. Untuk struktur yang sama sekali mengandung atom silika, kombinasi  $\text{SiO}_4$  dengan cara ini menyebabkan silika ( $\text{SiO}_2$ ) merupakan bermuatan padat. Setelah penggabungan atom Al ke dalam kerangka silika, muatan +3 pada Al membuat kerangka bermuatan negatif, dan membutuhkan kehadiran kerangka kation tambahan (kation anorganik dan organik) dalam struktur bertujuan untuk menjaga tetap netral. Berdasarkan proses pembentukannya, zeolit dapat dibagi menjadi dua jenis yaitu zeolit alam dan sintesis. Zeolit alam adalah zeolit yang terbentuk melalui proses alam yaitu proses hidrotermal pada batuan beku basa. Zeolit ini biasanya ditemukan didalam celah-celah yang mengisi batuan tersebut. Bentuk zeolit alam banyak mengandung perbandingan yang besar dari  $\text{M}^{2+}$  dan  $\text{H}^+$  pada  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$ . Sedangkan zeolit sintesis merupakan zeolit yang sengaja dibuat dari

bahan kimia dengan sifat yang hampir sama dengan zeolit alam walaupun zeolit sintesis memiliki sifat fisis yang jauh lebih baik serta mengandung kation  $\text{Na}^+$  dan  $\text{K}^+$ . Zeolit sintesis biasanya dibuat untuk mendapatkan zeolit dengan kemurnian yang lebih baik dengan mengatur perbandingan Si/Al yang diinginkan. (Dutta, 2000).

Zeolit juga dikenal sebagai "saringan molekul" dapat mengatur masuknya molekul yang lebih besar dari pori-pori dan mengizinkan masuk molekul yang lebih kecil. Dengan zeolit sebagai membran, oleh karena itu diharapkan untuk mencapai pemisahan molekul-selektif berdasarkan ukuran dan bentuk secara terus-menerus. Selain itu, zeolit memiliki beberapa sifat yang melekat: sifat *hydrophilic* atau *organophilic* dan penyerapan molekul polar bersifat selektif karena medan elektrostatis dasar dalam pori-pori. Dari penggabungan sifat fisik dan kimia yang unik, membran zeolit sangat menarik untuk pemisahan berbagai campuran kimia yang mengandung molekul yang tidak terserap atau campuran dari gas/uap atau air/organik (Hosokawa, 2007).

Kegunaan zeolit sangat luas dalam bidang agrikultural, hortikultural, rumah tangga, industri, pengolahan air, dan pengolahan air limbah. kaitannya dalam bidang industri pengolahan air dan limbah, zeolit digunakan sebagai penyerap, pengemban katalis dan penghilang logam berat. Untuk berbagai aplikasi diperlukan zeolit dengan kualitas yang baik. Dua cara yang digunakan untuk menambah kualitas zeolit yaitu: a). 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. b). 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. Sebagian peneliti memakai penggabungan dari kedua metode tersebut untuk mencapai hasil yang diinginkan. Disamping tergantung dari metode, hasil akhir dari modifikasi zeolit alam sangat dipengaruhi dari jenis bahan bakunya (Buchori dkk, 2003).

Pada pembuatan nanozeolit perlu diperhatikan seperti rasio massa bola penggiling terhadap serbuk (*ball to powder ratio*) yang digunakan pada penelitian adalah 8:1 dengan syarat kondisi serbuk dan bola penghancur di dalam jar yang tidak boleh melebihi  $\frac{2}{3}$  volume jar. Sehingga 1000 rpm selama 6 jam didapatkan ukuran 75-100 nm dengan karakterisasi SEM. Pada penelitian Mukhtar dkk, (2013) membuat nanozeolit dengan *wet milling* dengan variasi waktu 4, 6, dan 8 jam, sehingga diperoleh grafik pertumbuhan nanozeolit mendekati ukuran 160 nm pada waktu 8 jam dengan ukuran morfologi permukaan cenderung berbentuk bola dan tidak beraturan. Penelitian Wahyudi dkk, (2010), zeolit jenis mordenit asal Nanggung, Jawa Barat yang telah dikeringkan pada suhu 105°C dan digerus hingga berukuran kurang dari 325 mesh dengan *jaw crusher* dan *ring mill*. Sampel zeolit yang telah dihaluskan kemudian dimasukkan ke dalam PBM (*Planetary Ball Mill*) dengan variasi waktu penggilingan 10 jam, 30 jam, dan 60 jam secara basah (*wet milling*) dengan batuan metanol, sehingga diperoleh partikel 42,9 nm. Proses alat ultrasonikasi pada sampel selama 30 menit yang dihasilkan dari proses penggilingan 10 jam masih tampak menggumpal/teraglomerasi akibat gaya *Van der Waals* antar partikel.

Penelitian ini membentuk nanozeolit alam yang berasal dari Kecamatan Pahae Kabupaten Tapanuli Utara Provinsi Sumatera Utara dengan menggunakan metode *top-down* dan perlu dilakukan beberapa tinjauan kondisi penggilingan yang memberikan pengaruh pembentukan zeolit berukuran nano, waktu penggilingan, kecepatan perputaran milling dan alat pembuatan nanopartikel.

Kemudian sampel dikarakterisasi dengan menggunakan Instrument *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan EDX.

## METODE PENELITIAN

**Bahan** : Zeolit Alam Pahae, HCL dan aquades

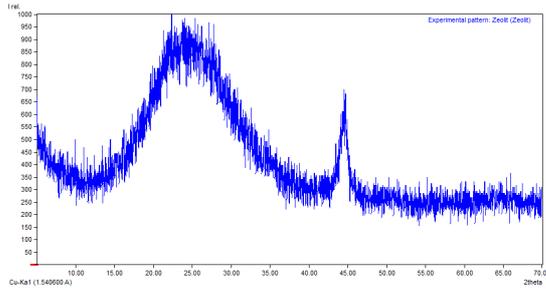
**Alat** : neraca analitik, magnetik stirrer, gelas ukur, erlenmeyer, pipet tetes, kertas saring watchman 42, corong, oven, centrifuse, furnace, *Planetary Ball Milling* 200, XRD, SEM dan EDX

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia dan Laboratorium Fisika Unimed. Karakterisasi dilakukan di Laboratorium Nanotech Indonesia Bandung. Zeolit diambil dari Pahae dalam bentuk bongkahan. Zeolit dihancurkan (*crushing*) lalu dimasukkan kedalam *ball-mill* selama satu jam untuk mendapatkan ukuran yang lebih kecil (kira-kira ukuran pasir). Zeolit selanjutnya diayak dengan menggunakan ayakan 200 mesh. Zeolit berukuran 200 diaktivasi secara kimia dengan larutan HCL 2M dengan komposisi 50 gram zeolit alam direndam 150 ml pelarut (b/V), kemudian diaduk selama 4 jam menggunakan magnetik stirrer. Aktivasi secara asam bertujuan untuk meningkatkan rasio Al/ Si.

Pembuatan nanozeolit dilakukan dengan metode *top-down* dengan menggunakan *planetary ball mill* PM 200 yaitu dengan ketentuan rasio antara ukuran sampel dan bola penggiling yaitu 1:4 dan volume keseluruhan tidak boleh lebih dari  $\frac{2}{3}$  volume jar. Proses milling berlangsung dengan waktu 24 jam pada kecepatan 500 rpm. Tabung (*jar*) dan bola penggiling sebelum digunakan dicuci terlebih dahulu menggunakan etanol. Zeolit hasil milling dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan EDX untuk diketahui ukuran, morfologi, dan struktur.

## HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Metode difraksi sinar-X digunakan menentukan jenis kristal berdasarkan pola difraksi sinar-X suatu kristal yang bersifat khas. Pola difraksi ini ditentukan oleh susunan atom dalam kristal. Pada penelitian ini dilakukan karakterisasi XRD pada kristal nanozeolit Pahae. Gambar 1 adalah pola difraksi kristal nanozeolit Pahae.



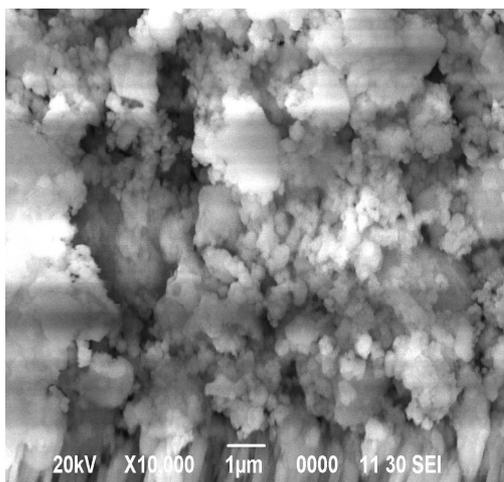
Gambar 1. Hasil Pola Difraksi XRD Dari Zeolit

Abdullah (2008) menjelaskan untuk menentukan ukuran partikel dapat digunakan dengan metode *Scherrer*. Ukuran kristalin ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X yang muncul. Metode ini menjelaskan satu partikel mengandung sejumlah kristallites yang kecil-kecil maka informasi yang diberikan metode ini adalah ukuran kristalin. Untuk partikel berukuran nanometer, biasanya satu partikel hanya mengandung satu kristallites. Berdasarkan hasil perhitungan, didapatkan zeolit alam untuk penggilingan selama 24 jam memiliki ukuran kristal rata-rata 85,44 nm. Pada penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Liherlinah (2009), penentuan ukuran partikel nano CuO/ZnO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dengan metode Scherrer yang ditentukan berdasarkan pelebaran puncak difraksi sinar-X. dengan berasumsi untuk partikel berukuran nanometer, biasanya partikel hanya mengandung satu kristallites. Dengan ukuran seperti ini dikatakan sebagai nanopartikel kristalin yang tampak dari luar yang diamati SEM

(grain size). FWHM yang besar menunjukkan semakin kecil ukuran kristal. Hasil XRD pada gambar 1 terlihat bentuk pola difraksi yang amorf. Menurut Charkhi dkk (2010) pembentukan amorf pada kristalin zeolit dapat dipengaruhi struktur ikatan Si-O-Si dan Si-O-Al dan rusaknya struktur kristal asli di bawah tindakan kekuatan mekanik yang menyeluruh. Penelitian Wahyudi (2010) dengan peningkatan waktu penggilingan terbentuk pola difraksi yang amorf pada 8 jam penggilingan. Akibat dari penggilingan terlalu lama ukuran partikel menjadi kecil, luas permukaan dan energi permukaannya menjadi tinggi. Namun ikatan Si-O dan Mg-O telah rusak dengan pertambahan waktu *milling*, mengakibatkan struktur mineral hilang ditunjukkan dengan kurva difraktogram yang landai. Penelitian yang dilakukan oleh Charkhi dkk (2010), zeolit mengalami pengurangan sifat kristal antara 55-100 % pada ukuran antara 100 nm – 30 µm dilihat dari perbedaan pola difraksi kristal zeolit *milling* dengan selang waktu antara 1 s/d 8 jam. Hal ini diakibatkan mendapatkan perlakuan kecepatan *milling* 500 rpm, waktu *milling* 3 jam, dengan zeolit 4,5 % dari berat bola penggiling dan perbandingan volume air dengan berat zeolit adalah 1:1. Menurut penelitian Lestari (2010) keadaan amorf sampel diakibatkan oleh beberapa kelemahan, diantaranya mengandung banyak pengotor serta kristalinitasnya kurang baik.

Dari hasil karakterisasi SEM yang disajikan dalam gambar 2 dapat dilihat bentuk morfologi nanozeolit alam Pahae. Pada gambar terlihat zeolit mengalami penggumpal di berbagai titik, hal ini dapat diakibatkan karena pencampuran yang tidak homogen dan pemanasan yang tidak homogen. Hal ini sesuai dengan penelitian Suryanarayana (2001) ukuran partikel semakin membesar akibat waktu penggilingan, ini dikarenakan semakin lama waktu yang diperlukan untuk melakukan proses penggilingan maka akan sering terjadi tumbukan dan hal itu akan menyebabkan temperatur di dalam *jar*

bertambah dan akan mempengaruhi hasil sampel yang didapatkan terutama saat sampel tersebut rawan terhadap perubahan suhu. Sehingga semakin lama waktu penggilingan, bila melampaui batas optimal, dapat menyebabkan penggumpalan yang berlebihan dan mengakibatkan penambahan ukuran partikel.



Gambar 2. Morfologi Nanozeolit Menggunakan Sem Perbesaran 10000X

Komposisi zeolit yang diperoleh didapat dari hasil EDX seperti pada Tabel 1 di bawah ini. Zeolit terdiri dari silikon (43,75%), Oksigen (42,66%), Aluminium (7,72%), Besi (6,39%), Kalium (3,3%). Dari Tabel 1 diperoleh bahwa nanozeolit memiliki sifat-sifat yang cukup baik dan memiliki material silika yang sangat banyak dengan perbandingan Si/Al  $43,75/7,72 = 5,66$ , untuk jenis mordenit perbandingan Si/Al adalah 4,17 hingga 10, (Chai Mee Kin, 2001). Hal ini sesuai dengan penelitian Bukit (2011), zeolit memiliki perbandingan Si/Al = 5,65, Si yang lebih tinggi menunjukkan zeolit bersifat hidrofobik dan mempunyai affinitas terhadap hidrokarbon.

Tabel 1. Komposisi Kimia Zeolit

Komposisi kimia	Zeolit %
Oksigen (O)	42,66

Alumunium(Al)	7,72
Silikon (Si)	43,75
Kalium (K)	3,312
Besi (Fe)	6,398
Total	100

## KESIMPULAN DAN SARAN

Telah dapat dibuat nanozeolit alam Pahae dengan ukuran rata-rata 85,44 nm. Metode yang digunakan adalah metode *top-down* dengan alat *Planetary Ball Milling* PM 200. Hasil SEM menunjukkan permukaan nanozeolit masih ada penggumpalan (aglomerasi) dan ukurannya kurang merata. Hasil EDX diperoleh kandungan zeolit terdiri dari silikon (43,75%), Oksigen (42,66%), Aluminium dan (7,72%), Besi (6,39%), Kalium (3,3%).

Untuk mendapatkan hasil partikel yang merata dan ukuran yang lebih kecil maka disarankan perlu dilakukan penggilingan lebih lama dan kecepatan putarnya lebih besar. Untuk mengatasi penggumpalan perlu dilakukan penyinaran dengan alat ultrasonikator.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M.,(2008), *Pengantar Nanosains*, FMIPA, ITB Bandung
- Abdullah, M., Yudistira., Nirmin dan Khairurrijal.,(2008), *Sintesis Nanopartikel. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. 1* : 33-57
- Buchori, L., Budiyono, (2003)Aktivasi Zeolit Dengan menggunakan Perlakuan Asam dan Kalsinasi, Seminar Nasional Teknik Kimia Indonesia, Yogyakarta.
- Bukit, N., (2011), *Pengolahan Zeolit alam Sebagai bahan pengisi nano komposit polipropina dan karet alam SIR-20 dengan kompatibeliser anhidrida mateat-*

- grafted- polipropilena*, Disertasi  
USU, Medan
- Chai Mee Kin, Asian Hussain, dan Zainab Ramli, (2001), "*penentuan kapasitas dan jenis penceraan Zeolit asli terhadap bahan pencelup sintetik*" Malaysian Journal of Analytical Sciences, Vol. 7, No.1(2001) 69-79
- Charkhi, A., Hossein, K., dan Mohammad, K., (2010), *Optimized experimental design for natural clinoptilolite zeolite ball milling to produce nano powder*, Powder technology 203:2: 389-396
- Dutta, K., (2000). Hand Book of Zeolite Science and Technology. The Ohio State University
- Hosokawa, M., (2007), *Naoparticle Technology Handbook*, Hosokawa micron corporation.
- Lestari, D.Y., (2010), *Kajian Modifikasi Dan Karakterisasi Zeolit Alam Dari Berbagai Negara*, Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia, Yogyakarta.
- Lihierlinah, Abdullah,M, dan Khairurrijal, (2009). *Sintesis Nanokatalis CuO/ZnO/untuk mengubah Metanol menjadi Hidrogem untuk bahan bakar kendaraan fuel Cell*, Jurnal Nanosains dan Teknologi, FMIPA,ITB. ISSN 1979-0880.
- Suryanarayana, C., 2001. *Mechanical Alloying and Milling*. Progeress in Material Science
- Mukhtar, Borhan, abdullah, dan Rusop (2013), *Nanozeolite Produced By Wet Milling At Different Milling Time*, Nano-SciTech Centre, Institute of Science, Universiti Teknologi MARA, Selangor, Malaysia,
- Wahyudi, Agus, Dessy, Sariman, dan Siti, (2010), *Sintesis Nanopartikel Zeolit Secara Top Down Menggunakan Planetary Ball Milling Dan Ultrasinikator*, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Barubara ( Tekmira ).