

# Karakterisasi Katalis Dari Zeolit Alam/Kf Menggunakan Metode X-Ray Diffraction

Zahra Nurrizka, Mustain Zamhari\*, Muhammad Yerizam

Program Studi Teknik Kimia, Politeknik Negeri Sriwijaya, Palembang

\*Koresponden email: mustain\_z@polsri.ac.id

Diterima: 24 November 2025

Disetujui: 28 November 2025

## Abstract

Natural zeolite is a porous material with great potential as a heterogeneous catalyst, but its catalytic activity still needs to be improved. One way to improve the basic properties of zeolite is by modifying it using potassium fluoride (KF). This study aims to produce a strong base catalyst based on natural zeolite/KF and characterize its crystal structure using the X-Ray Diffraction (XRD) method. The catalyst synthesis process includes initial zeolite activation, impregnation with varying KF concentrations (1.5%–3.5%), and calcination at 500–700°C. The XRD characterization results show that the sample with a KF concentration of 2.5% and a calcination temperature of 600°C (code T248) produced the best catalyst, with a crystallite size of 176 Å and the lowest microstrain of 0.25%, as well as a very high degree of crystallinity. This indicates that these conditions are optimal for producing a stable and regular crystal structure. The catalyst produced in this study has the potential to be used in various chemical reaction applications, such as transesterification for biodiesel production.

**Keywords:** *potassium fluoride (kf), strong base catalyst, transesterification, natural zeolite*

## Abstrak

Zeolit alam merupakan material berpori yang memiliki potensi besar sebagai katalis heterogen, namun aktivitas katalitiknya masih perlu ditingkatkan. Salah satu cara untuk meningkatkan sifat basa zeolit adalah dengan modifikasi menggunakan Kalium Fluorida (KF). Penelitian ini bertujuan untuk memproduksi katalis basa kuat berbasis zeolit alam/KF dan mengkarakterisasikan struktur kristalnya menggunakan metode X-Ray Diffraction (XRD). Proses sintesis katalis meliputi aktivasi awal zeolit, impregnasi dengan variasi konsentrasi KF (1,5%–3,5%), serta kalsinasi pada suhu 500–700°C. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sampel dengan konsentrasi KF 2,5% dan suhu kalsinasi 600°C (kode T248) menghasilkan katalis terbaik, dengan ukuran kristalit sebesar 176 Å dan regangan mikro terendah sebesar 0,25%, serta tingkat kristalinitas yang sangat tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa kondisi tersebut paling optimal dalam menghasilkan struktur kristal yang stabil dan teratur. Katalis hasil penelitian ini berpotensi digunakan dalam berbagai aplikasi reaksi kimia, seperti transesterifikasi untuk produksi biodiesel.

**Kata Kunci:** *kalium fluorida (kf), katalis basa kuat, transesterifikasi, zeolit alam*

## 1. Pendahuluan

Zeolit merupakan material mineral alami yang tersusun dari aluminosilikat berpori dengan struktur kristalin yang unik. Material ini memiliki luas permukaan yang tinggi, kestabilan termal yang baik, serta keberadaan situs aktif yang memungkinkan terjadinya reaksi katalitik. Zeolit alam banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang, termasuk industri petrokimia, energi, lingkungan, dan farmasi, terutama sebagai katalis heterogen dalam berbagai reaksi kimia [1].

Dalam industri energi, penggunaan katalis berbasis zeolit telah menunjukkan efisiensi tinggi dalam berbagai proses, seperti pemurnian bahan bakar, konversi biomassa menjadi biofuel, cracking katalitik, dan reformasi katalitik. Salah satu tantangan utama dalam pengembangan energi terbarukan adalah menemukan katalis yang murah, efisien, dan ramah lingkungan. Zeolit alam menawarkan solusi potensial karena ketersediaannya yang melimpah, biaya produksi yang lebih rendah dibandingkan katalis berbasis logam mulia, serta kemampuannya untuk dimodifikasi guna meningkatkan aktivitas katalitiknya [2].

Selain di bidang energi, dalam aplikasi lingkungan, zeolit juga digunakan sebagai katalis atau adsorben untuk degradasi polutan beracun menjadi senyawa yang lebih ramah lingkungan, misalnya penguraian senyawa organik berbahaya, penyerapan logam berat, dan pengolahan limbah gas buang. Kinerja katalis zeolit sangat dipengaruhi oleh sifat fisik dan kimia materialnya, seperti ukuran kristal,

distribusi pori, serta jumlah dan jenis situs aktif yang tersedia. Oleh karena itu, karakterisasi katalis menjadi langkah krusial untuk memahami struktur, gugus fungsi, dan morfologi permukaan material, sehingga dapat dilakukan optimasi sifat katalis sesuai kebutuhan aplikasinya [3].

Salah satu metode yang digunakan untuk meningkatkan aktivitas katalis zeolit adalah dengan menambahkan KF (Kalium Fluorida) sebagai aktivator. Penambahan KF dapat meningkatkan sifat basa katalis, memperbaiki kestabilan termal, serta mempermudah pembentukan fase aktif yang lebih stabil dan reaktif. Dalam reaksi-reaksi tertentu seperti transesterifikasi atau reaksi berbasis basa kuat, keberadaan KF dapat meningkatkan selektivitas dan kecepatan reaksi [4].

Untuk meningkatkan performa katalitiknya, zeolit alam dapat dimodifikasi melalui berbagai metode, seperti aktivasi asam, impregnasi Kalium Fluorida, atau pertukaran ion. Teknik-teknik ini bertujuan untuk meningkatkan jumlah situs aktif, memperbaiki distribusi pori, serta meningkatkan kestabilan termal dan kimia dari zeolit [5].

Metode *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan salah satu teknik karakterisasi utama yang digunakan untuk menganalisis struktur kristal material, termasuk zeolit alam yang dimodifikasi dengan KF. XRD bekerja berdasarkan prinsip difraksi sinar-X oleh bidang-bidang atom dalam kisi kristal, sehingga menghasilkan pola difraksi yang khas bagi setiap material. Melalui analisis XRD, dapat diperoleh informasi mengenai fase kristal yang terbentuk, ukuran kristal, tingkat kristalinitas, serta perubahan struktur akibat proses modifikasi. Menurut Cullity & Stock (2014), XRD sangat efektif untuk mengidentifikasi komposisi fase dalam material padat, bahkan ketika perubahannya bersifat halus akibat dopan atau aktivator [6].

Dalam konteks penelitian katalis zeolit/KF, XRD dapat digunakan untuk memastikan apakah penambahan KF memengaruhi kristalinitas zeolit, menyebabkan pembentukan fase baru (misalnya  $\text{KAlSiO}_4$  atau  $\text{K}_2\text{SiF}_6$ ), atau mempertahankan struktur kerangka zeolit awalnya. Identifikasi ini penting karena perubahan struktur kristal akan berpengaruh langsung terhadap luas permukaan, distribusi pori, dan sifat aktif katalis. Selain itu, hasil XRD dapat digunakan sebagai dasar untuk mengkorelasikan sifat struktur dengan kinerja katalis pada aplikasi tertentu [7].

Dengan demikian, penelitian karakterisasi katalis dari zeolit alam yang dimodifikasi KF menggunakan metode XRD memiliki signifikansi tinggi, baik dalam pengembangan material katalis baru maupun dalam memahami hubungan antara struktur kristal dan aktivitas katalitiknya. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan kontribusi ilmiah dalam upaya pencarian katalis yang efisien, murah, dan ramah lingkungan, khususnya untuk mendukung teknologi energi terbarukan dan pengolahan lingkungan.

## 2. Metode Penelitian

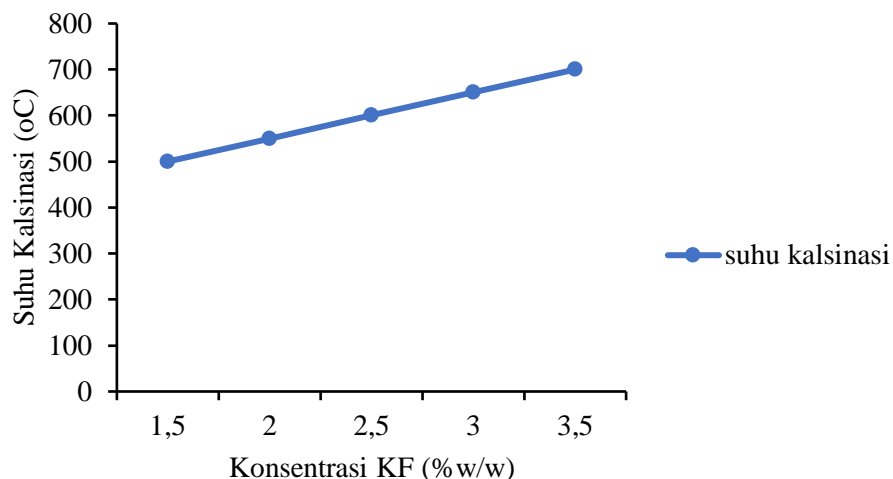
Bahan dan peralatan yang diperlukan dalam penelitian ini antara lain adalah zeolit alam (200 mesh), larutan KOH, Kalium Fluorida (KF), serta aquadest. Kemudian yang digunakan antara lain crucible, erlenmeyer, furnace, oven, hot plate, magnetic stirrer, timbangan analitik, gelas kimia, hotplate, stopwatch, mortar, kaca arloji, pipet ukur, pipet tetes, sarung tangan kertas saring, serta X-Ray Diffraction.

Penelitian ini terdiri dari 3 tahap yaitu persiapan zeolit alam (termasuk aktivasi), impregnasi kalium fluorida(KF), dan karakterisasi menggunakan X-Ray Diffraction (XRD). Pembuatan membran dilakukan dengan metode inversi fasa melalui teknik penguapan pelarut. Membran yang dibuat terdiri dari polimer selulosa asetat dan selulosa asetat dengan penambahan zeolit alam. Pembuatan dope selulosa asetat terdiri dari 15 %-b selulosa asetat dengan aseton sebagai pelarut. Kemudian ke dalam dope ditambahkan sedikit demi sedikit dengan zeolit alam sebanyak (5, 10, 15, dan 20 %) dari berat selulosa asetat sambil terus diaduk sehingga semua zeolit terdispersi sempurna ke dalam dope.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1 Pengaruh Konsentrasi Terhadap Suhu Pada Kalsinasi Katalis

Berdasarkan hasil percobaan, variasi konsentrasi KF berpengaruh terhadap kestabilan katalis pada suhu kalsinasi. Pada konsentrasi terlalu rendah (3%), terjadi penurunan stabilitas akibat penutupan situs aktif oleh kelebihan garam KF. Kondisi optimum dicapai pada konsentrasi 2,5% dengan suhu kalsinasi 600°C. Grafik hubungan konsentrasi terhadap suhu kalsinasi ditunjukkan pada **Gambar 1**.

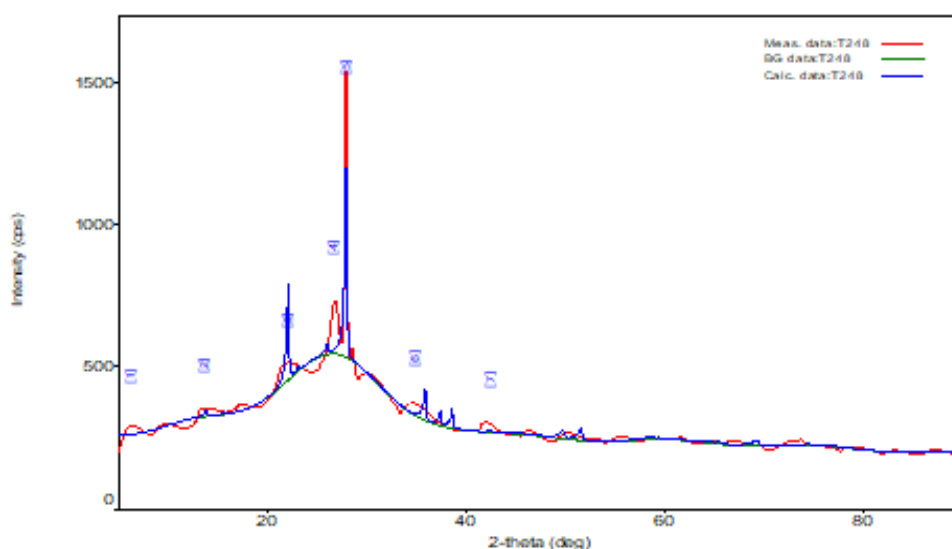


**Gambar 1.** Pengaruh Konsentrasi Terhadap Suhu Pada Kalsinasi Katalis

Berdasarkan grafik hubungan antara konsentrasi KF (%w/w) dengan suhu kalsinasi (°C), terlihat adanya kecenderungan peningkatan suhu kalsinasi seiring dengan bertambahnya konsentrasi KF yang digunakan. Pada konsentrasi KF terendah yaitu sekitar 1,5% w/w, suhu kalsinasi berada di kisaran 520 °C, sedangkan pada konsentrasi KF tertinggi yaitu sekitar 3,5% w/w, suhu kalsinasi mencapai kurang lebih 700 °C. Kenaikan suhu ini menunjukkan bahwa penambahan KF memengaruhi sifat termal material yang dikalsinasi, sehingga memerlukan energi panas lebih besar untuk mencapai proses kalsinasi optimal [8].

### 3.2 Analisa Katalis dengan kode T248

Sampel T248 (KF 2,5%, 600°C) merupakan sampel terbaik berdasarkan hasil analisa XRD. Ukuran kristalit sebesar 176 Å dengan regangan mikro terendah 0,25%. Hal ini menunjukkan struktur kristal yang paling teratur dan stabil dibandingkan sampel lain. Grafik hasil analisis katalisis sampel 3 dengan kode T248 ditunjukkan pada **Gambar 2**.



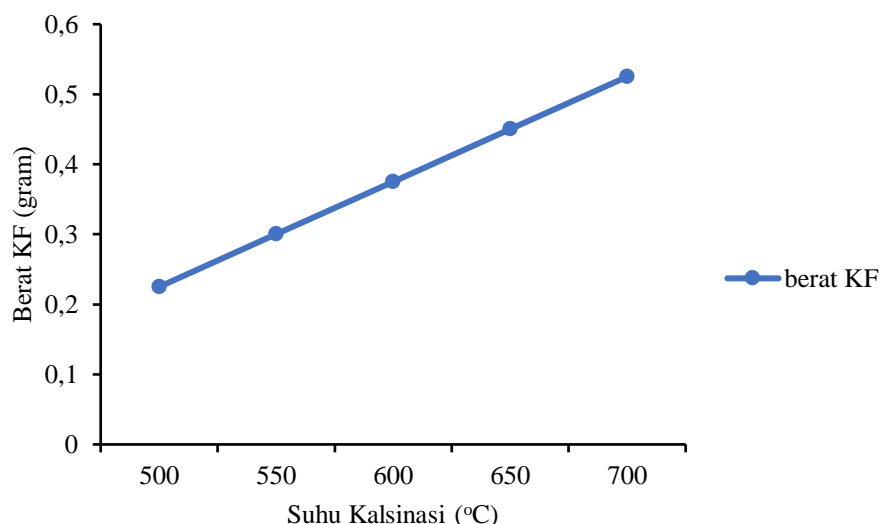
**Gambar 2.** Hasil analisa pola kristalisasi sampel 3

Tingginya kristalinitas pada kondisi ini disebabkan oleh kesesuaian antara konsentrasi KF dan suhu kalsinasi, sehingga terjadi penyusunan ulang kisi kristal yang optimal. Sampel T248 berpotensi besar sebagai katalis heterogen untuk reaksi transesterifikasi biodiesel [9].

### 3.3 Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Berat Katalis KF

Proses kalsinasi merupakan tahap pemanasan material pada suhu tinggi dengan tujuan menghilangkan zat volatil, mengubah sifat fisik maupun kimia, serta memfasilitasi terbentuknya fase padat

yang stabil. Pada penelitian yang melibatkan kalium fluorida (KF), suhu kalsinasi menjadi salah satu parameter penting karena dapat memengaruhi jumlah KF yang berhasil difiksasi atau tertahan pada material pendukung. Perubahan suhu berpotensi memengaruhi laju difusi ion, tingkat interaksi antara KF dengan permukaan padatan, serta hilangnya komponen sisa yang dapat mengganggu proses fiksasi. Oleh karena itu, analisis hubungan antara suhu kalsinasi dan berat KF yang terukur menjadi langkah penting untuk memahami sejauh mana pengaturan suhu dapat mengoptimalkan proses tersebut [10]. Grafik pengaruh suhu kalsinasi terhadap berat KF ditunjukkan pada **Gambar 3**.



**Gambar 3.** Pengaruh suhu kalsinasi terhadap berat KF

Berdasarkan grafik hubungan antara suhu kalsinasi dan berat KF, terlihat dengan jelas bahwa peningkatan suhu kalsinasi dari 500°C hingga 700°C diikuti oleh kenaikan berat KF yang bersifat linear dan konsisten. Peningkatan berat KF seiring dengan kenaikan suhu kalsinasi kemungkinan besar disebabkan oleh beberapa mekanisme yang saling terkait. Pertama, suhu kalsinasi yang lebih tinggi dapat mempercepat dan menyempurnakan proses fiksasi KF pada permukaan material, karena energi termal yang lebih besar memfasilitasi difusi ion-ion KF ke dalam pori atau permukaan padatan pendukung (support). Kedua, pada suhu tinggi, terjadi penguapan atau degradasi komponen volatil dan sisa pengotor dari material, yang mengakibatkan massa total sampel berkurang namun kandungan KF relatif meningkat, sehingga berat KF terukur menjadi lebih besar. Ketiga, peningkatan suhu juga dapat memicu pembentukan fase padat baru atau perubahan struktur kristal KF yang lebih stabil dan terikat kuat pada permukaan material, yang berkontribusi terhadap meningkatnya berat KF yang terukur setelah kalsinasi [8].

#### 4. Kesimpulan dan Saran

Berdasarkan hasil penelitian, kondisi optimum diperoleh pada konsentrasi KF 2,5% dengan suhu kalsinasi 600°C (sampel T248). Pada kondisi tersebut, katalis memiliki ukuran kristalit terbesar (176 Å) dan regangan mikro terendah (0,25%), menunjukkan kristalinitas terbaik. Variasi konsentrasi dan suhu kalsinasi berpengaruh signifikan terhadap struktur dan stabilitas katalis. Katalis hasil modifikasi KF ini berpotensi untuk diaplikasikan dalam produksi biodiesel melalui reaksi transesterifikasi.

#### 5. Daftar Pustaka

- [1] T. Li *et al.*, "Electronic Supplementary Information (ESI): Synthesis of zeolite Y from natural aluminosilicate minerals for fluid catalytic cracking application Supplementary Methods," 2012.
- [2] I. Istadi, T. Riyanto, L. Buchori, D. D. Anggoro, A. W. S. Pakpahan, and A. J. Pakpahan, "Biofuels production from catalytic cracking of palm oil using modified hy zeolite catalysts over a continuous fixed bed catalytic reactor," *International Journal of Renewable Energy Development*, vol. 10, no. 1, pp. 149–156, Feb. 2021, doi: 10.14710/ijred.2021.33281.
- [3] S. Eren, F. N. Türk, and H. Arslanoğlu, "Synthesis of zeolite from industrial wastes: a review on characterization and heavy metal and dye removal," Jun. 01, 2024, *Springer*. doi: 10.1007/s11356-024-33863-0.

- [4] Y. Li and Y. Jiang, "Preparation of a palygorskite supported KF/CaO catalyst and its application for biodiesel production via transesterification," *RSC Adv*, vol. 8, no. 29, pp. 16013–16018, 2018, doi: 10.1039/c8ra02713g.
- [5] J. Cieřla *et al.*, "Environmental-friendly modifications of zeolite to increase its sorption and anion exchange properties, physicochemical studies of the modified materials," *Materials*, vol. 12, no. 19, Oct. 2019, doi: 10.3390/ma12193213.
- [6] M. R. Asrori, A. Santoso, and S. Sumari, "Proofing the presence of metal oxide impregnated into zeolite A without calcination: XRD and FTIR studies," *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, vol. 9, Jun. 2024, doi: 10.1016/j.cscee.2024.100676.
- [7] Z. Zuo, Y. Sha, P. Wang, and Z. Da, "From bench to industry, the application of all-inorganic solid base materials in traditional heterogeneous catalysis: a mini review," Mar. 04, 2024, *Royal Society of Chemistry*. doi: 10.1039/d4ra00335g.
- [8] L. Buchori, W. Widayat, O. Muraza, M. I. Amali, R. W. Maulida, and J. Prameswari, "Effect of temperature and concentration of zeolite catalysts from geothermal solid waste in biodiesel production from used cooking oil by esterification–transesterification process," *Processes*, vol. 8, no. 12, pp. 1–16, Dec. 2020, doi: 10.3390/pr8121629.
- [9] B. Changmai, C. Vanlalveni, A. P. Ingle, R. Bhagat, and L. Rokhum, "Widely used catalysts in biodiesel production: A review," Nov. 13, 2020, *Royal Society of Chemistry*. doi: 10.1039/d0ra07931f.
- [10] N. Insyirah Zulkifli, N. Asmawati Mohd Zabidi, S. Faiz Tasfy, A. Khaimah, and R. Al Khaimah, "Effects of calcination temperature on the catalyst performance in a CO<sub>2</sub> hydrogenation reaction," 2021.