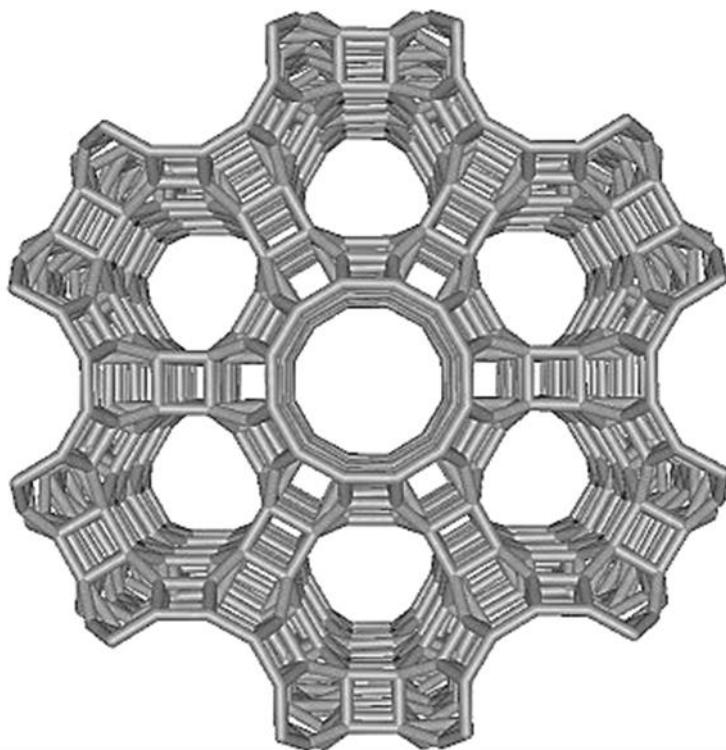


ASAS

ZEOLIT

NIK AHMAD NIZAM NIK MALEK, PhD, AMIC

ASAS ZEOLIT



Isi Kandungan

1.0. Pengenalan.....	1
2.0. Asas Zeolit.....	3
3.0. Elemen-Elemen dalam Zeolit.....	7
4.0. Jenis-Jenis Zeolit.....	9
5.0. Struktur Kerangka Zeolit.....	15
6.0. Sifat-Sifat dan Fungsi Utama Zeolit.....	23
7.0. Pencirian Zeolit.....	31

1.0. Pengenalan

Zeolit atau lebih dikenali dikalangan petani atau orang kampung sebagai tanah gunung berapi digunakan secara meluas di Malaysia sebagai bahan tambah dalam baja. Ia digunakan dalam penambahbaikan tanah bertujuan untuk menyuburkan pokok samaada diladang atau tanaman sendiri. Boleh dikatakan semua jenis pokok dapat disuburkan dengan kehadiran zeolit ini. Akan tetapi, ramai yang beranggapan bahawa zeolit adalah baja yang hanya perlu diletakkan sekali sahaja tanpa pengawasan dan seterusnya mengharapkan hasil yang banyak daripada zeolit ini. Anggapan sedemikian tidak benar sama sekali kerana zeolit bukanlah baja, ia adalah satu mineral atau bahan tak organik yang menjadi tunjak utama kepada baja yang dibekalkan. Semasa penanaman pokok, zeolit perlu ditambah dengan baja yang sesuai dengan pokok tersebut kerana nutrien-nutrien yang terkandung dalam baja akan dipegang oleh zeolit dan nutrien tersebut akan dilepaskan secara perlahan-lahan. Pemahaman mengenai cara zeolit ini bertindak adalah sukar difahami kerana ia melibatkan pemahaman saintifik dan juga secara kimia. Dengan sebab itulah, buku ini dikarang bagi memudahkan pengguna zeolit memahami cara zeolit bertindak secara asas melalui pemahaman sifat-sifat zeolit itu sendiri.

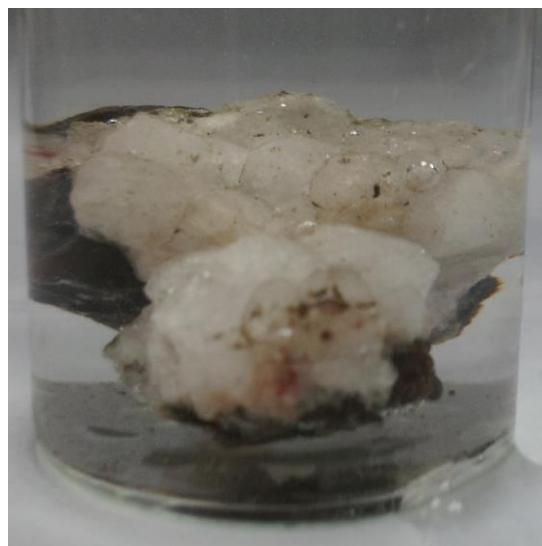
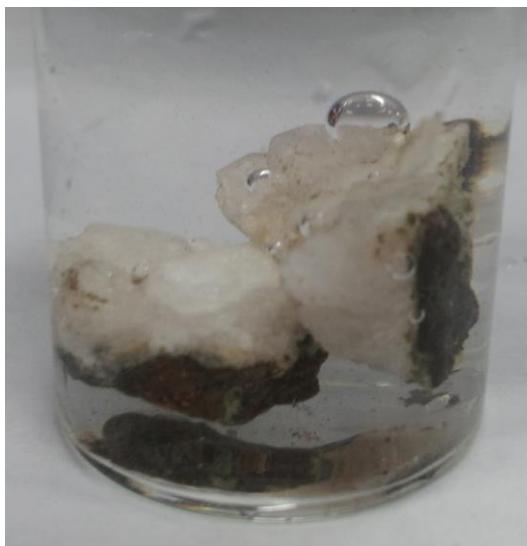
Tambahan lagi, zeolit dikatakan sebagai “magic rock” di Amerika Selatan kerana sifatnya yang istimewa yang mempunyai penggunaan dalam berbagai-bagai aktiviti. Zeolit tidak hanya digunakan dalam penamanan

pokok, ia juga boleh digunakan dalam aquakultur, bahan tambah dalam makanan untuk haiwan ternakan, perawatan najis ternakan, perawatan air dan lain-lain. Sekiranya kita memahami sifat-sifat zeolit dengan lebih mendalam, berbagai-bagai produk yang kreatif dan inovatif akan dapat dihasilkan daripada zeolit. Oleh dengan sebab itulah, buku ini akan menjadi panduan kepada pengguna zeolit bagi memahami dengan lebih mendalam sifat-sifat zeolit dan dengan pemahaman ini, ia seterusnya dapat meningkatkan hasil pertanian. Isi kandungan buku ini diolah dengan ayat-ayat yang mudah difahami dan dikuatkan dengan ilustrasi, gambar dan rajah supaya pembaca dapat memahami zeolit dengan lebih mendalam.

2.0. Asas Zeolit

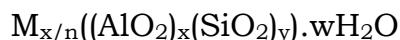
Nama zeolit atau zeolite berasal daripada nama Greek yang bermaksud batu (lite) yang mendidih (Zeo). Pada asalnya saintis mendapati apabila batu zeolit ini diletakkan dalam air, buih-buih akan muncul disekitar permukaan zeolit tersebut. Fenomena yang berlaku ini seolah-olah batu ini mendidih dalam air. Akan tetapi, ianya bukanlah fenomena penghasilan buih yang terhasil daripada pendidihan tetapi disebabkan oleh udara-udara yang terkeluar disekitar permukaan zeolit yang muncul daripada keliangan atau rongga-rongga kecil yang terdapat di batu tersebut. Keliangan ialah lubang-lubang atau rongga-rongga kecil yang ada didalam batu tersebut. Zeolit terkenal dengan sifat keliangan yang tinggi. Dengan keliangan inilah, batu zeolit boleh menyimpan udara dan apabila diletakkan dalam air, molekul-molekul air akan menggantikan tempat udara tersebut dan gelembung-gelembung udara akan terbentuk dipermukaan zeolit tersebut. Tambahan lagi, zeolit pada dasarnya mempunyai afiniti terhadap molekul-molekul air.

Zeolit adalah salah satu mineral yang terdapat di tanah gunung berapi. Ia merupakan bahan tak organik yang berbentuk kristal yang didalamnya terkandung ion-ion bercas positif (+ve) dan juga molekul-molekul air (H_2O). Ion-ion yang bercas positif ini biasanya adalah daripada kumpulan I dan II dalam Jadual berkala (Periodic table) seperti natrium (Na^+), kalium (K^+), magnesium (Mg^{2+}) dan kalsium (Ca^{2+}).



Rajah 2.1: Zeolit yang diletakkan dalam air. Kelihatan seperti buih-buih yang keluar daripada permukaan zeolit.

Kerangka zeolit terdiri daripada lingkaran tiga-dimensi yang terbentuk daripada AlO_4 (Aluminat) dan SiO_4 (Silikat) yang berhubung antara satu sama lain melalui perkongsian oksigen (O). Formula asas zeolit adalah seperti berikut:



Dimana:

M : ion-ion yang beras positif

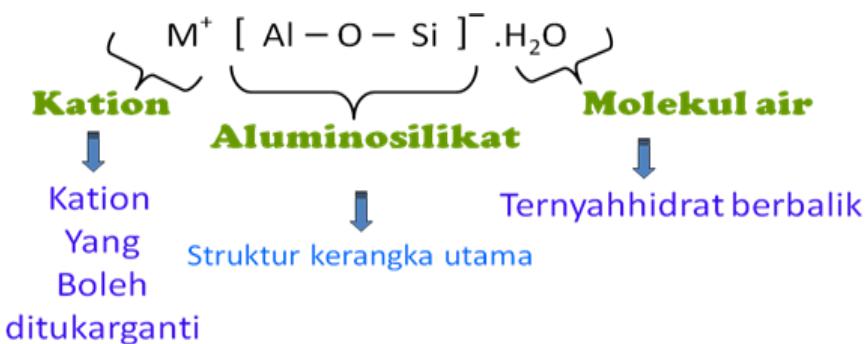
n : nombor valensi bagi ion-ion tersebut

w : nisbah antara silika dan alumina

pembahagi () : Komposisi kerangka

The table shows the periodic table with groups I and II highlighted. Group I (alkali metals) includes Hydrogen (H), Lithium (Li), Beryllium (Be), Sodium (Na), Magnesium (Mg), Potassium (K), Calcium (Ca), Rubidium (Rb), Strontium (Sr), Cesium (Cs), Barium (Ba), Francium (Fr), and Radium (Ra). Group II (alkaline earth metals) includes Scandium (Sc), Titanium (Ti), Vanadium (V), Chromium (Cr), Manganese (Mn), Iron (Fe), Cobalt (Co), Nickel (Ni), Copper (Cu), Zinc (Zn), Gallium (Ga), Germanium (Ge), Arsenic (As), Sulfur (S), Bromine (Br), and Krypton (Kr). A vertical orange box highlights the first two columns of the periodic table.

Rajah 2.2: Kedudukan logam kumpulan I dan II dalam Jadual Berkala



Rajah 2.3: Formula asas zeolit.

Rajah 2.3 menunjukkan gambaran formula asas zeolit dimana ia terdiri daripada struktur kerangka utama hasil gabungan aluminat dan silikat yang membentuk aluminosilikat (Si-O-Al). Kerangka utama ini beras negatif, jadi logam yang beras positif akan berada di kawasan kerangka utama tersebut bagi meneutralkan kerangka negatif zeolit ini. Dengan kata mudah, kation-kation yang beras positif ini akan menyeimbangkan cas negatif kerangka utama. Kation-kation ini mudah untuk ditukarganti kerana ikatan dan interaksi antara kation dan kerangka utama ialah ikatan ionik iaitu ikatan antara cas positif dan negatif. Ia dapat dikurganti dengan kation-kation yang sesuai dengan kerangka utama zeolit. Apa yang penting dalam zeolit ini ialah kerangkanya yang diasaskan daripada aluminosilikat yang beras negatif dan berbentuk kristal.

3.0. Elemen-Elemen dalam Zeolit

Kerangka zeolit adalah berasaskan SiO_2 (Silika), Al_2O_3 (alumina) dan kehadiran ion-ion bercas positif (Kation) dan juga molekul-molekul air. Setiap daripada elemen-elemen ini mempunyai fungsinya tersendiri. Jadual 3.1 menunjukkan pecahan fungsi elemen-elemen yang terkandung dalam zeolit.

Jadual 3.1: Fungsi elemen-elemen utama yang terdapat dalam zeolit.

Sumber	Fungsi
SiO_2	Unit binaan utama dalam kerangka zeolit
AlO_2	Sumber cas negatif kerangka zeolit
OH^-	Mineralizer, Molekul asing
Kation alkali	Ion-ion yang meneutralkan cas kerangka
H_2O (air)	Pelarut, molekul asing

Kerangka asas zeolit terdiri daripada silika dan alumina manakala kationnya pula boleh bertukar ganti dengan kation-kation lain. Disebabkan oleh kehadiran aluminat (AlO_2) dalam kerangka zeolit yang memberikan cas negatif kepada kerangka zeolit, kehadiran aluminat dalam sesuatu zeolit akan mempengaruhi bilangan cas negatif dan seterusnya mempengaruhi bilangan kation-kation yang hadir bagi menyeimbangkan cas negatif tersebut. Sifat-sifat ini akan diterangkan dengan lebih lanjut dalam topik

yang selanjutnya. Molekul-molekul air pula boleh disejatkan atau dinyah-sejatkan, ini bermakna zeolit boleh menyerap air dan menyimpannya didalam kerangka zeolit dan juga molekul air tersebut boleh dikeluarkan sepenuhnya daripada kerangka zeolit. Molekul air boleh disimpan dalam kerangka zeolit dan dikeluarkan daripada kerangka zeolit disebabkan oleh sifat zeolit yang mempunyai keliangan yang tinggi dan juga bersifat ionik yang mempunyai affiniti terhadap molekul-molekul air. Keadaan ini dapat diperhatikan dalam rajah 2.1 dimana molekul-molekul air masuk kedalam kerangka zeolit yang diduduki oleh udara.

Elemen utama yang terkandung dalam zeolit iaitu aluminat pada tapak silikat menyebabkan ianya bercas negatif dan juga kehadiran kation yang boleh ditukarganti dan juga kehadiran molekul air yang boleh ternyahsejat secara berbalik menjadikan zeolit satu bahan yang unik yang mempunyai sifat-sifat istimewa dan versatil. Dengan sebab itulah, zeolit dapat digunakan dalam bidang pertanian seperti sebagai bahan tambah dalam baja, bahan untuk menyingkirkan kotoran dalam air, bahan yang tambah makanan dan berbagai lagi kegunaannya yang memudahkan kita.

4.0. Jenis-Jenis Zeolit

Zeolit dapat dibahagikan kepada dua jenis yang utama iaitu; zeolit sintetik dan zeolit semulajadi. Ada juga jenis yang dipanggil zeolit sintetik semulajadi dimana zeolit semulajadi disintesiskan mengikut acuan sendiri. Zeolit sintetik ialah zeolit yang disintesis sendiri mengikut resipi atau acuan yang disediakan sendiri yang biasanya dilakukan dalam makmal. Cara untuk mensintesis zeolit sintetik ialah dengan meniru keadaan semujadi yang terdapat dikawasan tempat zeolit semujadi diperolehi. Proses untuk menghasilkan zeolit sintetik memerlukan kehadiran air dan keadaan suhu yang agak tinggi. Keadaan ini dipanggil hidroterma (air + suhu) iaitu keadaan yang wujud disekitar gunung berapi. Proses untuk menghasilkan zeolit sintetik bergantung kepada berbagai-bagai faktor dan juga jenis zeolit yang ingin dihasilkan. Antara faktor yang perlu dititikberatkan bagi mendapatkan hasil yang baik ialah komposisi bahan mentah, masa tindakbalas, kehadiran bahan asing, suhu, masa pertumbuhan kristal dan sebagainya. Apabila parameter-parameter yang ditetapkan dijaga dan diatur dengan teliti, zeolit yang berkualiti dapat dihasilkan. Zeolit sintetik yang mempunyai tahap kekristalan yang tinggi, ketulenan yang tinggi, saiz partikel yang sekata (homogenus) dan juga luas permukaan yang besar dapat dihasilkan sekiranya semua parameter semasa mensintesis zeolit dijaga dengan rapi.

Zeolit semulajadi ialah zeolit yang terhasil secara semulajadi. Proses penghasilan zeolit ini berlaku selama jutaan tahun dan proses ini sangat perlahan. Ia boleh diperolehi dengan kuantiti yang banyak terutamanya dikawasan gunung berapi atau kawasan yang mempunyai air dan juga suhu yang agak tinggi. Kebanyakan daripada zeolit yang digunakan dalam pertanian ialah zeolit semulajadi kerana ianya murah dan mudah diperolehi. Kos zeolit semulajadi jauh lebih murah daripada zeolit sintetik dan keupayaan zeolit semulajadi juga setanding dengan zeolit sintetik. Tidak seperti zeolit semulajadi, kos penghasilan zeolit sintetik sangat mahal kerana ianya melibatkan bahan mentah yang terdiri daripada bahan kimia bagi keperluan sumber kation, silika dan alumina, alatan sintesis yang diperbuat daripada bahan polimer dan juga alatan-alatan yang mahal kerana tindakbalas dalam sintesis zeolit melibatkan suhu yang agak tinggi dan larutan beralkali tinggi.

Bagi mengetahui dengan lebih lanjut berkenaan dengan proses penghasilan zeolit sintetik, penulis menyarankan untuk membaca salah satu hasil kerja penyelidikan yang dijalankan oleh penulis. Penulis pernah terlibat dalam mensintesis zeolit sintetik iaitu zeolit A, X dan Y daripad abu sekam padi sebagai sumber silika¹.

¹Alias Mohd Yusof, Nik Ahmad Nizam, Noor Aini Abdul Rashid (2010). Hydrothermal conversion of rice husk ash to faujasite-types and NaA type of zeolite. Journal of Porous Materials. 17: 39-47.

Banyak perbezaan yang wujud antara zeolit sintetik dan zeolit semulajadi. Antara perbezaan yang paling ketara ialah ketulenan zeolit tersebut. Disebabkan parameter dan bahan mentah bagi penghasilan zeolit sintetik dikawal, ketulenan zeolit sintetik adalah tinggi berbanding zeolit semulajadi. Bagi zeolit semulajadi pula, ia dihasilkan secara semulajadi dan prosesnya perlahan serta keadaan yang tidak terkawal. Dalam penghasilan zeolit semulajadi tersebut, banyak bahan-bahan asing akan berada disekitar kawasan tersebut sehingga ia mengganggu proses penghasilan zeolit yang tulen. Dalam penghasilan zeolit sintetik, apabila parameter seperti suhu dan kuantiti bahan mentah tidak dikawal dengan rapi, zeolit yang jenis lain juga akan terhasil. Contoh yang sering berlaku ialah zeolit jenis P turut terhasil semasa proses mensintesis zeolit Y terutamanya apabila jangkamasa tindakbalas yang tidak dikawal. Zeolit P ialah bahan asing yang merendahkan ketulenan zeolit Y yang hendak disintesis. Keadaan ini berlaku disebabkan oleh tindakbalas semasa proses pengkristalan. Banyak lagi faktor yang menyumbang kepada kerendahan ketulenan sesuatu zeolit. Biasanya, zeolit semulajadi mempunyai ketulenan yang rendah disebabkan oleh kehadiran silika, tanah dan juga mineral lain yang wujud disekitarnya. Jadi, apabila hendak menggunakan zeolit yang berketulenan tinggi seperti dalam proses pemangkinan, zeolit sintetik sesuai digunakan.

Daripada segi kos, zeolit sintetik adalah mahal berbanding zeolit semulajadi kerana penghasilan zeolit sintetik memerlukan bahan mentah

(bahan kimia) yang tulen seperti natrium aluminat bagi sumber aluminium dan natrium dan juga sumber silika. Alatan yang digunakan semasa proses mensintesis zeolit seperti bikar plastik, pengaduk dan pengacau, ketuhar dan lain-lain juga agak mahal untuk disediakan. Alatan dan bahan kimia yang ingin digunakan bagi menghasilkan zeolit sintetik yang mempunyai ketulenan yang tinggi perlu disediakan mengikut piawaian yang tertentu. Contohnya, dalam penyediaan larutan dan juga semasa pengacauan dibuat, penggunaan bikar gelas tidak sesuai digunakan. Ini ialah kerana larutan yang disediakan melibatkan keadaan beralkali yang tinggi kerana penggunaan garam logam alkali seperti natrium hidroksida (NaOH) atau kalium hidroksida (KOH) akan mengkakis bikar yang diperbuat daripada kaca. Bikar atau mana-mana peralatan yang berkaca akan dikakis oleh larutan beralkali kerana terdapat tindakbalas antara hidroksida dan silika dalam kaca tersebut. Apabila tindakbalas ini berlaku, ia berkemungkinan akan mempengaruhi ketulenan zeolit sintetik yang ingin disintesis. Oleh yang demikian, semasa penghasilan zeolit, peralatan kaca tidak digalakkan dan perlu menggunakan bahan berasaskan plastik atau polimer seperti Teflon atau PTFE (Polytetrafluoroethane) untuk tahan lebih lama dan tahan haba.

Satu kelebihan zeolit sintetik berbanding zeolit semulajadi ialah berkenaan dengan struktur dan sifat-sifat zeolit yang dapat dimanipulasi semasa proses sintesis. Semasa proses mensintesis, parameter-parameter yang tertentu seperti amaun bahan mentah, suhu, masa pertumbuhan dan

sebagainya dapat diubah bagi menghasilkan zeolit yang dikehendaki. Contohnya, zeolit yang mempunyai kapasiti penukaran kation (CEC) yang tinggi dapat disintesis daripada nisbah kandungan alumina dan silika bersamaan 1:1. Semasa proses sintesis tersebut juga, keliangan yang wujud dalam struktur zeolit tersebut juga dapat dikawal. Jadi, apabila zeolit yang dihasilkan mempunyai nisbah alumina dan silika yang sama (1:1) dan keliangan yang besar, zeolit ini akan mempunyai nilai CEC yang tinggi dan dengan keliangan yang tinggi, ia dapat menempatkan elemen-elemen yang besar sesuai dengan keliangan tersebut. Dengan sebab itulah, zeolit sintetik banyak digunakan dalam tindakbalas kimia terutamanya sebagai pemangkin untuk mempercepatkan tindakbalas tersebut kerana keliangan dan struktur zeolit tersebut dapat diubah mengikut bahan yang ingin digunakan dalam proses tindakbalas kimia tersebut.

Salah satu kelebihan zeolit semulajadi ialah kapasiti penukaran ion yang tinggi, ini ada kaitan dengan nisbah silika kepada alumina dan juga keliangan rangka zeolit tersebut. Disebabkan oleh proses semulajadi, zeolit semulajadi biasanya akan membentuk aggregat dimana partikel-partikel zeolit akan bergabung antara satu sama lain menghasilkan aggregat yang lebih besar dan ia akan membentuk keliangan yang besar. Dengan adanya keliangan yang besar ini, ia memberikan ruang kepada sesuatu bahan seperti bahan organik untuk berada di liang-liang tersebut secara fizikal dan dipegang oleh kerangka zeolit. Kapasiti penukaran kation bagi zeolit semulajadi adalah tinggi berbanding zeolit sintetik kerana zeolit semulajadi

mempunyai keliangan yang besar yang dapat menempatkan kation-kation yang bersaiz besar. Walaupun ketulenan dan kekristalan zeolit semujadi yang agak rendah berbanding zeolit semulajadi, ia mempunyai kelebihan lain iaitu zeolit ini boleh diperolehi dengan banyak dan murah. Dengan sebab itulah, zeolit semulajadi sesuai digunakan dalam bidang pertanian seperti bahan tambah dalam baja kerana ia diperlukan dengan banyak terutamanya dalam sektor perladangan.

5.0. Struktur Kerangka Zeolit

Bagi memahami dengan lebih mendalam lagi mengenai zeolit, lebih elok sekiranya anda cuba bayangkan zeolit tersebut berdasarkan struktur kerangka zeolit. Kerangka zeolit adalah dalam bentuk kristal berbeza dengan bahan lain yang sepadan dengannya seperti tanah liat yang berbentuk berlapis-lapis. Zeolit adalah satu bahan yang unik, ia terdiri daripada beratus-ratus jenis dan salah satu perbezaan antara jenis-jenis zeolit ini adalah kerangkanya.

Maklumat berkenaan dengan zeolit boleh diperolehi daripada laman sesawang Pertubuhan Zeolit Antarabangsa (International Zeolite Association, IZA) iaitu <http://www.iza-online.org/>. IZA ditubuhkan pada 1973 bertujuan untuk mempromosi dan menggalakkan pembangunan semua aspek berkaitan sains dan teknologi zeolit diperingkat antarabangsa. Bagi menyebarkan maklumat mengenai asas zeolit daripada segi struktur, kerangka, rujukan, penggunaan dan berbagai-bagai maklumat mengenai zeolit, IZA menyediakan pengkalan data bagi maklumat tersebut dan boleh didapatkan di <http://www.iza-structure.org/databases/>.

Terdapat bermacam-macam jenis zeolit yang wujud di alam ini. IZA telah mengkelaskan jenis zeolit ini bergantung kepada sifat-sifat yang sama tidak kira samada zeolit sintetik atau semulajadi dan diletakkan dibawah satu Kod Jenis Kerangka (Framework Type Code) yang sama. Jadual

dibawah menunjukkan Kod Jenis Kerangka yang diambil daripada laman sesawang pengkalan data IZA.

ABW	ACO	AEI	AEL	AEN	AET	AFG	AFI	AFN	AFO	AFR	AFS
AFT	AFX	AFY	AHT	ANA	APC	APD	AST	ASV	ATN	ATO	ATS
ATT	ATV	AWO	AWW	BCT	*BEA	BEC	BIK	BOG	BPH	BRE	CAN
CAS	CDO	CFI	CGF	CGS	CHA	-CHI	-CLO	CON	CZP	DAC	DDR
DFO	DFT	DOH	DON	EAB	EDI	EMT	EON	EPI	ERI	ESV	ETR
EUO	EZT	FAR	FAU	FER	FRA	GIS	GIU	GME	GON	GOO	HEU
IFR	IHW	IMF	ISV	ITE	ITH	ITW	IWR	IWW	JBW	KFI	
LAU	LEV	LIO	-LIT	LOS	LOV	LTA	LTL	LTN	MAR	MAZ	MEI
MEL	MEP	MER	MFI	MFS	MON	MOR	MOZ	MSE	MSO	MTF	MTN
MTT	MTW	MWW	NAB	NAT	NES	NON	NPO	NSI	OBW	OFF	OSI
OSO	OWE	-PAR	PAU	PHI	PON	RHO	-RON	RRO	RSN	RTE	RTH
RUT	RWR	RWY	SAO	SAS	SAT	SAV	SBE	SBS	SBT	SFE	SFF
SFG	SFH	SFN	SFO	SGT	SIV	SOD	SOS	SSY	STF	STI	STT
SZR	TER	THO	TOL	TON	TSC	TUN	UEI	UFI	UOZ	USI	UTL
VET	VFI	VNI	VSV	WEI	-WEN	YUG	ZON				

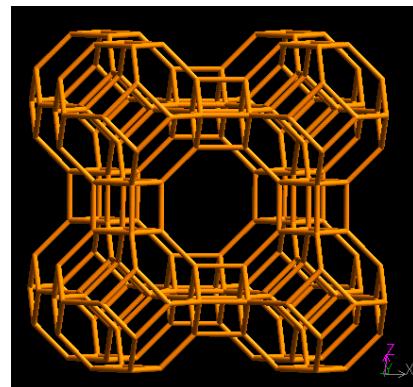
Rajah 5.1: Jadual Kod Jenis Kerangka bagi semua jenis zeolit (<http://www.iza-structure.org/databases/>).

Daripada jadual Kod Jenis Kerangka zeolit (Rajah 5.1), terdapat 176 jenis zeolit yang mempunyai struktur kerangka yang sama. Kod bagi kerangka zeolit mempunyai 3 huruf seperti FAU berasal daripada faujasite iaitu salah satu mineral semulajadi, HEU iaitu heulandite, LTA iaitu Linde Type A yang merupakan zeolit sintetik yang dijumpai oleh syarikat Linde dan sebagainya. Sebagai contoh, zeolit sintetik jenis X dan Y tergolong

dalam keluarga FAU iaitu salah satu mineral semulajadi bernama faujasit. Zeolit X dan Y mempunyai kerangka yang sama dengan mineral faujasit. Klinoptilolit iaitu zeolit semulajadi yang banyak digunakan dalam bidang pertanian adalah daripada famili HEU iaitu heulandite. Daripada jadual ini, kita boleh mengkelaskan zeolit tersebut berdasarkan kerangka yang sama dengan zeolit yang sudah pun dijumpai.

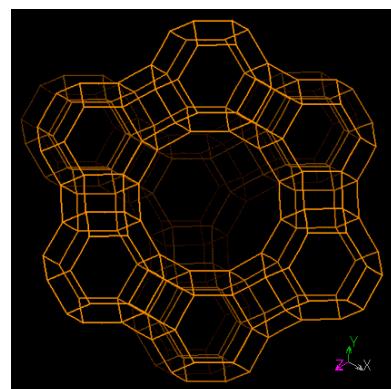
Kod kerangka zeolit ini sangat berguna kepada saintis yang ingin mengkaji sifat-sifat atau ciri-ciri zeolit samaada untuk zeolit yang dijumpainya atau yang disintesis. Ini kerana kerangka zeolit dapat memberikan maklumat mengenai sifat utamanya dan juga fungsi yang sesuai dengannya. Sebagai contoh, zeolit sintetik jenis A daripada kumpulan LTA mempunyai struktur kerangka yang kaku iaitu sambungan kerangka antara satu sama lain sangat berdekatan sehingga menyebabkan keliangan yang sangat rendah seterusnya menyukarkan ion-ion yang bersaiz besar menduduki tempat didalam kerangka zeolit tersebut. Gambar 3D kerangka zeolit A boleh diperhatikan di rajah 5.2. Dengan sebab inilah zeolit A sebenarnya tidak sesuai digunakan sebagai penukar kation untuk kegunaan pertanian kerana zeolit A tidak boleh menjerap kation-kation yang besar seperti ion ferum, calcium, kromium yang diperlukan oleh tumbuhan walaupun zeolit A mempunyai nisbah silika terhadap alumina yang paling rendah iaitu 1:1. Tambahan lagi, kandungan Al yang sama banyak dengan Si dalam kerangka zeolit akan meningkatkan kos penghasilan zeolit A kerana dalam sintesis zeolit A, banyak sumber Al perlu

digunakan. Oleh yang demikian, struktur kerangka zeolit juga perlu diambilkira dalam pemilihan zeolit bagi tujuan-tujuan tertentu.



Rajah 5.2: Kerangka Jenis LTA

Berikut merupakan contoh-contoh kerangka zeolit yang boleh diperolehi daripada laman sesawang IZA.

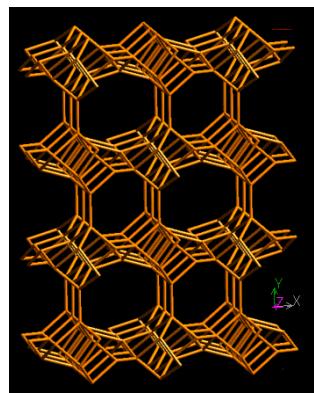


Rajah 5.3: Kerangka Jenis FAU (Structure Commission of the International Zeolite Association)

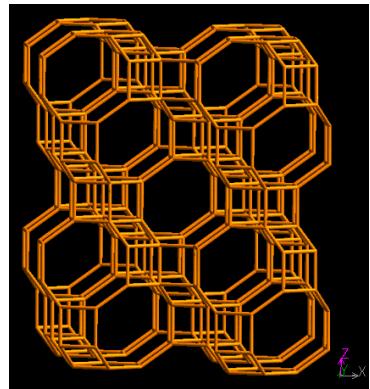
Bagi zeolit X dan Y yang berada dalam kumpulan FAU yang ditunjukkan dalam Rajah 5.3, kerangkanya menunjukkan satu ruang yang besar yang dikatakan antara yang terbesar dikalangan zeolit-zeolit yang ada. Disebabkan oleh ruangan yang besar wujud pada kerangka FAU, ia

banyak digunakan sebagai agen pemangkin dalam proses tindak balas bahan organik terutamanya dalam memisahkan hidrokarbon daripada minyak mentah. Tambahan lagi, zeolit X dan Y tergolong dalam kumpulan zeolit yang mempunyai nisbah silika terhadap alumina yang agak rendah. Ditambah pula dengan kerangka yang seumpama ini iaitu dapat menempatkan molekul-molekul yang besar, kapasiti penukaran kation bagi zeolit X dan Y juga dikatakan sangat tinggi. Zeolit jenis ini dapat menempatkan kation yang bersaiz besar yang boleh menggantikan kation yang sedia ada dalam kerangka zeolit tersebut.

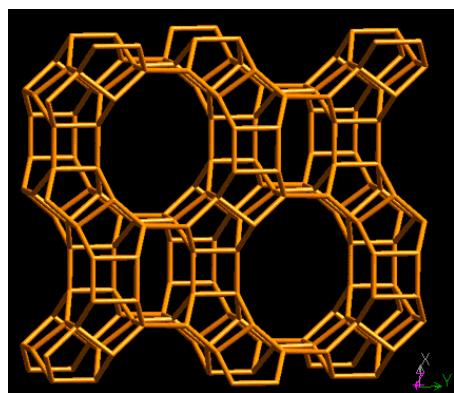
Rajah 5.4 adalah gambaran kerangka jenis HEU. Klinoptilolit yang biasanya digunakan dalam pertanian adalah tergolong dalam kerangka ini. Bagi klinoptilolit yang merupakan zeolit semulajadi, kerangka sebegini sebenarnya tidak memainkan peranan yang besar dalam aktivitinya atau kapasiti penukaran kation (CEC). Ini disebabkan oleh proses kejadiannya yang semulajadi dan banyak faktor yang mempengaruhi kejadian zeolit ini. Dalam proses semulajadi tersebut, banyak bahan asing yang akan wujud bersama-sama dengan zeolit ini dan menyebabkan kerangka asal klinoptilolit akan terganggu. Tambahan lagi, klinoptilolit semulajadi biasanya akan membentuk aggregat sesama kerangkanya sendiri sehingga membentuk keliangan yang besar yang dapat menempatkan beberapa molekul atau bahan yang bersaiz besar.



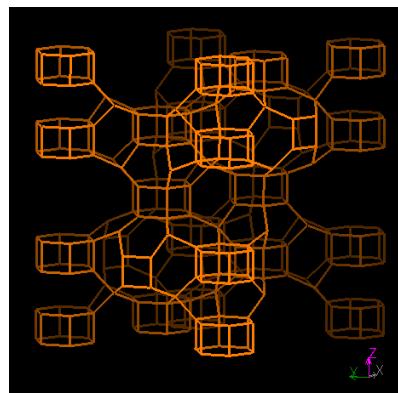
Rajah 5.4: Kerangka Jenis HEU (Structure Commission of the International Zeolite Association)



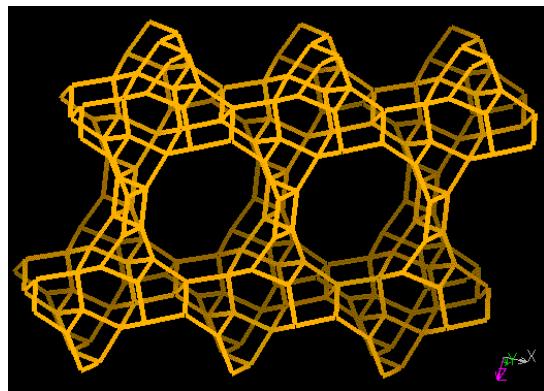
Rajah 5.5: Kerangka Jenis CHA (Structure Commission of the International Zeolite Association)



Rajah 5.6: Kerangka Jenis MOR (Structure Commission of the International Zeolite Association)



Rajah 5.7: Kerangka Jenis MSO (Structure Commission of the International Zeolite Association)



Rajah 5.8: Kerangka Jenis SFE (Structure Commission of the International Zeolite Association)

Daripada laman sesawang pengkalan data IZA, banyak lagi maklumat yang boleh diperolehi seperti:

1. Jenis/sifat-sifat/saiz dan berbagai maklumat mengenai kerangka zeolit.
2. Sumber rujukan.
3. Maklumat pencirian terutamanya apabila ingin membandingkan data XRD.

Database of Zeolite Structures

HEU	Framework Type	References	Powder Patterns	Building Schemes	Disordered Structures	Other Links			
Framework	Type Material	Related Materials	3D drawing	References	Powder Pattern	Building Schemes	PDF	Credits	Help

Framework Type HEU

Framework

Space Group:

C2/m

Cell Parameters:

$a = 17.523 \text{ \AA}$	$b = 17.644 \text{ \AA}$	$c = 7.401 \text{ \AA}$
$\alpha = 90.000^\circ$	$\beta = 116.104^\circ$	$\gamma = 90.000^\circ$
Volume = 2054.84 \AA^3		
R _{ols} = 0.0019		

Framework density (FD_{si}): $17.5 \text{ t}/1000 \text{ \AA}^3$

Topological density: $TD_{10} = 909$ $TD = 0.778254$

Ring sizes (# T-atoms): 10 8 5 4

Channel system: 2-dimensional

Maximum diameter of a sphere:

that can be included 5.97 \AA

that can diffuse along $a: 3.05 \text{ \AA}$ $b: 1.34 \text{ \AA}$ $c: 3.67 \text{ \AA}$

Secondary Building Units: 4-4-1

Composite Building Units:



bre

Coordinates:

[List \(T-atoms\)](#), [CIF \(T and O atoms\)](#)

Coordination sequences:

[List](#)

- + Vertex symbols
- + Loop configurations

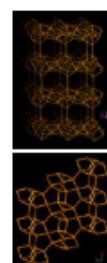
Natural tiling:

[pdf file](#)

Click on any of the Images below
to get a larger version



Viewed along [001]



Copyright © 2008 Structure Commission of the International Zeolite Association (IZA-SC)

Rajah 5.9: Contoh antara-muka laman sesawang IZA.

6.0. Sifat-sifat dan Fungsi Utama Zeolit

Disebabkan oleh kerangka zeolit yang begitu unik iaitu beras negatif, mempunyai kation yang boleh bertukar ganti dan boleh menyimpan air serta kerangkanya yang berbentuk kristal, zeolit mempunyai tiga fungsi utama iaitu sebagai:

1. Bahan pemangkin: sebagai tapak untuk tindakbalas kimia.
2. Penukar kation: Kation yang berada didalam kerangka zeolit dapat ditukarkan kepada kation-kation yang lain.
3. Bahan penjerap: disebabkan oleh luas permukaan zeolit yang tinggi, bahan-bahan asing dapat dijerapkan diatas permukaan zeolit.



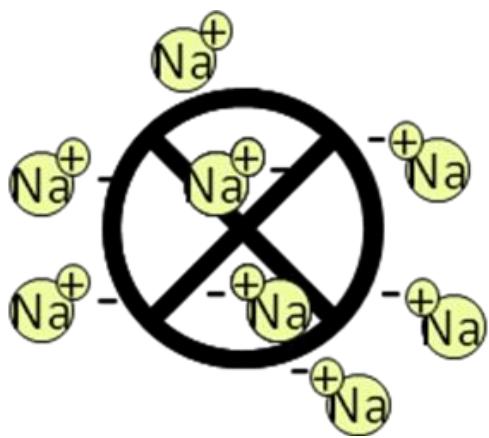
Rajah 6.1: Fungsi utama zeolit

Zeolit digunakan secara meluas dalam aktiviti pemangkinan disebabkan oleh luas permukaannya yang tinggi. Proses pemisahan

hidrokarbon daripada minyak mentah menggunakan zeolit terutamanya zeolit sintetik sebagai bahan pemangkin. Bahan pemangkin ialah satu bahan yang digunakan untuk mempercepatkan sesuatu tindakbalas. Tindakbalas akan berlaku dengan cepat sekiranya ia berlaku diatas satu permukaan yang luas dan sesuai dengan tindakbalas tersebut. Kebanyakan zeolit yang digunakan ialah daripada jenis sintetik iaitu zeolit bukan semulajadi yang disintesis sendiri. Zeolit sintetik mempunyai tahap kekristalan yang tinggi dan luas permukaan yang tinggi. Luas permukaan yang tinggi ini hasil daripada tahap kekristalan yang tinggi dan juga saiz partikel yang kecil. Penghasilan zeolit sintetik agak mahal dan banyak menggunakan bahan mentah daripada bahan kimia komersil.

Dalam bidang pertanian, fungsi zeolit yang ditekankan ialah zeolit sebagai penukar kation dan juga zeolit sebagai bahan penjerap. Zeolit terkenal sebagai penukar kation disebabkan oleh kerangka utamanya yang bercas negatif (-ve). Bahagian 2.0 dan 3.0 ada menerangkan mengenai faktor yang menyebabkan kerangka zeolit bercas negatif dan kation yang berada dikerangka tersebut boleh ditukarganti dengan kation yang lain. Keadaan ini disebabkan oleh gabungan antara silika dan alumina dalam kerangka zeolit. Apabila lingkaran silika digantikan dengan alumina, ia akan memberikan cas negatif kepada kerangka zeolit. Dengan sebab itulah, keupayaan zeolit untuk menukar kationnya kebanyakannya bergantung kepada bilangan alumina yang berada dalam kerangka zeolit. Nisbah silika kepada alumnia (Si/Al atau $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$) adalah penentu bagi kehadiran cas

negatif didalam kerangka zeolite. Nisbah Si/Al yang paling minimum ialah 1 dimana Si satu dan Al satu. Dengan sebab itulah, satu alumina yang berada didalam kerangka zeolit akan menyumbang kepada satu cas negatif dan disebabkan oleh adanya cas negatif ini, kation diperlukan untuk menstabilkan cas tersebut. Secara teorinya, semakin rendah nisbah Si/Al, semakin tinggi cas negatif kerangka zeolit dan akhirnya menyebabkan zeolit tersebut mempunyai keupayaan penukar kation yang tinggi. Akan tetapi, ianya terhad kepada nisbah Si/Al = 1.



Rajah 6.2: Illustrasi kerangka zeolit yang beras negatif dineutralkan dengan kehadiran cas kation natrium.

Akan tetapi, apabila kerangka dan jenis zeolit diambilkira, nisbah Si/Al kurang penting dalam perbandingan kaasiti penukaran kation kerana setiap zeolit mempunyai kerangka yang berbeza dan kerangka ini akan menentukan kedudukan kation-kation tersebut samaada berada dalam liang yang besar atau liang yang kecil. Jika kation-kation ini berada dalam liang yang kecil, kation yang mempunyai saiz diameter yang besar sukar

untuk bertukar dengan kation di tempat tersebut. Jadi, kerangka zeolit juga perlu diambil kira dalam kapasiti penukaran kation zeolit-zeolit ini. Sebagai contoh, zeolit jenis A (LTA) mempunyai nisbah Si/Al yang paling minimum iaitu satu dimana didalam kerangka zeolit A terdapat 1 silika yang bergabung dengan 1 alumina. Ini menjadikan zeolit A mempunyai cas negatif yang terbanyak dan secara teorinya zeolit A akan mempunyai kapasiti penukaran yang paling tinggi. Akan tetapi, disebabkan oleh faktor kerangka zeolit A yang agak kaku, ia akan menghasilkan saiz keliangan yang kecil muat untuk menempatkan atom atau molekul bersaiz kecil sahaja seperti sodium dan ammonium. Zeolit X dan Y yang merupakan jenis mineral Faujasit terkenal dengan luas keliangan yang terbesar antara zeolit-zeolit lain mempunyai nisbah Si/Al bersamaan 2 untuk zeolit X dan 3 untuk zeolit Y. Disebabkan oleh keliangan yang besar dalam kerangka zeolit X and Y, ia dapat menukar kation yang bersaiz besar kedalam zeolit tersebut dan seterusnya meningkatkan kapasiti penukaran kation zeolit tersebut.

Bagi zeolit semulajadi seperti klinoptilolit dan kabazit pula, ia mempunyai nisbah Si/Al yang lebih tinggi daripada zeolit A, X and Y tetapi kapasiti penukaran kationnya lebih kurang sama dengan zeolit X and Y disebabkan oleh faktor keliangan yang agak besar berbanding zeolit A dan juga kehadiran kation-kation lain. Oleh yang demikian, dapat disimpulkan bahawa kapasiti penukaran kation iaitu keupayaan sesuatu zeolit untuk menukar kation-kation yang menstabilkan kerangka zeolit bukan hanya

bergantung kepada nisbah Si/Al semata-mata, tetapi perlu mengambil kira luas keliangan dan juga saiz sesuatu kation yang hendak ditukarkannya. Dengan sebab inilah zeolit semulajadi sesuai digunakan dalam bidang pertanian.

Disebabkan oleh sifat zeolit yang boleh menukar kation-kationnya, ia sangat sesuai bertindak sebagai bahan tambah dalam baja dan juga sebagai penyubur tanah. Ini kerana zeolit dapat menahan kation-kation yang diperlukan dalam tanah dan seterusnya menukar dengan kation-kation lain yang diperlukan oleh tumbuhan. Sebagai contoh, ammonium (NH_4^+) adalah salah satu sumber nitrogen yang diperlukan untuk pokok. Ia adalah kandungan utama dalam baja urea. Oleh kerana ammonium beras positif, ia dapat berada dalam kerangka zeolit dan seterusnya dapat ditukarkan oleh kation-kation lain yang berada disekitarnya seperti natrium (Na^+).

Fungsi lain zeolit secara amnya ialah sebagai bahan penjerap. Penjerapan dan penyerapan ialah dua fenomena yang berbeza. Penyerapan sesuatu bahan ke dalam sesuatu bahan lain biasanya melibatkan tindakbalas kimia dan ia boleh diibaratkan seperti span yang menyerap air. Penjerapan pula ialah satu proses dimana sesuatu bahan terletak diatas satu bahan lain (bahan penjerap). Bahan yang terjerap ini tidak mengalami tindakbalas kimia akan tetapi penjerapan sesuatu bahan tersebut akan melibatkan satu atau dua tenaga yang dapat membantu penjerapan tersebut. Tambahan lagi, proses penjerapan tidak melibatkan tenaga yang

besar dan bahan yang terjerap biasanya mudah untuk digerakkan, dialihkan dan ditukarganti berbanding dalam proses penyerapan. Sebagai contoh, situasi satu padang yang dapat mengumpulkan manusia. Semakin luas padang tersebut, semakin ramai manusia dapat berkumpul dan manusia boleh beredar daripada padang tersebut dengan cara yang mudah. Begitu juga dengan zeolit, oleh kerana ia adalah bahan tak organik yang mempunyai luas permukaan yang besar, ia juga dapat menempatkan bahan-bahan lain dan memegangnya seperti memegang bahan-bahan organik dan bahan-bahan tak organik.

Sifat zeolit sebagai bahan penjerap sangat sesuai dengan fungsinya dalam bidang pertanian. Ini kerana sebagai bahan penjerap, ia berkeupayaan untuk menjerap bahan-bahan yang penting dalam tanaman seperti urea yang terdiri daripada bahan-bahan organik dan seterusnya memegang bahan tersebut. Bahan yang telah terjerap pada kerangka zeolit akan dikeluarkan sekiranya ada kuasa yang menarik keluar bahan tersebut seperti kehadiran molekul-molekul air yang banyak atau bahan-bahan yang lain yang tidak diperlukan oleh tumbuhan.

Selain daripada ketiga-tiga sifat utama zeolit yang dibincangkan iaitu sebagai pemangkin, penukar kation dan bahan penjerap, ada juga sifat-sifat lain yang memberikan kelebihan kepada zeolit dan menjadikan ianya unik berbanding bahan-bahan tak organik yang lain. Komposisi elemen yang terkandung dalam zeolit sama dengan tanah liat tetapi berbeza

dari pada sifat fizikal dan kimianya. Struktur tanah liat berlapis-lapis manakala bagi zeolit, strukturnya berbentuk kristal. Disebabkan struktur inilah tanah liat biasanya akan mengembang apabila ia dipenuhi dengan molekul air. Apabila tanah liat ini dipenui dengan air, ia tidak dapat membenarkan molekul air untuk menembusinya. Dengan sebab itulah, tanah liat tidak digunakan dalam bekas penapis air dalam proses pembersihan air dan juga sebagai penjerap. Tidak seperti tanah liat, zeolit sesuai digunakan sebagai bahan penjerap dan sesuai digunakan sebagai bahan penapis air kerana bentuknya yang kristal dan ia tidak mengembang apabila dipenuhi dengan air. Apabila air dilalukan dalam serbuk zeolit, air tersebut akan lalu diantara kristal-kristal zeolit seterusnya dapat menembusi serbuk zeolit tersebut.

Kelebihan lain zeolit yang ditemui pada masa kini ialah kegunaan yang sesuai dalam bidang bioteknologi. Zeolit sesuai dijadikan sebagai bahan penyokong atau bahan pembawa bagi bahan biologi seperti protin, karbohidrat, mikroorganisma dan lain lain berbanding bahan organik seperti selulosa, agarosa dan lain-lain. Zeolit juga dianggap murah berbanding bahan-bahan organik ini.

Tambahan lagi, zeolit adalah bahan yang lengai dan stabil yang tidak berubah apabila dikenakan air (tidak larut dalam air), dikenakan suhu yang berbeza (tinggi dan rendah), dikenakan larutan berasid atau beralkali (Tidak terlalu berasid dan beralkali), didedahkan dibawah matahari, dikenakan

tekanan yang tinggi, diletakkan dalam pelarut organik, tidak bertindakbalas dengan bahan-bahan biologi seperti tidak berlaku biodegradasi, tiada respon terhadap bakteria dan berbagai-bagai lagi keadaan lain. Keadaan zeolit yang lengai dan stabil inilah yang memberikan kelebihan kepada zeolit dalam berbagai-bagai kegunaan. Tambahan lagi, dengan adanya sifat ini, zeolit dapat digunakan berulangkali selepas digunakan.

7.0. Pencirian Zeolit

Zeolit ialah satu bahan mineral tak organik yang boleh disintesis sendiri atau diperolehi secara semulajadi. Oleh yang demikian, kaedah pencirian zeolit sama seperti pencirian bahan tak organik atau bahan mineral lain. Kepentingan menjalankan pencirian terhadap zeolit ini ialah untuk:

- Mengenalpasti jenis zeolit dalam sampel.
- Mengetahui kehadiran bendasing yang terkandung dalam sampel.
- Mendapatkan maklumat elemen yang terkandung dalam sampel.
- Memahami dan mengetahui dengan lebih mendalam sifat-sifat sebenar zeolit.
- Perbandingan dengan zeolit-zeolit yang lain

Pada masa kini, pencirian zeolit banyak dibuat menggunakan instrumen-instrumen saintifik kerana ia akan memberikan maklumat sehingga ke tahap molekul bahan tersebut. Antara pencirian yang penting dan berkait dengan penggunaan zeolit dalam pertanian ialah berkaitan dengan:

- Analisis struktur
 - Instrumen XRD (X-Ray diffraction) - Penyerakan Sinar-X
 - Instrumen FTIR (Fourier Transform-Infrared Spectroscopy)
 - Spektroskopi inframerah
- Analisis morfologi

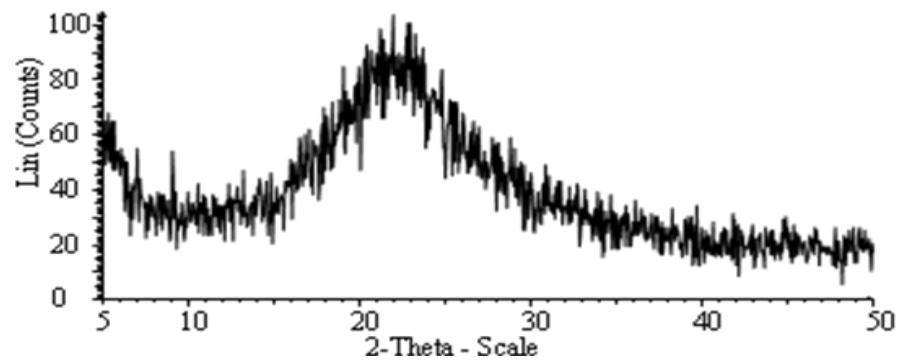
- SEM (Scanning Electron Microscopy) – Mikroskop Imbasan Elektron
- Analisis elemen
 - XRF (X-Ray Flouresence) – Sinar X berpendarflour
 - EDX (Energy Dispersive X-Ray) - Sinar-X Sebaran Tenaga
 - Analisis elemen selepas penguraian zeolit dalam bentuk larutan
 - Flame photometer – Fotometer Api
 - AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer) – Spektrofotometer penyerapan atom
 - ICP-MS (Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry) – Plasma Gandingan Induktif-Spektrometri Jisim
- Sifat-sifat fizikokimia
 - Nisbah Si/Al
 - Kapasiti Penukaran Kation (CEC, Cation Exchange Capacity)

XRD

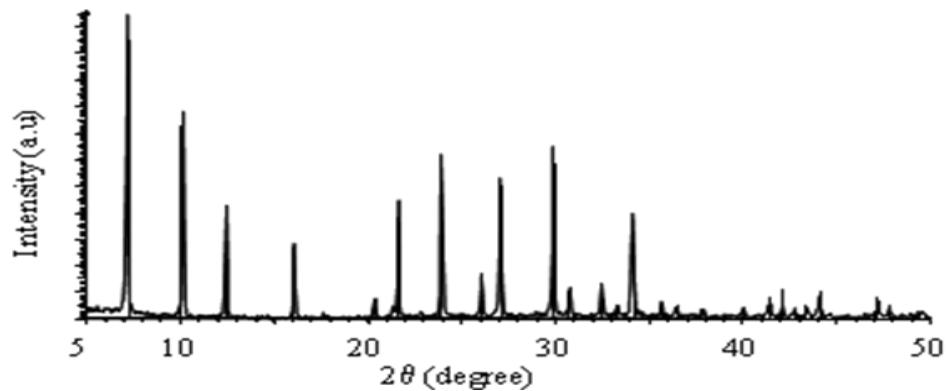
Teknik Penyerakan sinar-X atau lebih dikenali sebagai XRD (X-Ray Diffraction) adalah satu teknik yang paling utama dalam pengenalpastian jenis sesuatu zeolit dalam sesuatu sampel samaada sampel tersebut disintesis atau diperolehi secara semulajadi. XRD ibarat cap jari kepada

setiap zeolit kerana setiap bahan kristal mempunyai bacaan yang spesifik kepada bahan tersebut yang akan dihasilkan oleh data XRD. Setiap bahan berkristal akan mempunyai data XRD yang telah ditetapkan kerana ianya bergantung kepada penyerakan sinar-X oleh setiap sudut yang ada dalam bahan yang dikaji.

Salah satu kegunaan utama XRD ialah pengenalpastian fasa yang wujud dalam sesuatu sampel samaada ianya amorfus ataupun berbentuk kristal. Amorfus ialah keadaan satu bahan yang tidak sekata, tiada bentuk yang spesifik dan berlawanan dengan bentuk kristal. Manakala bahan yang berkristal ialah sesuatu bahan yang berkeadaan kristal yang mempunyai bentuk-bentuk tertentu dan saiz kristal tersebut tidak semestinya besar yang boleh nampak dengan menggunakan mata kasar kita. Ada juga bahan yang berbentuk serbuk halus tapi apabila dilihat menggunakan mikroskop berkuasa tinggi, ianya berbentuk kristal. Rajah 7.1 menunjukkan perbezaan data XRD yang dihasilkan bagi sampel yang berbentuk amorfus dan juga berbentuk kristal.



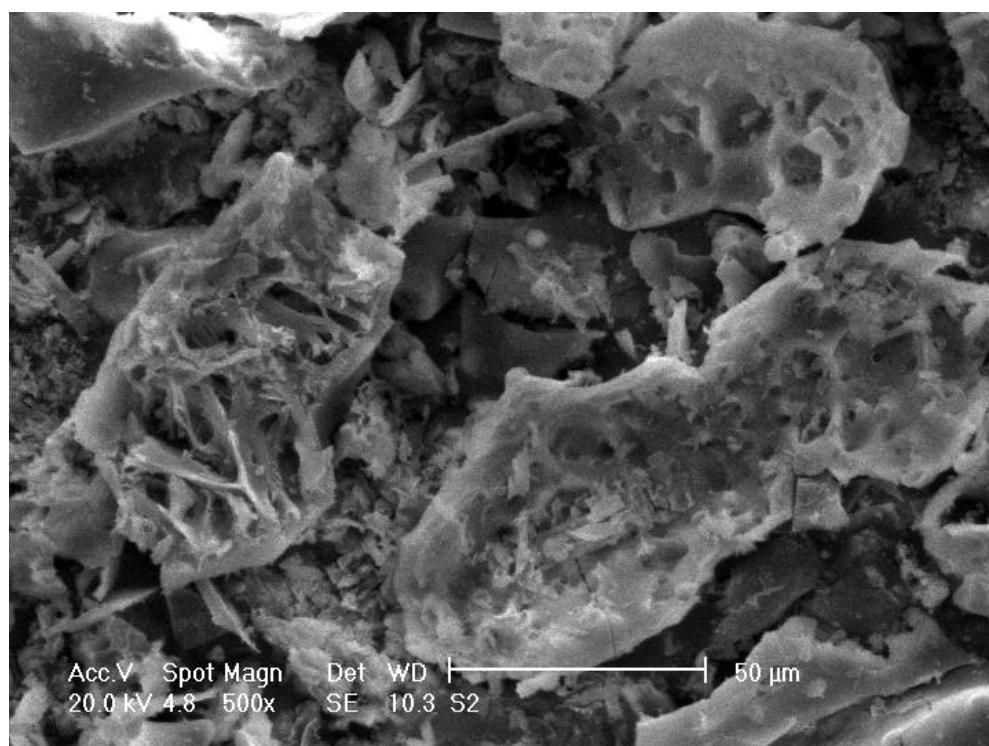
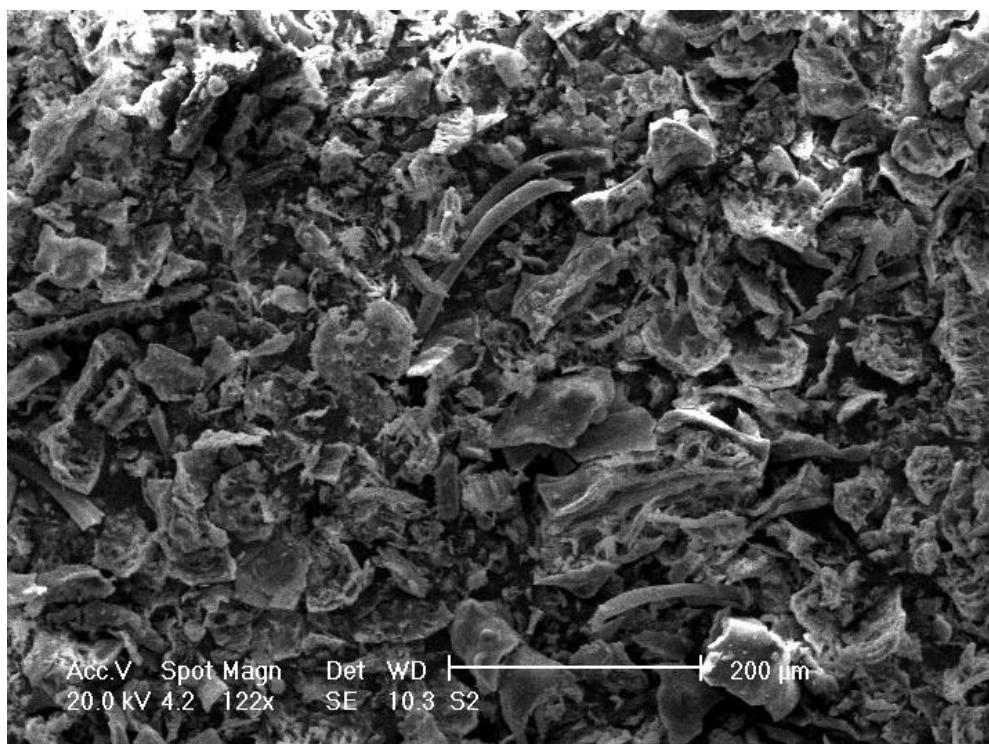
(a)



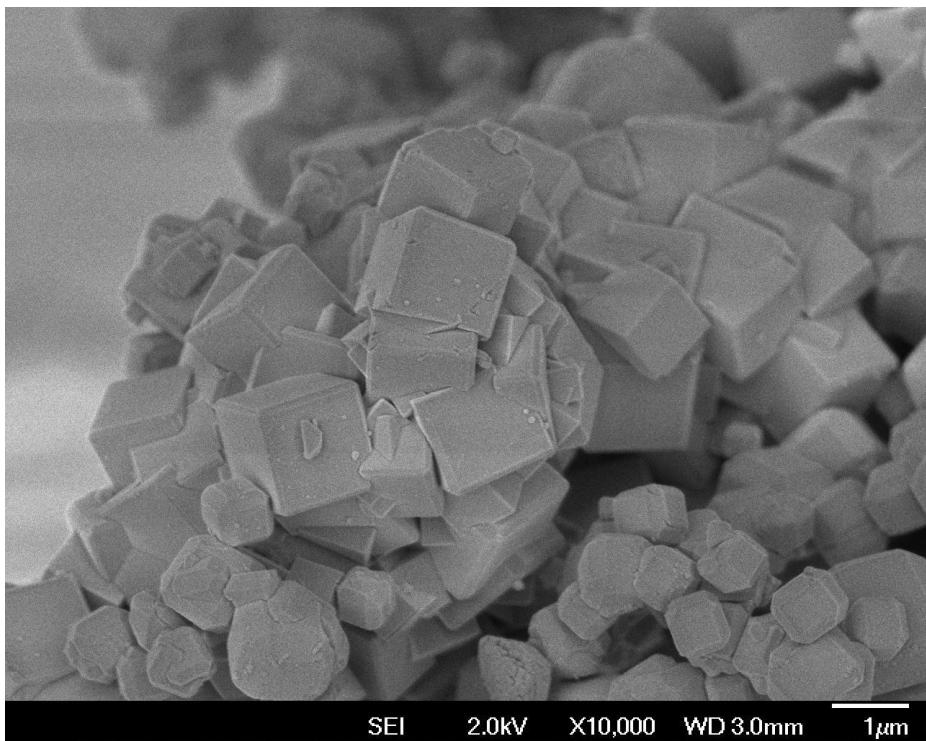
(b)

Rajah 7.1. Spektrum XRD bagi bahan yang berkeadaan amorfus (a) dan berbentuk kristal (b).

Bagi memahami perbezaan antara bahan amorfus dan kristal, Rajah 7.2 dan 7.3 memberikan imej bahan (a) dan bahan (b) masing-masing, yang diambil daripada mikroskop berkuasa tinggi.



Rajah 7.2. Contoh imej bahan amorfus - bahan (a)'



Rajah 7.3. Contoh imej bahan berkristal – bahan (b)

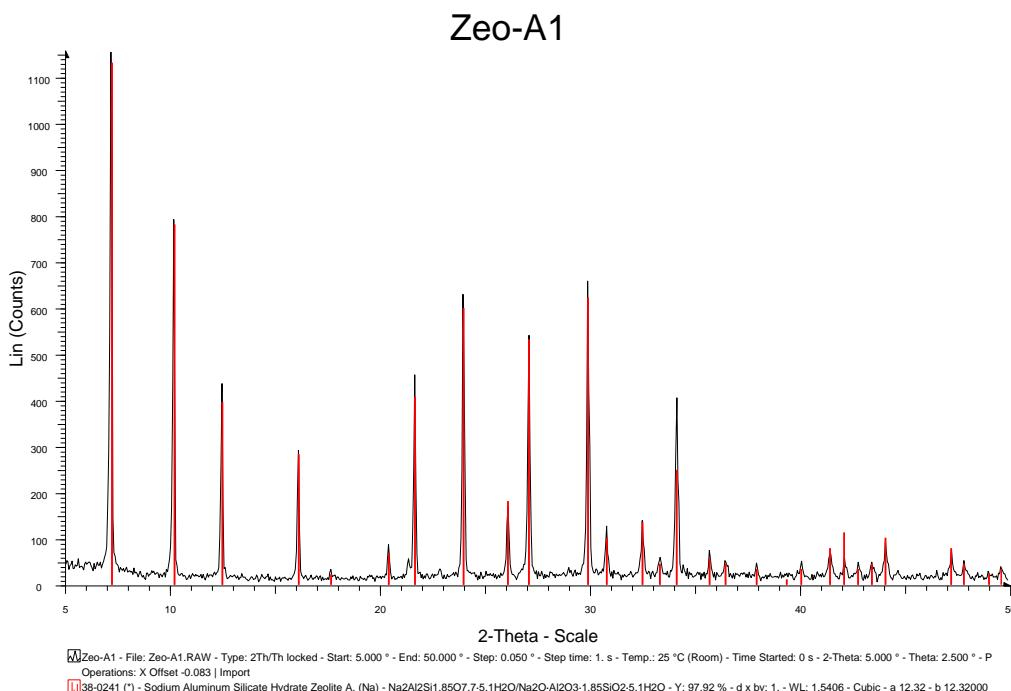
Sekiranya sesuatu bahan itu berbentuk amorfus (Rajah 7.1(a)), spektrum XRD akan menunjukkan diffraktogram yang berbentuk kebisingan (noise) iaitu tiada puncak-puncak tertentu seperti yang ditunjukkan dalam Rajah 7.1 (b) dimana bagi bahan berbentuk kristal seperti zeolit (Rajah 7.3), data XRD akan menunjukkan puncak-puncak yang tertentu berbeza dengan XRD daripada bahan amorfus. Dalam contoh yang diberikan, sampel amorfus dalam rajah 7.2 merupakan abu sekam padi yang dihasilkan daripada pembakaran sekam padi pada suhu dibawah 600 °C. Abu sekam padi ini mempunyai kandungan silika yang sangat tinggi dan ianya berbentuk amorfus. Sekiranya sekam padi dibakar pada suhu tinggi melebihi 1000 °C, bentuk silika adalah kristal. Silika yang dihasilkan ini adalah salah satu sumber silika dalam proses mensintesis

zeolit sintetik. Oleh yang demikian, salah satu cara untuk mengenalpasti samaada zeolit yang disintesis daripada abu sekam padi berjaya dihasilkan, XRD dapat membuktikan kejayaan penghasilan zeolit tersebut. Dalam proses mensintesis zeolit, sumber silika pada asalnya berbentuk amorfus bertukar kepada bentuk kristal dan ianya dapat dilihat daripada XRD dimana diffraktogram akan berubah daripada diffraktogram yang tiada puncak spesifik (Rajah 7.1(a)) kepada diffraktogram yang mempunyai puncak spesifik (Rajah 7.1(b)).

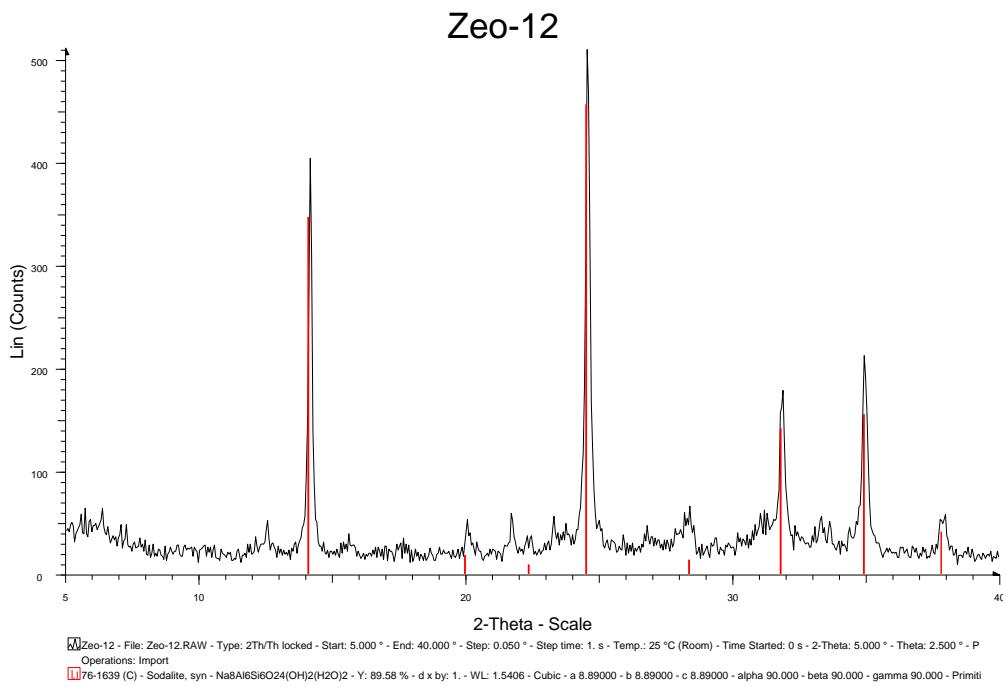
Data yang akan diberikan daripada XRD berupa diffraktogram dimana ia akan memberikan puncak-puncak pada bacaan tertentu. Rajah 7.1 (b) menunjukkan data yang dikeluarkan daripada XRD. Bagi memahami dengan lebih mendalam cara untuk menginterpretasi atau membaca data yang dikeluarkan oleh XRD, seseorang itu perlu mempunyai ilmu fizik bahan iaitu ilmu berkaitan dengan sifat-sifat sesuatu bahan dan juga kimia keadaan pepejal iaitu ilmu yang berkaitan dengan sifat-sifat kimia sesuatu pepejal. Akan tetapi, penjelasan disini hanya berkisar mengenai cara penentuan sesuatu bahan daripada XRD dengan memadankannya dengan data XRD zeolit yang sudah difailkan dan disahkan kewujudannya secara global oleh saintis-saintis diperingkat antarabangsa.

Dalam kebanyakan instrumen XRD, ia telah dilengkapi dengan sistem yang membolehkan kita memadankan data XRD yang terhasil daripada sampel kita dengan data XRD yang sudah pun wujud sebelum ini dan

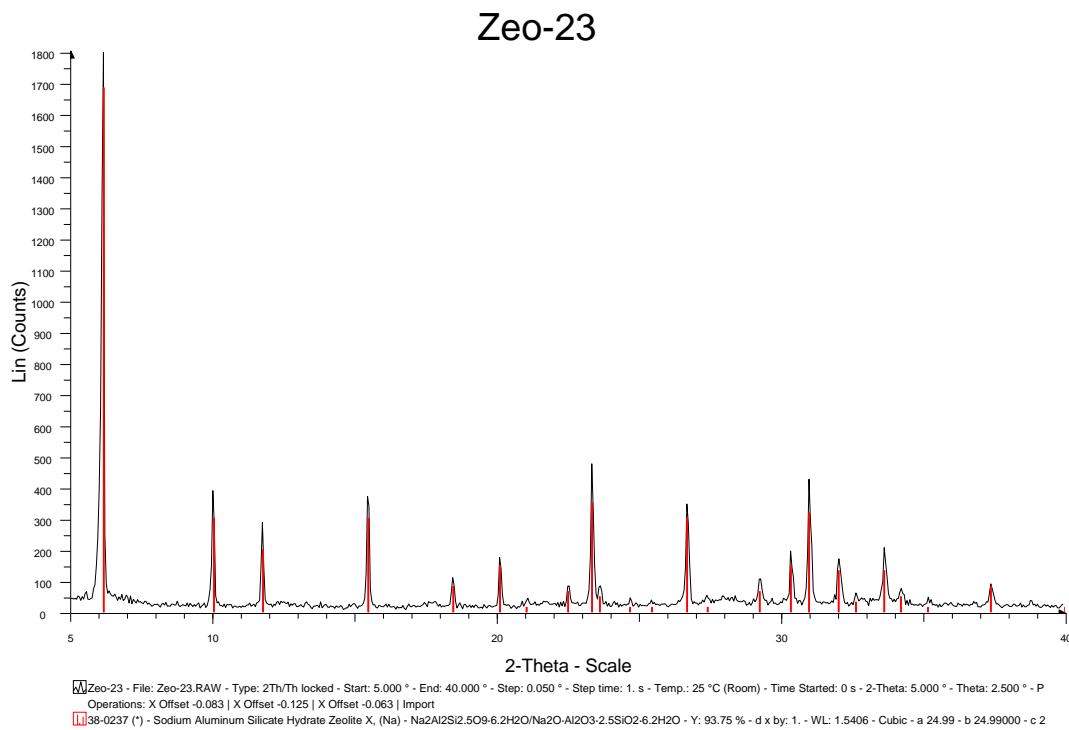
diiktiraf oleh ahli fizik dan kimia seluruh dunia. Padanan ini boleh didapati daripada Fail Penyerakan Serbuk (Powder Diffraction File, PDF). Data yang ada dalam PDF ini sangat membantu dalam pengenalpastian zeolit kerana iaanya mudah dan cepat digunakan berbanding padanan yang dilakukan secara manual. Seperti dikatakan pada awal seksyen ini dimana setiap bahan kristal mempunyai data XRD yang spesifik dan tertentu kepada bahan tersebut, jadi padanan dengan data yang sudah wujud berdasarkan fakta atau kajian yang telah dijalankan terhadap sesuatu bahan tersebut juga dapat dibuat bagi pengenalpastian jenis zeolit. Rajah 7.4 hingga Rajah 7.7 menunjukkan contoh diffraktogram bagi zeolit sintetik yang dipadankan dengan puncak-puncak diffraktogram daripada Fail Penyerakan Serbuk (PDF).



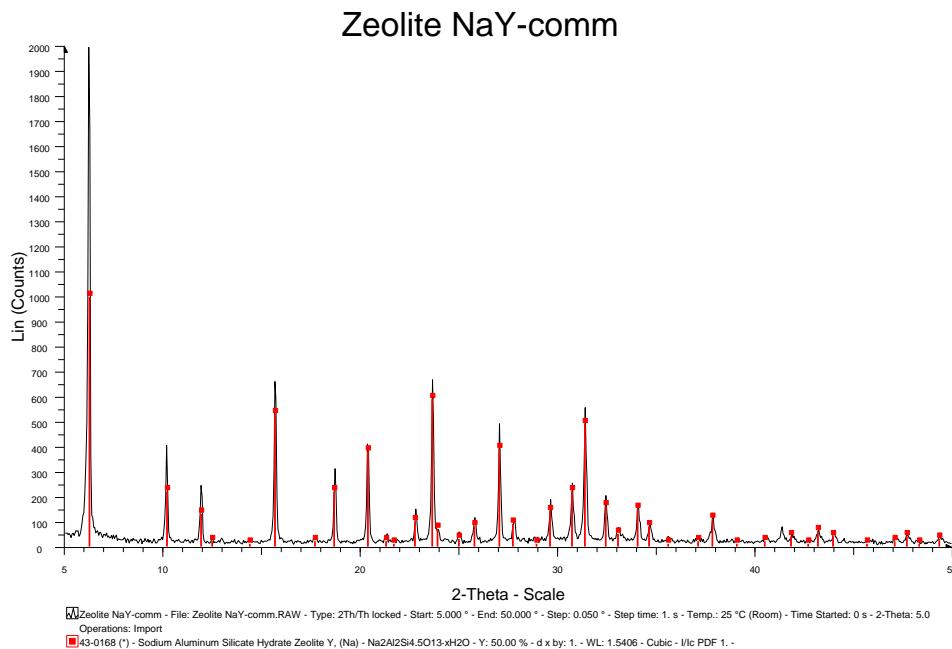
Rajah 7.4. Diffraktogram yang dipadankan dengan zeolit A daripada PDF.



Rajah 7.5. Diffraktogram yang dipadankan dengan zeolit Sodalit



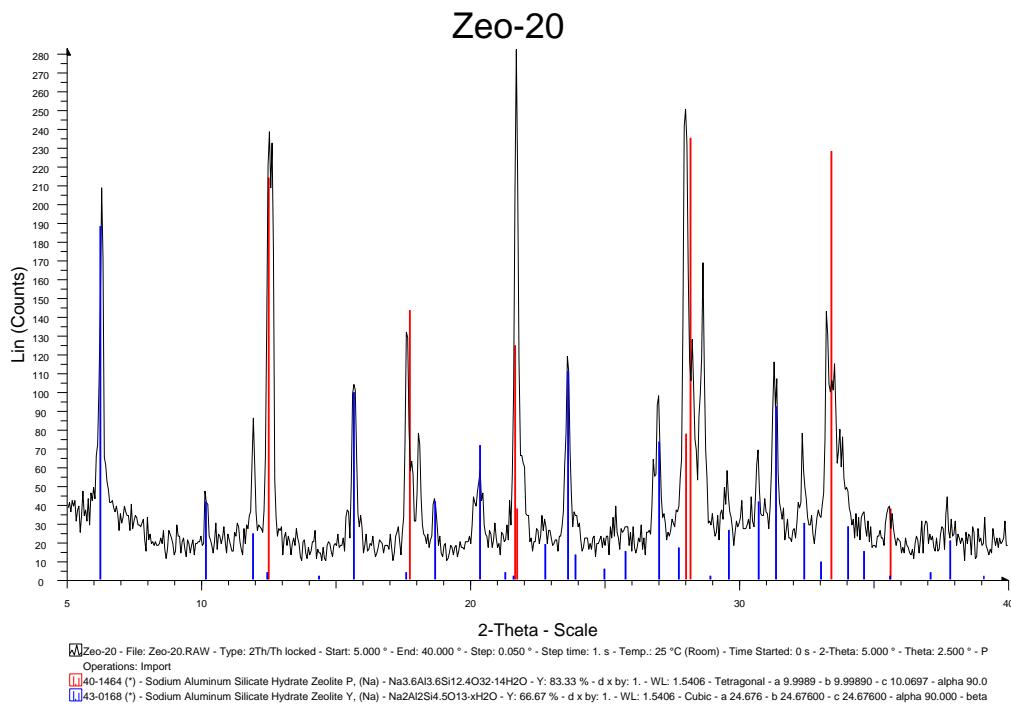
Rajah 7.6. Diffraktogram yang dipadankan dengan zeolit X



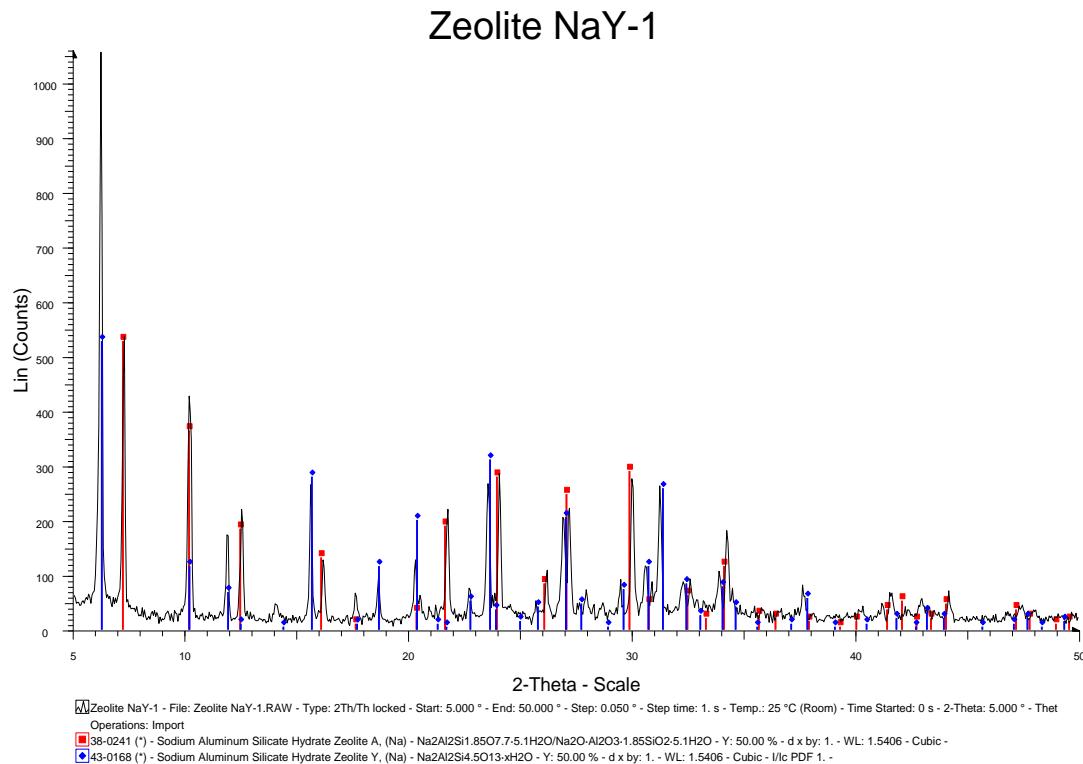
Rajah 7.7. Diffraktogram yang dipadankan dengan zeolit Y

Rajah 7.4 hingga 7.7 menunjukkan sampel yang disintesis mempunyai ketulenan zeolit yang sangat tinggi kerana semua puncak-puncak berpadananan dengan diffraktogram daripada PDF. Puncak-puncak ini akan menunjukkan jenis zeolit yang terkandung dalam sampel yang diambil samaada disintesis sendiri atau diperolehi secara semuljadi.

Salah satu kegunaan XRD yang lain ialah mengenalpasti bahan lain yang terdapat dalam sesuatu sampel. Sebagai contoh, XRD dapat mengenalpasti 2 fasa zeolit yang wujud dalam sesuatu sampel yang disintesis. Rajah 7.8 dan 7.9 menunjukkan diffraktogram bagi sampel yang mempunyai 2 fasa berbeza.



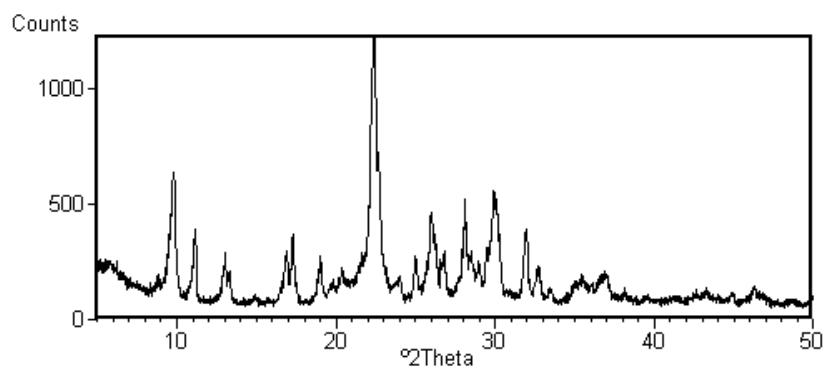
Rajah 7.8. Diffraktogram bagi sampel yang mengandungi zeolit Y dan P.



Rajah 7.9: Diffraktogram bagi sampel yang mengandungi zeolit Y dan A.

Bagi Rajah 7.8, sampel zeolit yang dihasilkan mempunyai 2 fasa berbeza iaitu zeolit Y dan zeolit P manakala bagi Rajah 7.9, sampel mengandungi fasa zeolit Y dan juga zeolit A. Keadaan ini biasanya berlaku dalam sampel zeolit yang disintesis sendiri dan juga apabila terdapat dua fasa zeolit yang berbeza berada dikawasan perlombongan yang sama. Zeolit berketulenan tinggi sukar disintesis dan diperolehi kerana proses penghasilannya melibatkan proses pertumbuhan hablur kristal. Proses ini biasanya di pengaruhi oleh banyak faktor-faktor yang tidak dijangka. Sebagai contoh, apabila masa proses pertumbuhan hablur yang singkat, zeolit fasa lain akan tumbuh manakala bagi proses pertumbuhan hablur yang agak lama, fasa zeolit yang lain akan terbentuk. Dengan sebab itulah, XRD adalah sesuai digunakan bagi memastikan ketulenan zeolit dalam sesuatu sampel kerana ia akan memberikan maklumat jenis zeolit yang wujud dalam sampel yang ingin dicirikan.

Selain daripada kaedah padanan dengan PDF, pengenalpastian zeolit juga boleh dilakukan dengan memadankan maklumat puncak-puncak XRD daripada sampel dengan maklumat yang wujud dalam PDF. Berikut merupakan contoh bagaimana data XRD daripada zeolit klinoptilolit, mordenit dan kabazit (zeolit semulajadi) dipadankan dengan data yang diambil daripada data lepas yang berkaitan.

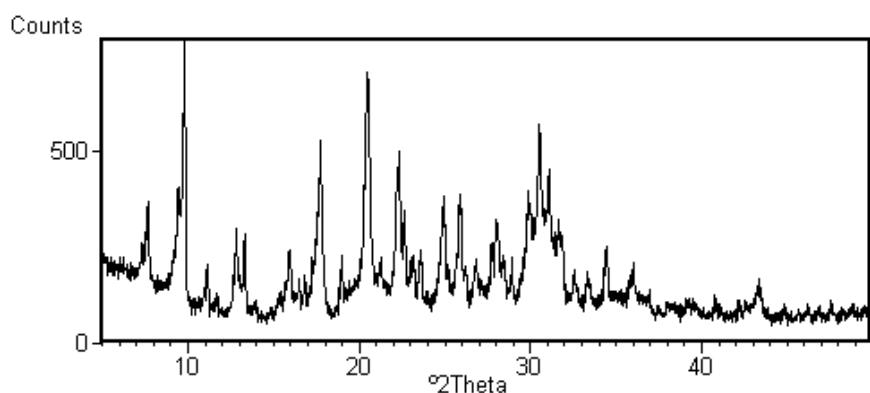


Rajah 7.10: XRD klinoptilolit

Jadual 7.1: Data XRD sampel yang dipadankan dengan data XRD rujukan

Rujukan* 2θ (°)	Sampel 2θ (°)	Rujukan* 2θ (°)	Sampel 2θ (°)
9.88	9.78	26.88	26.82
11.19	11.14	28.15	28.11
12.94	13.02	28.60	28.46
13.35	13.28	29.00	28.99
14.94	14.89	29.51	29.50
16.40	16.89	30.05	30.09
17.36	17.30	32.01	31.93
19.10	19.02	32.66	32.70
20.40	20.39	33.51	33.42
22.36	22.39	35.13	34.95
22.71	22.66	35.44	35.45
23.98	23.99	37.02	36.94
25.05	25.00	38.09	38.13
26.04	26.00	39.59	39.49
26.29	26.30	42.66	42.64

*Rujukan: Koyama, K. and Takeuchi, Y. (1977) Z. Kristallogr. 145: 216-239.

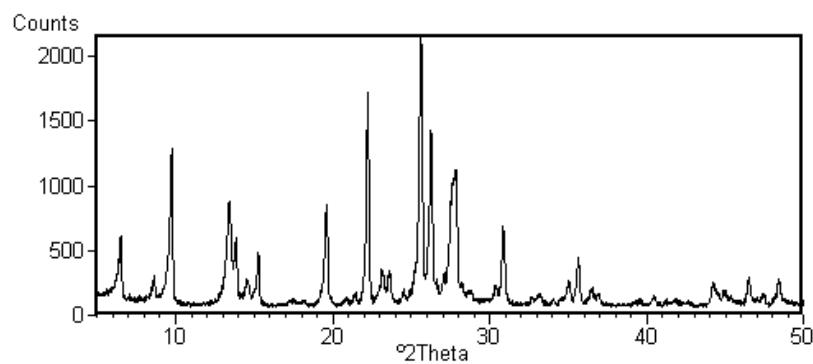


Rajah 7.11: XRD kabazit

Jadual 7.2: Data XRD sampel yang dipadankan dengan data XRD rujukan

Rujukan*, 2θ (°)	Sampel, 2θ (°)	Rujukan*, 2θ (°)	Sampel, 2θ (°)
9.4	9.45	29.32	29.875
12.79	12.815	30.38	30.535
13.81	13.29	31.31	31.65
15.9	15.96	32.11	32.56
17.53	17.735	33.1	33.325
18.87	18.96	34.69	34.42
20.45	20.515	35.66	35.99
22.24	22.3	38.27	38.255
22.86	22.625	39.04	39.265
24.61	24.925	42.29	42.195
25.74	25.905	43.7	43.34
27.83	28.03	44.45	44.795
28.46	28.415	46.43	46.18

*Rujukan: Calligaris, M., Nardin, G. and Randaccio, L. (1983) Zeolites. 3:205-208.



Rajah 7.12: XRD mordenit

Jadual 7.3: Data XRD 2θ ($^{\circ}$) sampel yang dipadankan dengan data XRD rujukan

Rujukan*	Sampel	Rujukan*	Sampel
9.77	9.45	28.28	28.03
13.04	12.815	28.66	28.415
13.45	13.29	28.85	28.895
13.83	13.925	29.43	29.875
15.3	15.355	30.34	30.535
17.28	17.225	31.08	31.08
17.59	17.735	32.65	32.56
18.19	18.96	33.15	33.325
20.95	20.515	34.65	34.42
21.45	21.215	35.61	35.99
22.2	22.195	37	36.925
22.92	22.625	38.22	38.255
23.16	23.17	38.24	39.265
23.64	23.575	40.4	40.77

*Rujukan: Gramlich, V. (1971). PhD dissertation, ETH, Zurich.

Secara ringkasnya, ada beberapa keputusan yang boleh diperolehi daripada pencirian menggunakan XRD iaitu:

- ✓ Pengenalpastian jenis zeolit
- ✓ Pengenalpastian fasa atau bahan asing didalam sampel zeolit
- ✓ Mengetahui ketulenan sampel zeolit
- ✓ Mengetahui tahap kekristalan zeolit

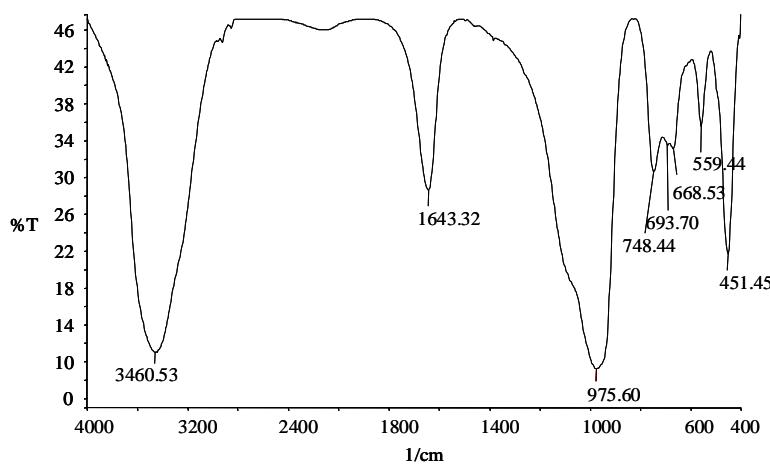
Penerangan yang diberikan mengenai XRD disini adalah sebahagian daripada penggunaan XRD dalam pengenalpastian struktur zeolit atau kehadiran bahan dan fasa lain dalam sampel yang ingin dicirikan. Terdapat berbagai-bagi lagi kaedah yang boleh diaplikasi melalui penggunaan XRD ini yang boleh memberikan maklumat yang lebih terperinci mengenai zeolit. Akan tetapi, aplikasi kaedah tersebut memerlukan pemahaman secara saintifik yang mendalam kerana ianya melibatkan kaedah kimia dan juga kaedah fizik. Terdapat juga kaedah lain untuk pengenalpastian struktur zeolit iaitu dengan menggunakan kaedah spektroskopi inframerah (FTIR).

FTIR

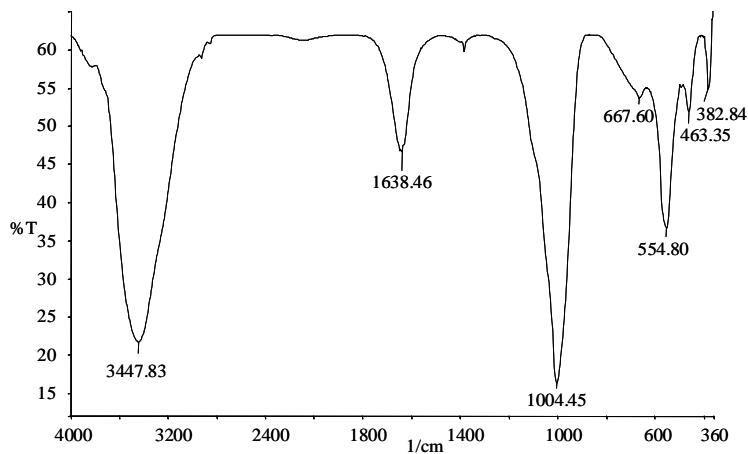
Kaedah lain yang digunakan untuk mengkaji struktur zeolit ialah dengan menggunakan kaedah spektroskopi inframerah atau Fourier Transform-Infrared Spectroscopy (FTIR). Kaedah ini melibatkan tenaga daripada cahaya inframerah yang dikenakan keatas sampel dan mengakibatkan ikatan molekul yang membentuk kerangka zeolit terutamanya ikatan Si-O-Si dan Si-O-Al bergetar. Daripada getaran yang

terhasil, ia akan memberikan sejumlah tenaga dan seterusnya memberikan data dalam bentuk spektrum inframerah (IR spectrum). Saintis akan mentafsirkan inframerah berdasarkan carta kolerasi yang disediakan. Sebenarnya, kaedah IR ini banyak digunakan dalam pengenalpastian bahan organik seperti bahan yang berasaskan petroleum contohnya metana, heksana atau aseton atau bahan berasaskan pokok seperti ubat-ubatan, herba dan lain-lain. Bahan organik mempunyai banyak ikatan yang aktif pada cahaya inframerah terutamanya ikatan daripada kumpulan berfungsi seperti O-H, N-H, C-H, C=O dan lain-lain. Bagi bahan tak organik pula seperti zeolit yang hanya mempunyai Si-O-Si dan Si-O-Al, ia akan hanya memberikan maklumat berkenaan dengan dua ikatan ini sahaja.

Walaubagaimanapun, kaedah FTIR sangat berguna apabila digabungkan dengan data XRD dan juga bagi pengenalpastian bahan lain terutamanya bahan organik yang ada pada sampel tersebut. Contoh spektrum FTIR bagi sampel zeolit adalah seperti rajah 7.13 dan 7.14.



Rajah 7.13: Spektrum FTIR bagi zeolit sintetik X.



Rajah 7.14: Spektrum FTIR bagi zeolit sintetik A.

Spektrum FTIR mempunyai 2 paksi asas iaitu peratusan penghantaran (%Transmission) pada paksi X (menegak) dan nombor gelombang pada paksi Y (mendatar). Dalam spektrum FTIR, kawasan dibawah nombor gelombang 1400 cm^{-1} perlu dilihat dan diambil perhatian dalam pengenalpastian zeolit. Ini kerana, kawasan tersebut memberikan maklumat struktur setiap bahan dan ianya seperti cap jari kepada setiap bahan yang dikaji. Bagi sampel zeolit, puncak yang wujud sekitar 1000 cm^{-1} merupakan puncak yang mewakili ikatan Si-O-Al dan Si-O-Si. Ia menunjukkan puncak yang tajam dan kuat kerana tenaga yang dilepaskan daripada getaran tak simetri ikatan ini sangat besar berbanding jenis getaran yang lain. Bagi mereka yang bukan ahli kimia, amat sukar untuk menganalisis FTIR spektrum ini kerana ia melibatkan pemahaman sehingga ke tahap molekul dan atom dan mod getarannya terhadap cahaya inframerah.

Akan tetapi, FTIR spektrum bagi zeolit mudah dianalisis sekiranya ia digabungkan dengan data XRD kerana FTIR tidak boleh memberikan maklumat secara terperinci dan spesifik mengenai struktur zeolit yang dicirikan yang berbeza dengan XRD. Walaubagaimanapun, saintis telah mengenalpasti puncak-puncak yang ada pada FTIR spektrum khas untuk zeolit. Data-data puncak tersebut diklasifikasikan mengikut jenis ikatan dan getaran yang wujud dalam kerangka zeolit tersebut.

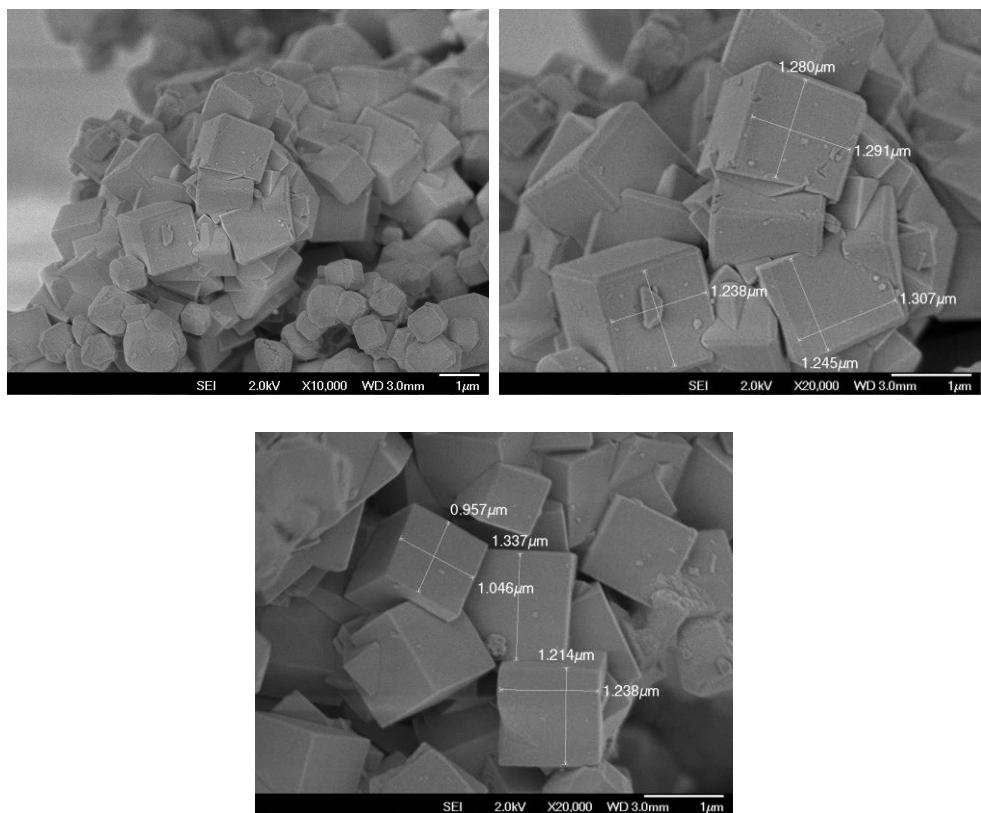
Jadual 7.4: Data bagi puncak yang wujud dalam spektrum FTIR untuk sampel zeolit (Jentys and Lercher, 2001).

Kerangka dalaman	Mod getaran
1200 – 1000 cm ⁻¹	Regangan tak simetri bagi ikatan Si-O-T
700 – 850 cm ⁻¹	Regangan simetri bagi ikatan Si-O-T
600 – 400 cm ⁻¹	Bengkokan T-O
Kerangka luaran	(Structure sensitive vibrations)
650 – 500 cm ⁻¹	Getaran Double ring
420 – 300 cm ⁻¹	Getaran bukaan keliangan
1150 – 1050 cm ⁻¹	Regangan tak simetri bagi Si-O-T
820 – 750 cm ⁻¹	Regangan simteri bagi Si-O-T

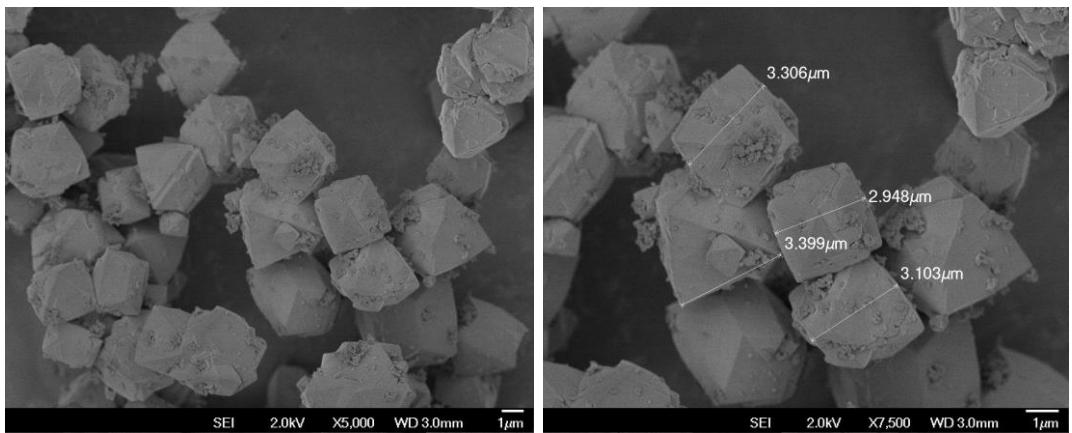
T = Si, Al

Morfologi

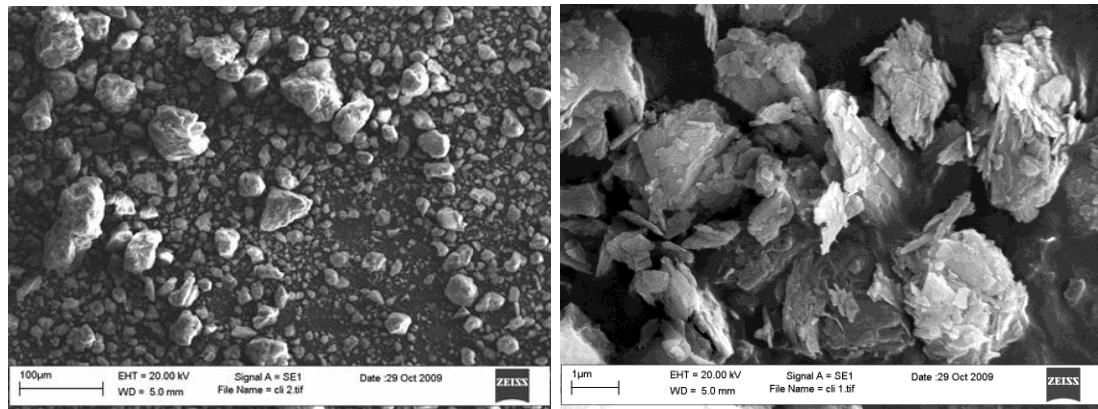
Sepertimana yang diterangkan sebelum ini bahawa zeolit adalah satu bahan yang berbentuk kristal. Kebiasaannya, zeolit diperolehi dalam bentuk serbuk halus dan kita hanya boleh melihat bentuk kristal zeolit tersebut dengan menggunakan mikroskop yang berkualiti tinggi. Dengan sebab itulah, antara mikroskop yang biasa digunakan untuk melihat morfologi sampel zeolit yang berkeadaan serbuk halus ialah Mikroskop imbasan Elektron atau “Scanning Electron Microscope (SEM)”. SEM menggunakan kaedah penembakan elektron terhadap sampel yang ingin dikaji. Rajah-rajab berikut adalah contoh beberapa morfologi zeolit yang diambil daripad zeolit sintetik dan juga zeolit semulajadi.



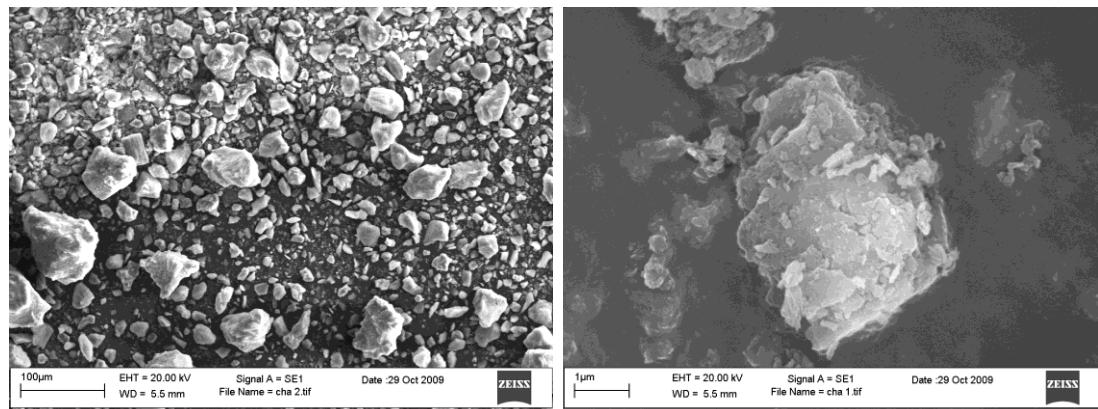
Rajah 7.15. Morfologi bagi zeolit sintetik A



Rajah 7.16. Morfologi bagi zeolit sintetik X



Rajah 7.17. Morfologi bagi zeolit semulajadi klinoptilolit.



Rajah 7.18. Morfologi bagi zeolit semulajadi kabazit.

Daripada gambar morfologi yang diberikan, dapat diperhatikan zeolit adalah berbentuk kristal terutamanya gambar bagi zeolit sintetik. Zeolit sintetik menunjukkan kekristalan yang tinggi berbanding zeolit semulajadi kerana parameter sewaktu proses sintesis dapat dikawal seperti suhu, masa dan juga bahan mentah dalam proses mensintesis zeolit tersebut. Gambar ini juga menunjukkan partikel-partikel zeolit sintetik lebih sekata (homogenus) berbanding partikel zeolit semulajadi (heterogenus). Walaupun terdapat perbezaan antara morfologi bagi zeolit sintetik dan semulajadi, mereka adalah zeolit kerana pengenalpastian zeolit hanya boleh ditentukan dengan menggunakan XRD. Daripada gambar yang diberikan juga, saiz partikel sesuatu zeolit dapat diukur. Dalam hal ini, saiz partikel bagi zeolit A dan X adalah sekata iaitu sekitar 1 hingga 3 μm . Bagi zeolit semulajadi, saiz partikel tidak dapat ditentukan kerana iaanya tidak sekata.

Analisis Elemen

Analisis elemen yang ada dalam sampel zeolit juga sangat penting untuk dilakukan bagi mengetahui ciri-ciri zeolit tersebut. Seperti yang dibincangkan diawal buku ini, zeolit dibina daripada silikon (Si), aluminium (Al) dan juga kation-kation seperti natrium (Na), kalsium (Ca), kalium (K), magnesium (Mg) dan seumpamanya yang menyeimbangkan kerangka zeolit yang beras negatif. Elemen-elemen yang ada dalam zeolit sangat penting untuk ditentukan dan dianalisis kerana daripada analisis tersebut, banyak maklumat yang akan diperolehi antaranya:

- a. Kapasiti Penukaran Kation atau “Cation Exchange Capacity (CEC)” sesuatu zeolit bergantung kepada nisbah silikon terhadap aluminum (Si/Al).
- b. Kation-kation yang ada dalam kerangka zeolit akan memberikan kesan terhadap penggunaannya terutamanya sebagai bahan penukar kation.
- c. Bagi zeolit sintetik yang disintesis sendiri, analisis elemen akan membantu dalam pengenalpasitan zeolit kerana jenis zeolit bergantung kepada nisbah Si/Al. Contohnya, nisbah Si/Al bagi zeolit A ialah 1 manakala bagi zeolit Y, nisbah Si/Al ialah 3.

Berbagai-bagai kaedah yang boleh digunakan untuk menganalisis elemen-elemen yang ada dalam zeolit. Tiga contoh kaedah yang boleh digunakan ialah

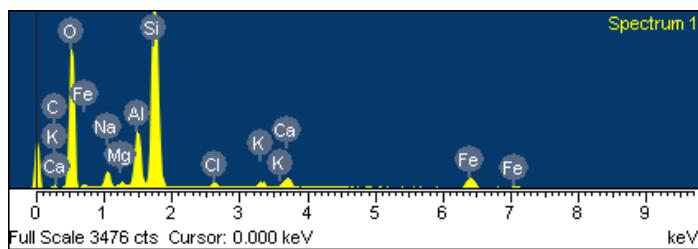
- a. EDX
- b. XRF
- c. Analisis elemen selepas proses penguraian sampel.

Kaedah EDX atau “Energy Dispersive X-Ray” atau Tenaga Serakan Sinar-X adalah satu teknik yang menggunakan sinar-X dalam penentuan unsur atau elemen dalam sesuatu sampel. Ia biasanya digabungkan dengan SEM (Scanning Electron Microscopy) dimana SEM ini digunakan untuk melihat morfologi zeolit. Dalam kaedah EDX, hanya sedikit sampel zeolit yang berbentuk serbuk diletakkan diatas pemegang sampel, dilapisi dengan

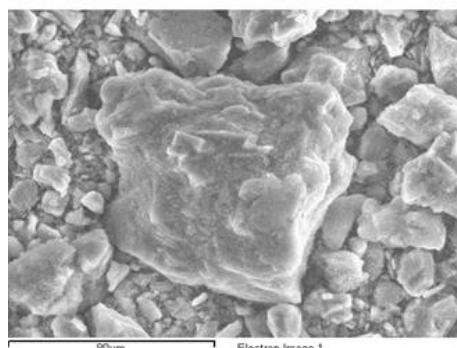
konduktor kebiasaannya platinum (pt) dan seterusnya dimasukkan dalam instrumen. Contoh data yang akan diperolehi melalui kaedah ini adalah seperti di rajah-rajab dibawah.

Contoh Data yang akan diperolehi melalui EDX

EDX untuk sampel kabazit (zeolit semulajadi)



Spektrum EDX



Kawasan yang dianalisis

Element	Weight%	Atomic%	Element	Weight%	Atomic%
O K	46.95	58.23	Cl K	0.59	0.33
Na K	3.03	2.61	K K	0.94	0.48
Mg K	0.56	0.46	Ca K	2.01	1.00
Al K	6.54	4.81	Fe K	5.41	1.92
Si K	27.44	19.39	Totals	100.00	

Data yang dikeluarkan

Data EDX akan menerangkan mengenai peratusan unsur atau elemen yang terkandung dalam sesuatu sampel diatas permukaan yang dipilih (Gambar kecil morfologi zeolit menunjukkan kawasan yang dianalisis). Dalam spektrum EDX yang diberikan, nilai peratusan O, Si dan Al sangat tinggi berbanding bahan lain kerana elemen ini adalah unsur utama kerangka zeolit. Bagi zeolit semulajadi kabazit dan klinoptilolit, bermacam-macam kation yang ada dalam sampel tersebut iaitu Ca, Mg, Fe, K dan lain-lain, keadaan ini menunjukkan bahawa sampel zeolit semulajadi mempunyai lebih daripada dua kation yang menyeimbangkan cas negatif kerangka zeolit. Ini disebabkan oleh proses penghasilan zeolit yang berlaku secara semulajadi.

XRF iaitu X-Ray Flourescence atau kaedah sinar-X berpendarflour adalah teknik yang biasanya digunakan untuk menganalisis sampel tanah bagi mengetahui kandungan major dan minor yang ada dalam sampel tanah. Sampel pepejal zeolit yang berbentuk serbuk perlu dibuat dalam bentuk cakera terlebih dahulu sebelum dimasukkan dalam instrumen XRF. Berikut merupakan contoh data yang akan diperolehi apabila menggunakan XRF sebagai instrumen untuk menganalisis elemen yang terkandung dalam sampel zeolit.

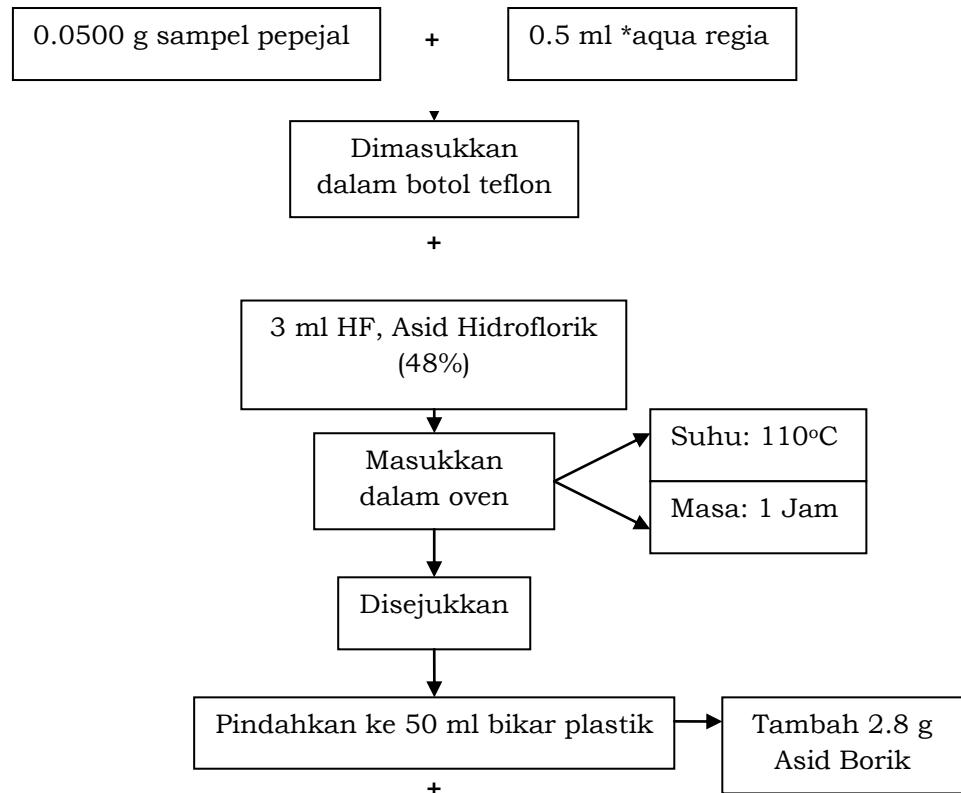
Jadual 7.5: Contoh data yang diberikan daripada XRF

Simbol	Elemen	klinoptilolit	Ralat	kabazit	Ralat
Na	Natrium	0.970	0.240	3.630	0.260
Mg	Magnesium	0.713	0.042	0.629	0.039
Al	Aluminum	4.983	0.025	6.047	0.027
Si	Silikon	28.800	0.050	24.170	0.050
P	Fosforus	0.011	0.001	0.015	0.001
S	Sulfur	0.009	0.000	0.407	0.001
Cl	Klorin	0.002	0.000	0.188	0.001
K	Kalium	1.450	0.013	0.682	0.009
Ca	Kalsium	1.557	0.011	1.330	0.010
Ti	Titanium	0.042	0.001	0.092	0.002
V	Vanadium	0.002	0.000	0.000	0.000
Cr	Kromium	0.000	0.000	0.000	0.000
Mn	Mangan	0.032	0.002	0.025	0.002
Fe	Besi	1.067	0.006	2.482	0.010
Co	Kobalt	0.000	0.000	0.000	0.000
Ni	Nikel	0.001	0.000	0.000	0.000
Cu	Tembaga	0.000	0.000	0.002	0.000
Zn	Zink	0.003	0.000	0.005	0.000
As	Arsenik	0.002	0.000	0.001	0.000
Se	Selenium	0.000	0.000	0.000	0.000
Rb	Rubidium	0.014	0.000	0.001	0.000
Sr	Strontium	0.045	0.000	0.181	0.001
Zr	Zirkonium	0.000	0.000	0.000	0.000
Mo	Molibdenum	0.000	0.000	0.000	0.000
Cd	Kadmium	0.001	0.000	0.000	0.000
Sn	Timah	0.001	0.000	0.001	0.000
Sb	Antimoni	0.001	0.001	0.000	0.000
Ba	Barium	0.016	0.001	0.094	0.002
Pb	Plumbum	0.006	0.006	0.003	0.000

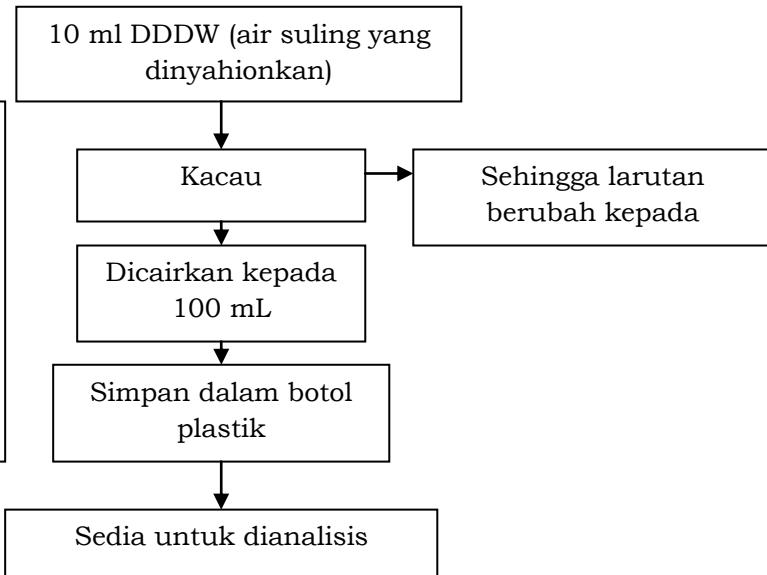
Kaedah lain yang boleh digunakan untuk penentuan atau analisis elemen-elemen dalam zeolit ialah dengan cara menjadikan pepejal zeolit dalam bentuk larutan melalui proses penguraian dan larutan tersebut dianalisis menggunakan instrumen-instrumen yang biasa digunakan untuk menganalisis logam dalam sampel air seperti

- a. Spektroskopi Penyerapan Atom (AAS-Atomic Absorption Spectroscopy) atau;
- b. Plasma Gandingan Induktif-Spektrometri Jisim (Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry, ICP-MS) atau;
- c. Fotometer api (Flame photometer).

Contoh teknik penguraian yang boleh diaplikasikan kepada sampel zeolit adalah seperti dalam rajah carta aliran dibawah. Secara asasnya, zeolit tak larut dalam air, oleh sebab itulah dalam kaedah penguraian ini, sampel pepejal zeolit perlu ditambah dengan asid pekat bagi memastikan penguraian berlaku terhadap kerangka zeolit terutamanya bagi melarutkan silikat dan aluminat dan juga kerangka aluminosilikat.



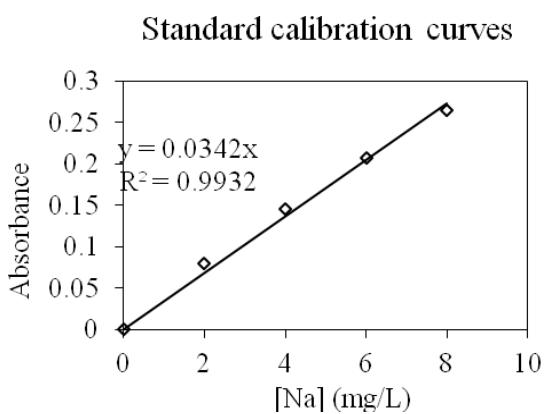
*aqua regia
 =Campurkan 3 mL asid hidroklorik pekat dalam 1 mL asid nitric pekat
 =Reagen ini perlu digunakan terus selepas penyediaan bahan ini.



Rajah 7.19. Contoh teknik yang boleh digunakan dalam proses penguraian zeolit.

Dalam menganalisis elemen menggunakan instrumen-instrumen yang disebutkan, perkara utama yang perlu disediakan ialah penyediaan larutan piawai. Sebagai contoh, apabila ingin menganalisis kandungan natrium (Na) dalam sampel zeolit, kaedah fotometer api boleh digunakan. Larutan piawai natrium perlu disediakan terlebih dahulu dalam lingkungan 2 ppm hingga 8 ppm. Larutan piawai ini dianalisis menggunakan instrumen bagi mendapatkan nilai penyerapan dan untuk mendapatkan graf kalibrasi piawai iaitu graf linear dimana paksi-Y ialah nilai penyerapan (absorbance) manakala paksi-X ialah kepekatan larutan piawai. Graf yang dihasilkan perlu mempunyai nilai korelasi (Correlation Coefficient: R^2) berhampiran nilai 1. Data dibawah menunjukkan contoh analisis data yang perlu diperolehi bagi analisis larutan piawai.

[Na], mg/L	Nilai Penyerapan
0	0
2	0.08
4	0.146
6	0.207
8	0.265



Rajah 7.20. Contoh data kalibrasi piawai bagi penentuan Na

Daripada graf linear diatas, nilai korelasi (R^2) bersamaan dengan 0.9932 menunjukkan bahawa korelasi antara nilai-nilai paksi-X dan paksi-Y berada dalam kedaan baik. Seterusnya, sampel larutan perlu dianalisis menggunakan kaedah yang sama untuk mendapatkan nilai penyerapan

(absorbance). Nilai penyerapan tersebut akan dimasukkan dalam rumus linear daripada graf kalibrasi piawai dan akhir sekali nilai kepekatan akan diperolehi. Bagi kaedah AAS dan ICP-MS, kebiasaannya graf kalibrasi piawai akan di jana sendiri oleh instrumen tersebut. Akan tetapi, larutan piawai perlu disediakan sendiri. Oleh yang demikian, perlu dipastikan nilai korelasi bagi kalibrasi piawai yang dibuat oleh instrumen berhampiran dengan nilai 1 bagi memastikan kualiti analisis berada dalam keadaan baik

Lain-Lain Kaedah Pencirian

Kapasiti Penukaran kation (CEC)

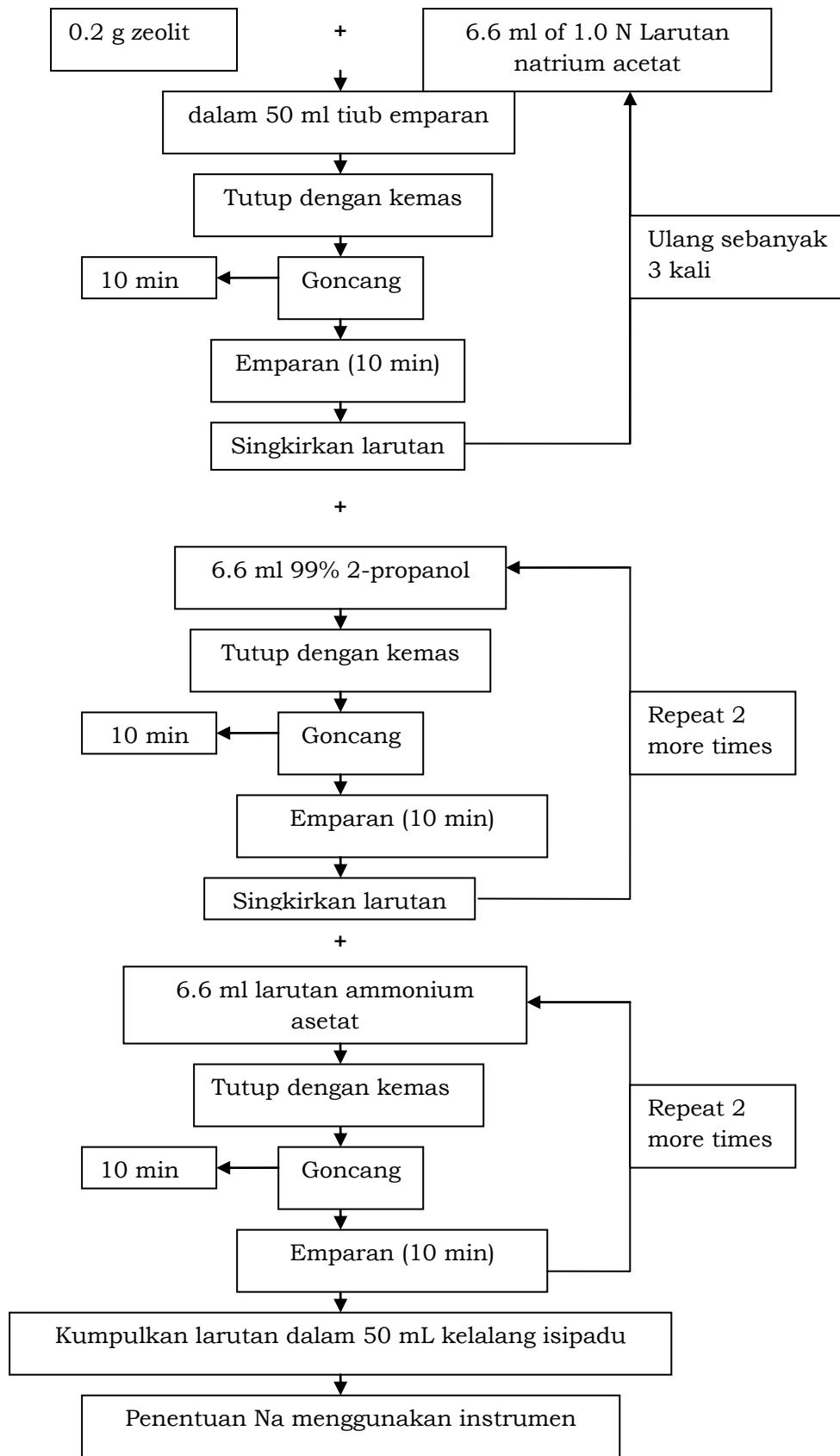
Dalam bidang pertanian terutamanya dalam penanaman pokok, zeolit digunakan sebagai bahan tambah dalam tanah dan juga baja. Pencirian yang paling utama bagi tanah yang digunakan dalam penanaman pokok ialah kapasiti penukaran kation atau Cation Exchange Capacity (CEC). CEC akan memberikan maklumat mengenai keupayaannya untuk menukar kation yang ada disekeliling dan seterusnya diserap oleh tumbuhan. Semakin tinggi nilai CEC, keupayaan sesuatu bahan untuk menukar ganti kationnya bertambah tinggi dan berkeupayaan dalam memberikan nutrien kepada tumbuhan.

Disebabkan oleh zeolit yang berupaya dalam menukar kation-kationnya kepada kation-kation yang lain, maklumat mengenai CEC bagi sampel zeolit adalah sangat penting sebelum ianya boleh digunakan dalam

pertanian. Kation-kation yang berada dalam zeolit berfungsi dalam menyeimbangkan cas negatif yang dihasilkan oleh kerangka zeolit. Seperti yang dibincangkan sebelum ini, salah satu fungsi zeolit ialah sebagai penukar kation. Penukaran kation ini biasanya berlaku dalam larutan akues dan tidak melibatkan perubahan terhadap kerangka zeolit. Proses penukaran melibatkan penukaran satu cas positif atom yang boleh ditukarganti dengan satu cas positif atom yang lain yang berada dalam larutan akues. CEC biasanya dinilai berdasarkan mol kation yang boleh ditukarganti per gram (atau 100 g) zeolit atau berdasarkan perpadanan kation yang boleh ditukarganti per gram (atau 100 g) zeolit.

Kaedah yang boleh digunakan bagi mengetahui nilai CEC bagi sampel zeolit ditunjukkan dalam rajah 7.21. Kaedah ini diadaptasi daripada buku rujukan untuk menganalisis tanah*. Dalam kaedah ini, kation yang berada dalam zeolit dikayakan dengan kation-kation natrium terlebih dahulu, kation ammonium (NH_4^+) kemudiannya digunakan untuk ditukar dengan Na kation dan akhir sekali Na yang keluar daripada sampel zeolit dianalisis. Nilai CEC berdasarkan nilai Na yang dianalisis selepas ditukarganti dengan kation ammonium. Ammonium dipilih dalam proses penentuan CEC ini kerana ia berasas positif dan diameter molekulnya hampir sama dengan diameter molekul Na. Oleh yang demikian, molekul ammonium boleh ditukarganti dengan kation yang berada di sekitaran dalaman dan luaran rongga atau keliangan zeolit.

*Chapman, H.D., "Cation-exchange capacity@, pp. 891-900, in C.A. Black (ed), method of soil analysis, part 2: Chemical and microbiological Properties, Am. Soc. Agron., Madison, Wisconsin (1965)



Rajah 7.21. Carta aliran kaedah penentuan CEC

Jadual 7.6. Contoh nilai CEC yang diperolehi menggunakan teknik ini.

Zeolit	CEC (meq g⁻¹)
A	3.055 ± 0.094
X	2.549 ± 0.067
Y	1.579 ± 0.079
Clinoptilolite	0.823 ± 0.047
Chabazite	1.964 ± 0.006
Mordenite	1.748 ± 0.029

Banyak faktor yang menyumbang kepada nilai CEC sesuatu zeolit, antaranya ialah nisbah Si/Al dimana semakin rendah nilai Si/Al, semakin tinggi cas negatif zeolit tersebut dan seterusnya semakin banyak tapak untuk zeolit tersebut bertukar dengan kation lain. Selain itu, kerangka zeolit itu sendiri memainkan peranan dalam nilai CEC. Dalam kerangka zeolit, terdapat liang-liang atau rongga-rongga yang diduduki oleh kation-kation, jika saiz rongga tersebut besar dan boleh memuatkan atau melepaskan kation tersebut dan digantikan dengan kation yang lagi besar, CEC akan bertambah tinggi. Bentuk kristal zeolit juga akan memberikan kesan kepada nilai CEC dimana sekiranya bentuk kristal zeolit tersebut mengalami sedikit ketidaksempurnaan, kation-kation yang berada dalam rongga-rongga zeolit tersebut akan mudah untuk keluar dan berganti dengan kation yang lain.

CEC yang diberikan disini hanya terhad kepada ion ammonium yang mempunyai saiz diameter molekul yang lebih kurang sama dengan ion natrium. Bagi ion-ion lain yang mempunyai diameter yang lebih besar, kapasiti penukaran kation akan berbeza bergantung kepada jenis zeolit, kerangka, kehadiran kation-kation dalam kerangka zeolit tersebut dan saiz rongga atau keliangan. Dengan sebab itulah, adalah penting untuk mengambilkira semua faktor yang memberikan kesan kepada kapasiti penukaran kation sebelum zeolit digunakan dalam penggunaan-penggunaan tertentu.

Nisbah silikon terhadap aluminum (Si/Al)

Salah satu faktor yang menyumbang kepada nilai CEC samaada tinggi atau rendah ialah nisbah Si/Al atau nisbah silika terhadap alumina ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$). Nisbah ini menerangkan mengenai kandungan Al yang ada dalam kerangka zeolit tersebut. Jika diperhatikan kepada asas zeolit, satu Al akan menyumbang kepada satu cas negatif kerana Al bertanggungjawab dalam menggantikan Si dalam kerangka Si-O-Si. Jadi, secara teorinya semakin banyak unsur Al dalam kerangka zeolit, semakin banyak cas negatif yang ada pada kerangka zeolit seterusnya meninggikan kapasiti penukaran kationnya (CEC). Akan tetapi, had bagi nisbah ini ialah 1 ($\text{Si}/\text{Al}=1$) iaitu satu Si berikatan dengan satu Al. Zeolit sintetik A daripada golongan LTA (Linde Type A) mempunyai nisbah Al yang paling rendah iaitu 1. Jadual dibawah menunjukkan nisbah Si/Al bagi zeolit sintetik dan zeolit semulajadi.

Jadual 7.2. Nisbah Si/Al yang dikira daripada analisis elemen menggunakan EDX

Zeolit	Si/Al ratio
A	1.01
X	1.33
Y	2.17
Clinoptilolite	5.20
Chabazite	4.04
Mordenite	6.64

Nisbah Si/Al boleh diperolehi daripada data analisis elemen yang telah dibincangkan sebelum ini seperti dengan EDX, XRF ataupun analisis sampel selepas proses penguraian dilakukan.

Penerangan mengenai pencirian-pencirian zeolit yang dibincangkan disini diberikan secara ringkas. Banyak lagi kaedah pencirian yang boleh dilakukan terhadap zeolit terutamanya bagi zeolit yang baru ditemui dan zeolit yang diubahsuai. Banyak cara pengubahsuaian dapat dilakukan terhadap zeolit seperti meninggikan luas permukaan zeolit, merawat zeolit dengan asid bagi meninggikan ketulenan dan kekristalan zeolit, mengubahsuai zeolit dengan bahan organik bagi meningkatkan kapasiti penjerapan bahan organik dan bermacam-macam lagi kaedah pengubahsuaian yang boleh dijalankan. Pencirian terhadap zeolit yang

diubahsuai ini perlu dilakukan bagi mendapatkan banyak maklumat selepas pengubahsuaian dilakukan seperti pencirian struktur zeolit samaada struktur zeolit diganggu atau tidak atau berubah kepada bentuk lain, analisis elemen yang terkandung dalam zeolit yang diubahsuai dan berbagai-bagi maklumat yang diperlukan selepas zeolit diubahsuai.

Selain daripada itu, pencirian zeolit juga penting selepas digunakan dalam pelbagai kegunaan seperti selepas digunakan sebagai bahan penjerap kotoran atau logam berat dalam air, selepas digunakan sebagai bahan penyerap bau di kawasan najis-najis haiwan, selepas digunakan sebagai bahan penyokong atau pembawa bahan lain dan seumpamanya. Pencirian terhadap zeolit selepas digunakan akan memberikan maklumat mengenai keadaan zeolit tersebut samaada boleh digunakan banyak kali atau perlu dilakukan pengubahsuaian sekiranya perlu. Pencirian yang ingin dilakukan perlulah relevan dengan penggunaannya.



Nik Ahmad Nizam Nik Malek, PhD, AMIC
BSc (Ind. Chem), MSc (Chem), PhD (Chem)(UTM), AMIC,

Pensyarah Kanan,
Jabatan Bioteknologi dan Kejuruteraan Perubatan,
Fakulti Biosains dan Kejuruteraan Perubatan,
Universiti Teknologi Malaysia (UTM),

Ketua Kumpulan Penyelidikan,
Kumpulan Penyelidikan Bahan Baharu,
Penyelidikan Bersekutu Nanoteknologi,
Universiti Teknologi Malaysia,
81310 UTM Johor,
Malaysia

Tel: +607-5557533
Email: niknizam@fbb.utm.my, niknizam@utm.my
Website: <http://www.staff.blog.utm.my/niknizam/>

