

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN
MENGUNAKAN ALKALI FUSI DENGAN VARIASI RASIO BERAT
NaOH/KAOLIN**

SKRIPSI

Oleh:
AWWALI MAF'ULAH HASANAH
NIM. 14630013



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN
MENGUNAKAN ALKALI FUSI DENGAN VARIASI RASIO BERAT
NaOH/KAOLIN**

SKRIPSI

Oleh:
AWWALI MAF'ULAH HASANAH
NIM. 14630013

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2018

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN
MENGUNAKAN ALKALI FUSI DENGAN VARIASI RASIO BERAT
NaOH/KAOLIN**

SKRIPSI


Oleh:
AWWALI MAF'ULAH HASANAH
NIM. 14630013

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 19 November 2018


Pembimbing I


Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIDT. 19851020 20180201 2 240

Pembimbing II


Akyunul Jannah, S.Si., M.P.
NIP. 19750410200501 2 009

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamulan Hayati, M. Si
NIP. 19790620/200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN
MENGUNAKAN ALKALI FUSI DENGAN VARIASI RASIO BERAT
NaOH/KAOLIN**

SKRIPSI

Oleh:
AWWALI MAF'ULAH HASANAH
NIM. 14630013

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 November 2018

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Nur Aini, M.Si NIDT. 19840608 20160801 2 070	(.....)
Sekretaris Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIDT. 19851020 20180201 2 240	(.....)
Anggota Penguji	: Akyunul Jannah, S.Si., M.P. NIP. 19750410200501 2 009	(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamalah Mayati, M. Si
NIP. 19790620200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Awwali Maf'ulah Hasanah

NIM : 14630013

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX dari Kaolin Menggunakan Alkali Fusi Dengan Variasi Rasio Berat NaOH/Kaolin

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.



19 November 2018
mbuat pernyataan,

Awwali Maf'ulah Hasanah
NIM. 14630013

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur kepada Allah SWT saya akhirnya bisa menyelesaikan tugas akhir ini. Tanpa kehendak-Nya dan dukungan dari orang-orang sekitar, saya tidak dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, saya ingin mempersembahkan tulisan ini untuk:

Kedua orang tua saya, Bapak Kasmu'in dan Ibu Cincin Mas'adah yang selama ini telah memberikan segala bentuk dukungan mulai dari awal masuk kuliah hingga saya bisa memperoleh gelar sarjana ini. Terima kasih untuk segalanya, mungkin kiranya tulisan ini hanya sebagian kecil hal yang bisa saya persembahkan untuk kalian berdua, karena semua kebaikan kalian berdua takkan bisa terbalas dengan apapun. Semoga kalian berdua diberi kesehatan dan panjang umur, Aamiin...

Adikku, Izam Al kafi dan Syai'uzzaka, terima kasih telah menemani dan menghiburku di saat aku sedang galau dengan penelitian. Semoga kakakmu yang kadang-kadang lebih rewel dan gak mau ngalah ini bisa menjadi lebih dewasa dan diberi kemampuan untuk bisa menjadi contoh untuk kalian.

Bapak dan Ibu Dosen, terima kasih telah membimbing selama ini. Dari proses pembelajaran selama S-1 ini saya bisa lebih mengerti dan memahami ilmu kimia dengan baik. Kiranya semoga kebaikan Bapak dan Ibu Dosen mendapat balasan yang lebih baik dari Allah SWT, Aamiin...

Seluruh teman-teman kimia 2014 terutama teman-teman *Zeolite Team* yaitu Aminatus Arifah, Lisa Fitriana, M. Syaifuddin Bachtiar, dan Dzul Hilmi Al-Mahi yang telah menjadi bagian dari penelitian ku. Terima kasih untuk segalanya, semoga Allah memberikan keberkahan atas semua kerja keras yang kita lakukan. Semoga cita-cita kalian semua bisa terwujud dan kita semua sukses, Aamiin..

KATA PENGANTAR



Segala puji bagi Allah SWT karena atas rahmat, taufiq dan hidayah-Nya, penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX dari Kaolin Menggunakan Alkali Fusi dengan Variasi Rasio Berat NaOH/Kaolin”**. Sholawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada Nabi besar Muhammad SAW yang menjadi suri tauladan bagi kita semua. Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Kedua orang tua yang telah memberikan dukungan baik spiritual maupun materiil.
2. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Ibu Nur Aini, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Seluruh Dosen pengajar kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
5. Seluruh Laboran dan Staff Administrasi Jurusan Kimia yang telah membantu dalam proses penelitian.

6. Teman–teman mahasiswa angkatan 2014 terutama *Zeolit Team* yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi.
7. Semua pihak yang telah membantu.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penyusunan skripsi ini baik dalam teknik penyajian materi maupun pembahasan. Demi kesempurnaan skripsi ini, saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan. Semoga skripsi ini bermanfaat dan dapat menambah ilmu pengetahuan bagi para pembaca.

Malang, November 2018

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN	iv
LEMBAR PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan	4
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Kaolin sebagai Bahan Baku Sintesis Zeolit	6
2.2 Perubahan Kaolin Menjadi Metakaolin.....	7
2.3 Karakteristik Zeolit NaX	11
2.4 Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin Menggunakan Metode Hidrotermal	13
2.5 Pemanfaatan Kaolin dalam Perspektif Islam.....	16
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Pelaksanaan penelitian	18
3.2 Alat dan Bahan	18
3.2.1 Alat	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Rancangan Penelitian	18
3.4 Tahapan Penelitian	19
3.5 Cara Kerja.....	20
3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin	20
3.5.2 Pengubahan Kaolin Menjadi metakaolin Menggunakan Metode Alkali Fusi.....	20
3.5.3 Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin Menggunakan Metode Hidrotermal	20
3.6 Karakterisasi Material.....	21
3.6.1 Karakterisasi Kaolin menggunakan XRF	21
3.6.2 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX Menggunakan XRD	21

3.6.3 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX Menggunakan FTIR	21
3.6.4 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX Menggunakan SEM	22
3.7 Analisis Data.....	22
3.7.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan XRF.....	22
3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Zeolit NaX Menggunakan XRD	22
3.7.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX menggunakan FTIR	23
3.7.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX menggunakan SEM	23
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Sampel Kaolin	24
4.2 Perubahan Kaolin Menjadi Metakaolin	26
4.3 Sintesis Zeolit NaX.....	34
4.4 Sintesis Zeolit dalam Perspektif Islam	39
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	42
5.2 Saran	42
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN	46

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan mineral kaolin	6
Tabel 3.1 Variasi berat NaOH dan kaolin.....	20
Tabel 4.1 Hasil analisis kandungan unsur dalam kaolin menggunakan XRF.....	24
Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin dan sodium silikat + metakaolin.....	30
Tabel 4.3 Interpretasi spektra FTIR zeolit NaX.....	38



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kaolin.....	6
Gambar 2.2 Difraktogram perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode konvensional.....	8
Gambar 2.3 Pola difraksi (R) kaolin, (S) standar kaolin, (C) metakaolin menggunakan metode alkali fusi.....	9
Gambar 2.4 Morfologi a) <i>raw</i> kaolin dan b) metakaolin	9
Gambar 2.5 Difraktogram sintesis metakaolin dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin (a) 1.0; (b) 1.5; dan (c) 2.0.....	9
Gambar 2.6 Struktur kerangka zeolit	11
Gambar 2.7 Kerangka zeolit X.....	12
Gambar 2.8 Difraktogram zeolit X standar IZA	13
Gambar 2.9 Difraktogram sintesis zeolit X dengan variasi suhu.....	14
Gambar 2.10 Morfologi zeolit X pada suhu (a) 80°C, (b) 100°C, (c) 150°C, dan (d)200°C	15
Gambar 2.11 Spektra FTIR (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit NaX	16
Gambar 4.1 Pola difraksi (a) standar kaolin ICSD 80082, (b) standar kaolin RruffR140004, (c) standar kuarsa, (d) standar sodium silikat, (e) kaolin Blitar, (f) NaOH/kaolin 1.0, (g) NaOH/kaolin 2.0, dan (h) NaOH/kaolin 3.0.....	26
Gambar 4.2 Spektra FTIR (a) standar kuarsa, (b) kaolin Blitar, (c) NaOH/kaolin 1.0, (d) NaOH/kaolin 2.0, dan (e) NaOH/kaolin 3.0	28
Gambar 4.3 Hasil morfologi SEM (a, b, dan c) kaolin, (d, e, dan f) NaOH/kaolin 1.0	31
Gambar 4.4 Hasil morfologi SEM (g, h, dan i) NaOH/kaolin 2.0, (j, k, dan l) NaOH/kaolin 3.0.....	32
Gambar 4.5 Pola difraksi (a) standar zeolit NaX, (b) NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin), dan (c) zeolit NaX	36
Gambar 4.6 Spektra FTIR (a) kaolin, (b) NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin), dan (c) zeolit NaX	37
Gambar 4.7 Hasil morfologi SEM (a dan b) NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin), (c dan d) zeolit NaX.....	39
Gambar L.5.1 Hasil XRD kaolin alam Blitar.....	55
Gambar L.5.2 Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 1.0	56
Gambar L.5.3 Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 2.0	57
Gambar L.5.4 Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 3.0	58
Gambar L.5.5 Hasil XRD zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pada pemanasan 2 jam	59
Gambar L.6.1 Standar XRD zeolit	60
Gambar L.7.1 Spektrum inframerah kaolin alam Blitar	61
Gambar L.7.2 Spektrum inframerah NaOH/kaolin rasio 1.0 (600°C)	61
Gambar L.7.3 Spektrum inframerah NaOH/kaolin rasio 2.0 (600°C)	62
Gambar L.7.4 Spektrum inframerah NaOH/kaolin rasio 3.0 (600°C)	62
Gambar L.7.5 Spektrum inframerah zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pada pemanasan 2 jam.....	63

Gambar L.8.1 Hasil SEM kaolin alam Blitar dengan perbesaran (a) 10.000x dan (b) 15.000x.....	64
Gambar L.8.2 Hasil SEM NaOH/kaolin 1.0 dengan perbesaran (c) 10.000x dan (d) 25.000x	64
Gambar L.8.3 Hasil SEM NaOH/kaolin 2.0 dengan perbesaran (e) 15.000x dan (f) 25.000x	65
Gambar L.8.4 Hasil SEM NaOH/kaolin rasio 3.0 dengan perbesaran (g) 15.000x dan (h) 25.000x	65
Gambar L.8.5 hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pemanasan 2 jam dengan perbesaran (i) 10.000x dan (j) 25.000x	65



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir	47
Lampiran 2. Perhitungan	49
Lampiran 3. Pembuatan Larutan	53
Lampiran 4. Data Karakterisasi XRF Kaolin	54
Lampiran 5. Data Karakterisasi XRD	55
Lampiran 6. Data Standar Zeolit	60
Lampiran 7. Data Spektra Inframerah	61
Lampiran 8. Data Karakterisasi SEM	64
Lampiran 9. Perhitungan dan Analisa Data	66



ABSTRAK

Hasanah, A. M. 2018. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX dari Kaolin Menggunakan Alkali Fusi dengan Variasi Rasio Barat NaOH/Kaolin.** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Susi Nurul Khalifah, M. Si. Pembimbing II: Akyunul Jannah, S.Si., M.P. Konsultan: Nur Aini, M. Si.

Kata kunci: Kaolin, metakaolin, NaOH/kaolin, alkali fusi, zeolit NaX

Sintesis zeolit NaX dari kaolin telah dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Kereaktifan kaolin ditingkatkan melalui proses alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0. Hasil alkali fusi kaolin terbaik digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit. Kandungan unsur pada kaolin dianalisis menggunakan XRF. Karakteristik perubahan struktur, gugus fungsi, dan morfologi kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX dianalisis menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

Hasil XRF dapat diketahui kandungan silika pada kaolin sebesar 76,1% dan alumina sebesar 9,6%. Kaolin alam banyak mengandung kuarsa dan mengandung hanya sedikit kaolin. Proses alkali fusi pada rasio berat NaOH/kaolin 1.0 terjadi penurunan intensitas kuarsa dan muncul sedikit puncak sodium silikat, NaOH/kaolin rasio 2.0 dan 3.0 terjadi hilangnya puncak kuarsa dan terbentuknya sodium silikat dan sedikit metakaolin. Hasil sintesis zeolit NaX menggunakan metode hidrotermal menunjukkan bahwa telah terbentuknya zeolit NaX murni.

Karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa gugus fungsi metakaolin ditunjukkan dengan hilangnya serapan khas dari kaolin yakni pada daerah 1037, 912 dan 795 cm^{-1} . Spektra zeolit NaX hasil sintesis memiliki serapan pada daerah 984, 741, dan 560 cm^{-1} yang merupakan puncak khas zeolit faujasit. Kaolin memiliki morfologi berupa lembaran-lembaran pipih sedangkan metakaolin memiliki morfologi yang tidak beraturan. Zeolit NaX hasil sintesis terlihat tidak memiliki perbedaan morfologi dengan metakaolin.

ABSTRACT

Hasanah, A. M. 2018. **Synthesis and Characterization of NaX Zeolite from Kaolin Using Alkali Fusion with Variation Weight Ratio NaOH/Kaolin.** Supervisor I: Susi Nurul Khalifah, M.Si. Supervisor II: Akyunul Jannah, S.Si, M.P. Consultant: Nur Aini, M.Si.

Keywords: Kaolin, metakaolin, NaOH/kaolin, alkali fusion, NaX zeolite

Synthesis of zeolite NaX from kaolin was carried out using hydrothermal methods. The reactivity of kaolin is increased through an alkali fusion process with variations weight ratio of NaOH/kaolin 1.0; 2.0; and 3.0. The best kaolin alkali fusion results are used for synthesis zeolites. Element content in kaolin was analyzed using XRF. Characteristics of structural changes, functional groups, and morphology of kaolin, metakaolin, and zeolite NaX were analyzed using XRD, FTIR, and SEM.

XRF results can be seen that kaolin has silica content is 76.1% and alumina content is 9.6%. Natural kaolin contains lots of quartz and contains few kaolin. The alkali fusion process at a weight ratio of NaOH/kaolin 1.0 decreased the intensity of quartz and appeared few peak of sodium silicate, NaOH/kaolin ratio of 2.0 and 3.0 decreased the quartz peak and formation of sodium silicate and few metakaolin. The synthesis of NaX zeolite using hydrothermal method showed that pure NaX zeolite was formed.

FTIR characterization shows that the metakaolin functional group is shown by the loss of typical absorption of kaolin in the area of 1037, 912 and 795 cm^{-1} . The synthesized NaX zeolite spectra have uptake in the 984, 741, and 560 cm^{-1} regions which are the typical zeolite faujasit peaks. Kaolin has a layered plate morphology while metakaolin has an amorphous morphology. NaX zeolite synthesized has irregular morphology.

المخلص

حَسَنَة، ا.م. 2018. تَخْلِيْقُ وَ تَوْصِيْفُ NaX الزِّيُولِيْتِ مِنَ الْكَاوِلِيْنِ بِاسْتِخْدَامِ الْاِنْدِمَاجِ الْقَلْوِيِّ مَعَ اِخْتِلَافِ نِسْبَةِ الْوَزْنِ NaOH / كَاوِلِيْنِ. البَحْثُ الْجَامِعِيُّ. شُعْبَةُ الْكِيْمِيَاءِ، كَلِيَّةُ الْعُلُوْمِ وَالتَّكْنُوْلُوْجِيَا فِي جَامِعَةِ الْاِسْلَامِيَّةِ الْحُكُوْمِيَّةِ مَوْلَانَا مَالِكِ اِبْرَاهِيْمِ مَالَانْجِ. الْمَشْرِفَةُ الْاُولَى: سُوْسِي نُوْرُ الْخَلِيْفَةُ، الْمَاجِسْتِيْرَةُ؛ الْمَشْرِفُ الثَّانِي: اَعْيُنُ الْجَنَّةِ، الْمَاجِسْتِيْرَةُ؛ مَسْتَشَار: نُوْرُ عِيْنِي، الْمَاجِسْتِيْرَةُ

الكَلِمَاتُ الرَّئِيْسِيَّة: الكَاوِلِيْنِ، الْمِيْتَاكُوْلِيْنِ، NaOH / كَاوِلِيْنِ ، الْاِنْصِهَارُ الْقَلْوِيِّ، الزِّيُولِيْتِ NaX

تَمَّ اِجْرَاءُ تَخْلِيْقِ زِيُولِيْتِ NaX مِنَ الْكَاوِلِيْنِ بِاسْتِخْدَامِ طَرُقِ الْهَيْدْرُوْحَرَارِيَّةِ. يَتِمُّ زِيَادَةُ تَفَاعِلِ الْكَاوِلِيْنِ مِنْ جَلَالِ عَمَلِيَّةِ الْاِنْدِمَاجِ الْقَلْوِيِّ مَعَ اِخْتِلَافَاتِ فِي نِسْبَةِ الْوَزْنِ مِنْ NaOH / كَاوِلِيْنِ 1.0 و 2.0 و 3.0. يَتِمُّ اسْتِخْدَامُ اَفْضَلِ النَّتَاجِ الْاِنْصِهَارِ الْقَلْوِيِّ كَاوِلِيْنِ كَمَكُونِ اَسَاسِي فِي صُنْعِ الزِّيُولِيْتِ. تَمَّ تَحْلِيْلُ مَحْتَوَى الْعُنْصُرِ فِي الْكَاوِلِيْنِ بِاسْتِخْدَامِ XRF. تَمَّ تَحْلِيْلُ خِصَائِصِ التَّغْيِرَاتِ الْهَيْكَلِيَّةِ ، وَالْمَجْمُوْعَاتِ الْوُظَيْفِيَّةِ ، وَمُوْرْفُوْلُوْجِيَا الْكَاوِلِيْنِ ، وَالْمِيْتَاكُوْلِيْنِ ، وَالزِّيُولِيْتِ NaX بِاسْتِخْدَامِ XRD ، وَ FTIR ، وَ SEM.

يُمْكِنُ رُوْيَةُ نَتَاجِ XRF اَنْ مَحْتَوَى السِّيْلِيْكََا فِي الْكَاوِلِيْنِ هُوَ 76.1% وَالْاَلُوْمِيْنَا هُوَ 9.6%. يَحْتَوِي الْكَاوِلِيْنِ الطَّبِيْعِي عَلَى الْكَثِيْرِ مِنَ الْكُوَارْتِزِ وَيَحْتَوِي عَلَى كَمِيَّةٍ قَلِيْلَةٍ مِنَ الْكَاوِلِيْنِ. عَمَلِيَّةُ الْاِنْصِهَارِ الْقَلْوِيِّ فِي نِسْبَةِ الْوَزْنِ مِنْ NaOH / الْكَاوِلِيْنِ 1.0 تُقَلِّلُ مِنْ شِدَّةِ الْكُوَارْتِزِ وَظَهَرَتْ ذُرُوْعٌ صَغِيْرَةٌ مِنَ الصُّوْدِيُوْمِ سِيْلِيْكََا ، NaOH / الْكَاوِلِيْنِ 2.0 وَ 3.0 هُنَاكَ ذُرُوْعُ الْخَسَارَةِ الْكُوَارْتِزِ وَتَشَكِيْلُ الصُّوْدِيُوْمِ سِيْلِيْكََا وَقَلِيْلٌ مِنَ الْمِيْتَاكُوْلِيْنِ. اُظْهَرَتْ تَرْكِيْبَةُ NaX الزِّيُولِيْتِ بِاسْتِخْدَامِ طَرِيْقَةِ الْهَيْدْرُوْحَرَارِيَّةِ اَنْ زِيُولِيْتِ NaX الصَّافِي قَدْ تَشَكَّلَ.

اُظْهَرَ FTIR التَّوْصِيْفُ اَنْ مَجْمُوْعَةً وَظَيْفِيَّةً يَتَّبِيْنَ مِنْ فِقْدَانِ اِمْتِصَاصِ الْمِيْتَاكُوْلِيْنِ نَمُوْدَجِيَّةً مِنَ الْكَاوِلِيْنِ وَبِالتَّحْدِيْدِ فِي مَنطَقَةٍ فِي 1037، وَ 912، وَ 795 cm^{-1} . اَطْيَافِ NaX الْمُنْتَجِ تَوَلِيْفِ الزِّيُولِيْتِ يَحْتَوِي عَلَى اِمْتِصَاصِ فِي الْمَنطَقَةِ مِنْ 984، 741، وَ 560 cm^{-1} الَّتِي هُوَ ذُرُوْعٌ نَمُوْدَجِيَّةٌ الزِّيُولِيْتِ فُوْجَاسْتِ. الْكَاوِلِيْنِ لِدِيْهِ مُوْرْفُوْلُوْجِيَا فِي شَكْلِ صَفَائِحِ مُسَطَّحَةٍ فِي جِيْنِ اَنْ الْمِيْتَاكُوْلِيْنِ لِدِيْهِ مُوْرْفُوْلُوْجِيَا غَيْرٌ مُنْتَظَمٌ. النَّتَاجُ تَوَلِيْفِ الزِّيُولِيْتِ NaX تَبْدُوْ لَا تُوجَدُ فُرُوْقٌ شَكَلِيَّةٌ مَعَ الْمِيْتَاكُوْلِيْنِ.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ (Chetam, 1992). Zeolit mempunyai berbagai macam jenis, salah satunya yaitu zeolit NaX. Zeolit NaX dengan rumus kimia $\text{Na}_{86}(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106} \cdot 264\text{H}_2\text{O}$ memiliki struktur yang terdiri dari sangkar sodalit yang saling berhubungan dengan 6 cincin (Widati, dkk., 2010). Zeolit NaX memiliki rasio molar Si/Al yang spesifik yaitu sebesar 2,1–3,0 (Kovo, 2012). Zeolit NaX dapat digunakan sebagai katalis, adsorpsi, pemisahan membran (Mohammadi, 2008) dan sebagai zat aditif dalam proses produksi detergen karena kapasitas pertukaran ion yang baik (Chandrasekhar dan Pramada, 1999).

Zeolit NaX dapat disintesis dari kaolin karena kaolin memiliki kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 yang tinggi yaitu SiO_2 sebesar 48,70%, dan Al_2O_3 sebesar 36,73% (Alkan, dkk., 2005). Di samping itu, kaolin alam keberadaannya sangat melimpah di Indonesia, salah satunya di Blitar (Sesarrita, 2015). Sebagaimana firman Allah SWT dalam QS. Yunus ayat 101:

قُلْ اَنْظُرُوا مَاذَا فِي السَّمَاوَاتِ وَالْاَرْضِ وَمَا تُغْنِي الْاَيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَّا
يُؤْمِنُونَ

Artinya: “Katakanlah: “Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman.”

Allah SWT menciptakan langit dan bumi dengan segala isinya secara adil dan teratur tanpa sia-sia. Salah satu ciptaan Allah SWT yang ada di bumi yaitu gunung. Gunung memiliki warna yang beraneka ragam yang menunjukkan adanya berbagai material yang terkandung (Shihab, 2002). Salah satu warna yang terdapat di pegunungan yaitu warna putih yang menunjukkan adanya mineral kaolin. Kaolin merupakan bahan tambang yang mengandung sumber silika dan alumina yang dapat digunakan untuk sintesis zeolit.

Fakhri (2010) menerangkan bahwa manusia diperintahkan untuk memahami fenomena alam yang terjadi serta memikirkan dan mempercayai bahwa semua itu diciptakan Allah SWT tanpa ada yang sia-sia karena sekecil apapun ciptaan Allah SWT, maka akan memiliki manfaat tersendiri. Memahami tanda-tanda kekuasaan pencipta hanya mungkin dilakukan oleh orang-orang yang terdidik dan bijak yang berusaha menggali rahasia-rahasia serta memiliki ilmu dalam bidang tertentu. Dengan bantuan ilmu-ilmu serta didorong oleh semangat dan sikap rasional, maka sunnatullah dalam wujud keteraturan tatanan di alam ini akan terungkap.

Sintesis zeolit dari kaolin dilakukan dengan dua tahap, pertama mengubah kaolin menjadi metakaolin, dan yang kedua metakaolin digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit. Tahap pembuatan metakaolin sangat penting dalam pembentukan zeolit, karena apabila kaolin langsung direaksikan (tidak diubah dalam bentuk aktif) dalam proses hidrotermal dengan NaOH akan terbentuk hidroksisodalit (Chandrasekhar, 1998). Perubahan kaolin menjadi metakaolin ada dua metode, pertama yaitu konvensional (pemanasan). Perubahan metakaolin menggunakan metode konvensional telah dilakukan dengan kalsinasi pada suhu

600°C selama 3 jam yang menghasilkan metakaolin dengan pengotor kuarsa (Ayele, 2017), dan suhu 800°C selama 24 jam yang menghasilkan metakaolin dengan pengotor kuarsa dan kaolin (Cahyawati, 2017).

Metode yang kedua yaitu mengubah kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi. Metode alkali fusi dilakukan dengan penambahan NaOH yang disertai dengan pemanasan. Perubahan metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan rasio berat NaOH/kaolin 1,2 dengan suhu 600°C selama 1 jam telah dilaporkan menghasilkan metakaolin dengan fasa amorf (Rios, 2012), metakaolin mengandung kuarsa (Ayele, 2016), metakaolin mengandung gipsit (Hartati, 2017). Sintesis metakaolin juga dapat dilakukan dengan rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 1.5; dan 2.0 menggunakan pemanasan 200°C selama 4 jam. Hasil yang didapat yaitu pada rasio berat NaOH/kaolin 1.0 metakaolin masih mengandung pengotor berupa kuarsa, kaolin, dan ilit, sedangkan pada rasio berat NaOH/kaolin 1.5 metakaolin masih mengandung pengotor berupa kuarsa, namun pada rasio berat NaOH/kaolin 2.0 dihasilkan metakaolin amorf (Ma, dkk., 2013). Berdasarkan penelitian tersebut, metode alkali fusi menghasilkan metakaolin yang lebih amorf dibandingkan metode konvensional dan variasi rasio berat NaOH/kaolin untuk sintesis metakaolin berpengaruh untuk kemurnian metakaolin.

Sintesis zeolit NaX dari metakaolin umumnya dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Beberapa peneliti telah melaporkan sintesis zeolit NaX pada suhu 90°C selama 8 jam terbentuk zeolit NaX murni dengan kristalinitas tinggi, selama 12 jam terbentuk zeolit NaX dengan campuran sodalit, selama 24 jam terbentuk zeolit NaX dengan campuran sodalit dengan kristalinitas rendah, pada suhu 100°C selama 8 jam menghasilkan zeolit NaX murni (Ma, dkk., 2013). Dan

pada suhu 100°C selama 6 jam menghasilkan zeolit NaX murni dengan kristalinitas yang tinggi (Kovo, 2012).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, kaolin alam memiliki kandungan yang berbeda-beda, sehingga memiliki perlakuan yang berbeda untuk diubah menjadi metakaolin. Kaolin alam Blitar memiliki kandungan kuarsa yang tinggi (Darmawan, 2017). Perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode konvensional sampai pemanasan 800°C selama 24 jam masih belum terlihat perubahan yang signifikan (Darmawan, 2017; Cahyawati, 2017), sehingga pada penelitian ini akan dilakukan perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1,0; 2,0; dan 3,0 untuk mendapatkan metakaolin terbaik. Hasil metakaolin terbaik akan digunakan sebagai bahan sintesis zeolit NaX.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana hasil karakterisasi perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0?
2. Bagaimana hasil karakterisasi zeolit NaX hasil sintesis dari metakaolin?

1.3 Tujuan

Tujuan yang harus dicapai dari penelitian ini adalah:

1. Mengetahui hasil karakterisasi perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0
2. Mengetahui hasil karakterisasi zeolit NaX hasil sintesis dari metakaolin

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. Kaolin yang digunakan berasal dari daerah Kecamatan Blitar Selatan
2. Sintesis metakaolin dari kaolin menggunakan alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0, 2.0 dan 3.0

1.5 Manfaat

Adapun manfaat dari penelitian ini yaitu:

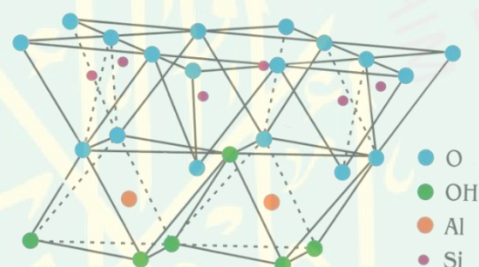
1. Dapat mengetahui rasio berat NaOH/kaolin yang optimum untuk sintesis metakaolin
2. Dapat mengetahui karakteristik zeolit NaX hasil sintesis dari metakaolin

BAB II

DAFTAR PUSTAKA

2.1 Kaolin Sebagai Bahan Baku Sintesis Metakaolin

Kaolin atau kaolinit termasuk jenis mineral lempung berwarna putih keabu-abuan dengan rumus kimia $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan memiliki struktur lapisan 1:1 dengan unit dasar terdiri dari lembaran tetrahedral silika dan lembaran oktahedral alumina (Murray, 2000). Susunan lapisan tetrahedral dan oktahedral pada kaolin dihubungkan oleh atom oksigen pada satu sisi dan hidrogen dari gugus hidroksil pada sisi yang lain, sehingga menghasilkan tumpukan dengan 8 ikatan hidrogen yang kuat (Tan, 1995). Struktur kaolin dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Struktur kaolin (Chandrasekhar dan Pramada, 2008)

Hasil analisis XRF kandungan mineral kaolin terdiri atas komponen utama silika (SiO_2) 48.70% dan alumina (Al_2O_3) 36.73%, dan oksida-oksida logam dalam jumlah kecil seperti pada Tabel 2.1. Kandungan silika dan alumina yang tinggi, memungkinkan kaolin dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembentukan kerangka zeolit (Alkan, dkk., 2005).

Tabel 2.1 Kandungan mineral kaolin (Alkan, dkk., 2005)

Senyawa	SiO_2	Al_2O_3	TiO_2	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	$\text{LoI}^{\text{a}*}$
Kadar(%)	48.70	36.73	0.33	0.57	0.32	0.27	0.01	0.88	12.59

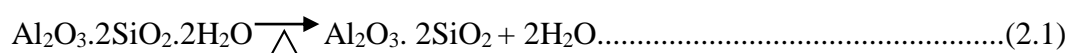
**LoI* : *Loss of Ignition* (senyawa organik)

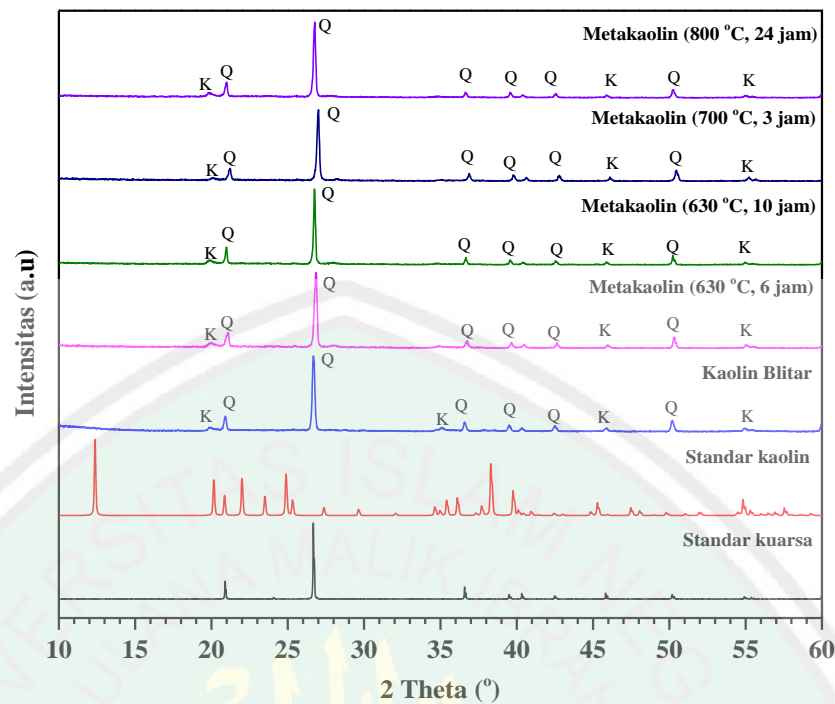
Material pengotor kaolin terutama kuarsa mempunyai komposisi SiO_2 dan berukuran hampir sama dengan kaolin dalam keadaan teragregasi sehingga proses pemurnian dengan menggunakan pengayakan kurang efektif. Mineral kaolin mempunyai struktur pseudoheksagonal berlapis-lapis dengan ukuran 1-10 μm dan dalam keadaan individu biasanya tersusun dari 10 sampai dengan 50 lapisan silika alumina dengan ketebalan lapisan beberapa puluh nanometer hingga beberapa mikrometer (Murray, 2000).

2.2 Perubahan Kaolin Menjadi Metakaolin

Metakaolin adalah bentuk dehidroksi dari mineral kaolinit tanah liat. Kualitas dan reaktivitas metakaolin sangat bergantung pada karakteristik bahan baku yang digunakan. Metakaolin dapat diproduksi dari berbagai sumber primer dan sekunder yang mengandung kaolinit. Metakaolin dapat disintesis melalui dua metode, metode pertama menggunakan proses pemanasan (konvensional), dan metode yang kedua menggunakan proses alkali fusi, yaitu dengan menambahkan NaOH yang disertai dengan pemanasan.

Sintesis metakaolin menggunakan metode pemanasan (konvensional), dapat dilakukan dengan mengkalsinasi kaolin dalam tanur pada suhu tinggi untuk membentuk metakaolin, kemudian hasil sintesis metakaolin dikarakterisasi menggunakan XRD dan XRF (Cahyawati, 2017). Reaksi perubahan kaolin menjadi metakaolin dapat dilihat pada Persamaan 2.1 dan hasil difraktogram metakaolin dapat dilihat pada Gambar 2.2





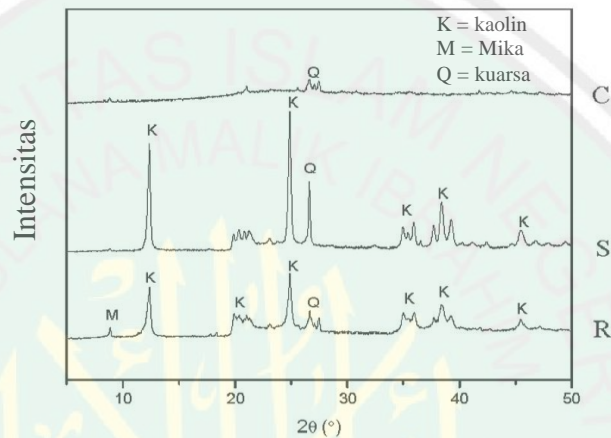
Gambar 2.2 Difraktogram perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode konvensional, dengan K = kaolin, Q = kuarsa (Cahyawati, 2017).

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 2.2, dapat diketahui bahwa perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode konvensional sampai suhu 800°C selama 24 jam masih belum menunjukkan perubahan yang signifikan. Metakaolin yang didapatkan belum membentuk fasa amorf dan masih mengandung kuarsa dan kaolin.

Terbentuknya metakaolin dapat diidentifikasi dari perubahan difraktogram XRD pada sudut $2\theta = 5^{\circ}$ - 38° . Rentang sudut tersebut merupakan indikasi bahwa telah terbentuk kuarsa bebas (SiO_2) yang tidak stabil dan anatase (TiO_2) sebagai hasil sampingnya (Mostafa, dkk., 2011).

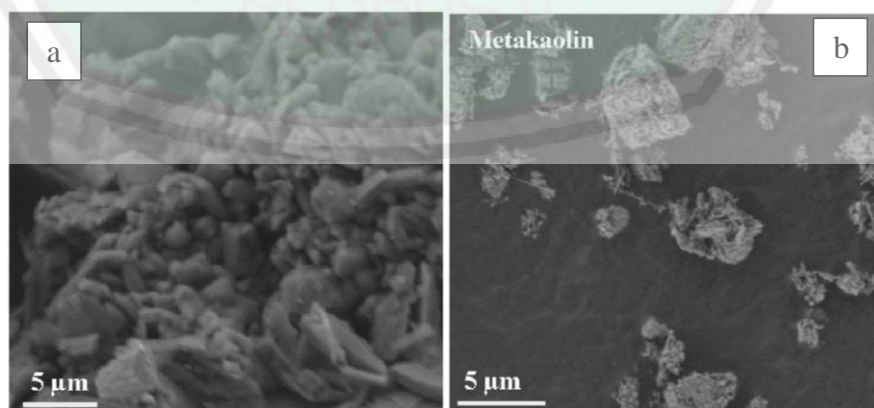
Ayele (2016) mensintesis metakaolin menggunakan dua metode, yaitu metode konvensional dan metode alkali fusi. Untuk sintesis metakaolin

menggunakan metode konvensional dilakukan dengan mengkalsinasi *raw* kaolin dengan temperatur 600°C selama 3 jam, sedangkan sintesis metakaolin menggunakan metode alkali fusi dapat dilakukan dengan mencampurkan 1,25 gram *raw* kaolin dengan 1,5 gram NaOH, kemudian dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 1 jam. Hasil difraktogram sintesis metakaolin dari *raw* kaolin dapat dilihat pada Gambar 2.3, dan morfologi metakaolin dapat dilihat pada Gambar 2.4:



Gambar 2.3 Pola Difraksi (R) kaolin, (S) standard kaolin, (C) metakaolin menggunakan metode alkali fusi (Ayele, 2016)

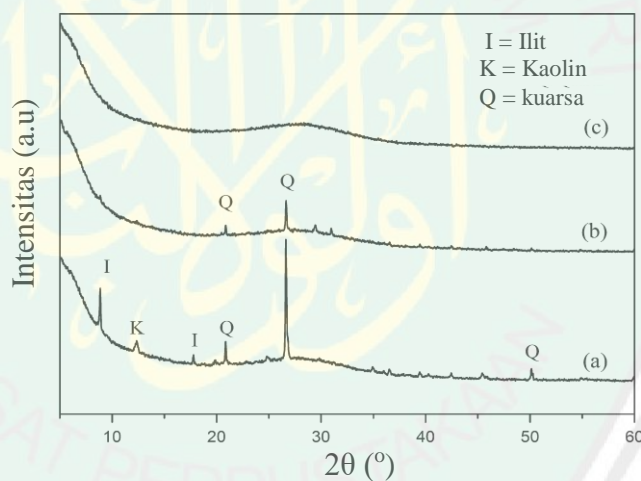
Dilihat dari hasil XRD dapat diketahui bahwa sintesis metakaolin dari kaolin menggunakan metode alkali fusi menjadikan metakaolin dalam bentuk amorf, tetapi masih terdapat pengotor yang mengandung kuarsa.



Gambar 2.4 Morfologi (a) *raw* kaolin dan (b) metakaolin (Ayele, 2016)

Berdasarkan analisis menggunakan SEM, dapat diketahui bahwa bentuk dasar kaolin yaitu pipih dan berlembar-lembar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 (a). Penambahan NaOH yang disertai dengan pemanasan akan mempengaruhi struktur kaolin. Gambar 2.4 (b) menunjukkan bahwa kaolin yang telah diberi NaOH dengan pemanasan mengalami perubahan struktur. Struktur kaolin yang pipih dan berlembar-lembar menjadi rusak dan luas permukaan menjadi meningkat.

Ma, dkk (2013) melakukan sintesis metakaolin dari *low grade* kaolin menggunakan metode alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1,0; 1,5; dan 2,0 disertai dengan pemanasan pada suhu 200°C selama 4 jam. Hasil karakterisasi sintesis metakaolin menggunakan XRD dapat dilihat pada Gambar 2.5



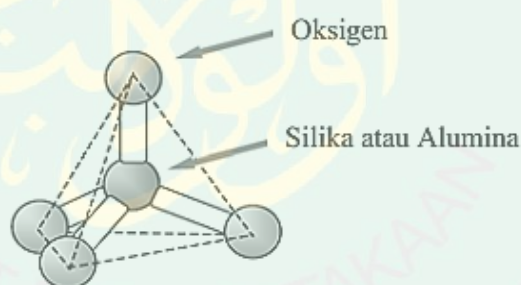
Gambar 2.5 Difraktogram sintesis metakaolin dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin (a) 1,0 (b) 1,5 (c) 2,0 (Ma, 2013).

Hasil yang didapatkan berdasarkan Gambar 2.4 dapat diketahui bahwa pada variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0 metakaolin masih mengandung pengotor kaolin, kuarsa, dan illit, sedangkan metakaolin dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.5 mengandung pengotor kuarsa. Namun pada rasio berat NaOH/kaolin 2.0 telah terbentuk metakaolin amorf.

Pada penelitian ini, akan dilakukan variasi rasio berat NaOH/kaolin untuk mensintesis metakaolin dari *raw* kaolin Blitar. Rasio berat yang digunakan untuk mensintesis metakaolin yaitu 1.0; 2.0; dan 3.0. Hasil sintesis metakaolin terbaik akan digunakan untuk sintesis zeolit.

2.3 Karakteristik Zeolit NaX

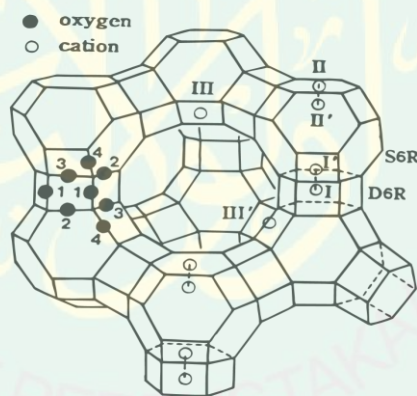
Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral tersebut dihubungkan oleh atom-atom oksigen, yang akhirnya menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Chetam, 1992). Struktur dasar dari zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.6



Gambar 2.6 Struktur Kerangka Zeolit (Haag, 1984)

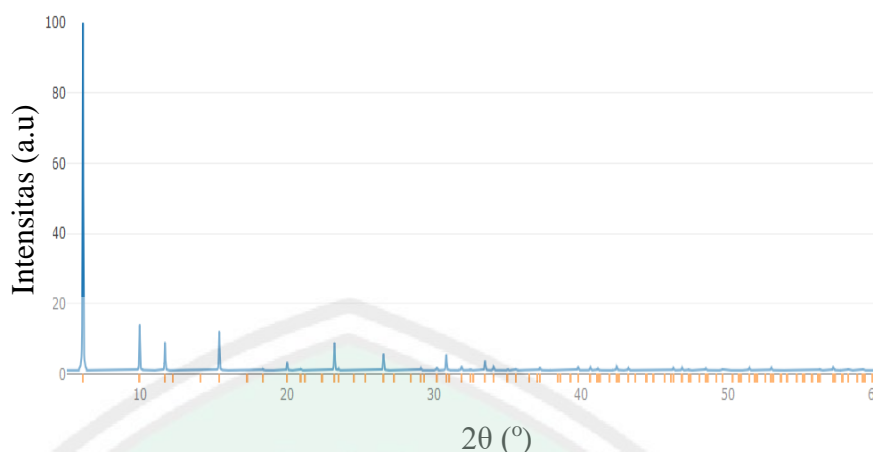
Setiap zeolit dibedakan berdasarkan komposisi kimia, struktur, sifat kimia dan sifat fisika yang terkait dengan strukturnya. Faujasit merupakan jenis zeolit yang tersusun dari 10 unit sangkar beta sebagai unit pembangun sekundernya. Perbedaan faujasit dengan jenis zeolit yang lain adalah pada komposisi dan distribusi kation, rasio Si/Al dan keteraturan Si/Al pada pusat tetrahedral.

Zeolit faujasit terdiri dari beberapa macam zeolit, salah satunya yaitu zeolit X. Zeolit X dengan rumus kimia $\text{Na}_{86}(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106} \cdot 264\text{H}_2\text{O}$ (Widati, dkk., 2010) merupakan salah satu tipe zeolit yang memiliki diameter *supercage* 13 Å dan diameter kerangka sodalit 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi (Thammavong, 2003). Zeolit X memiliki rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 2 sampai 3 (Htun, dkk., 2012). Kerangka zeolit X didasarkan atas unit pembangun kedua yaitu cincin ganda lingkaran 6 (unit D6R). Zeolit ini dibangun oleh unit sodalit yang dihubungkan oleh unit D6R atau prisma heksagonal. Diameter pori-pori struktur bangun yang oktahedral pada titik I, II, dan III, dimana menunjukkan posisi dari kation natrium yang berfungsi sebagai bagian yang bertukar ion (Widayat, dkk., 2012) seperti Gambar 2.7.



Gambar 2.7 kerangka zeolit X (Yeom, dkk., 1997)

Zeolit X dapat dikarakterisasi secara kualitatif menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui strukturnya. Standar difraktogram zeolit X berdasarkan *International Zeolite Association* (IZA) dapat dilihat pada gambar 2.8



Gambar 2.8 Difraktogram zeolit X standar *International Zeolite Association (IZA)*

Berdasarkan difraktogram pada Gambar 2.7, dapat dilihat bahwa puncak pertama zeolit NaX akan muncul pada $2\theta = 6,1^\circ$. Jika puncak pertama yang muncul selain pada nilai 2θ tersebut, maka sintesis zeolit yang dilakukan tidak berhasil.

2.4 Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin Menggunakan Metode Hidrotermal

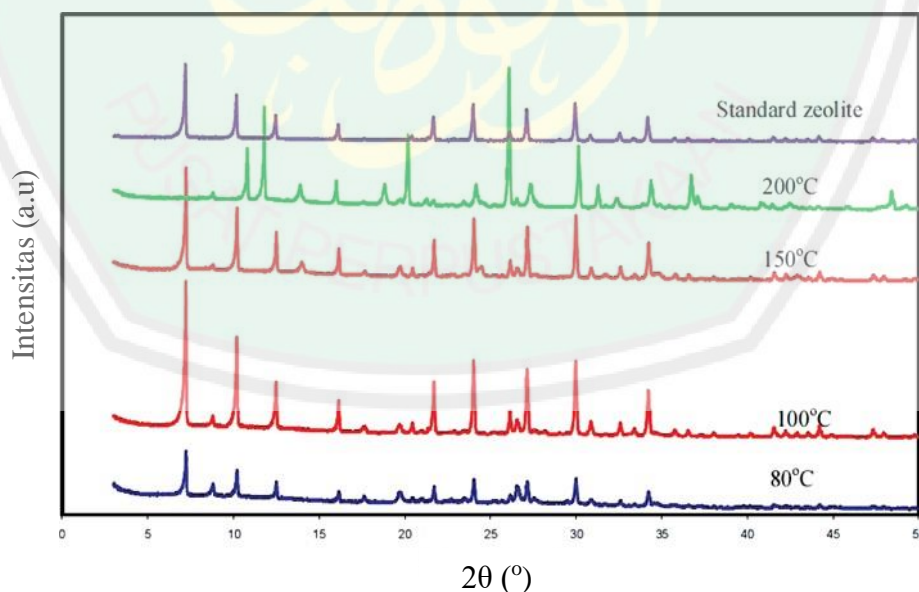
Sintesis zeolit dengan metode hidrotermal dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya yaitu suhu kristalisasi. Suhu kristalisasi berpengaruh besar pada nukleasi dan pertumbuhan dari kristal zeolit (Arshad, 2014). Kenaikan suhu akan menaikkan laju pertumbuhan kristal dan laju nukleasi karena meningkatnya frekuensi tumbukan antara kaolin dengan NaOH (Jumaeri, dkk., 2007). Kristal yang terbentuk pada kondisi suhu yang lebih tinggi akan memiliki ukuran yang lebih kecil (Widiawati, 2005).

Kovo dkk (2012) melakukan sintesis zeolit X dengan menggunakan variasi suhu hidrotermal yaitu 80°C , 100°C , 150°C dan 200°C . Zeolit NaX hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD. Hasil karakterisasi zeolit X menggunakan *X-Ray Diffraction (XRD)* dapat dilihat pada Gambar 2.9 dan hasil karakterisasi

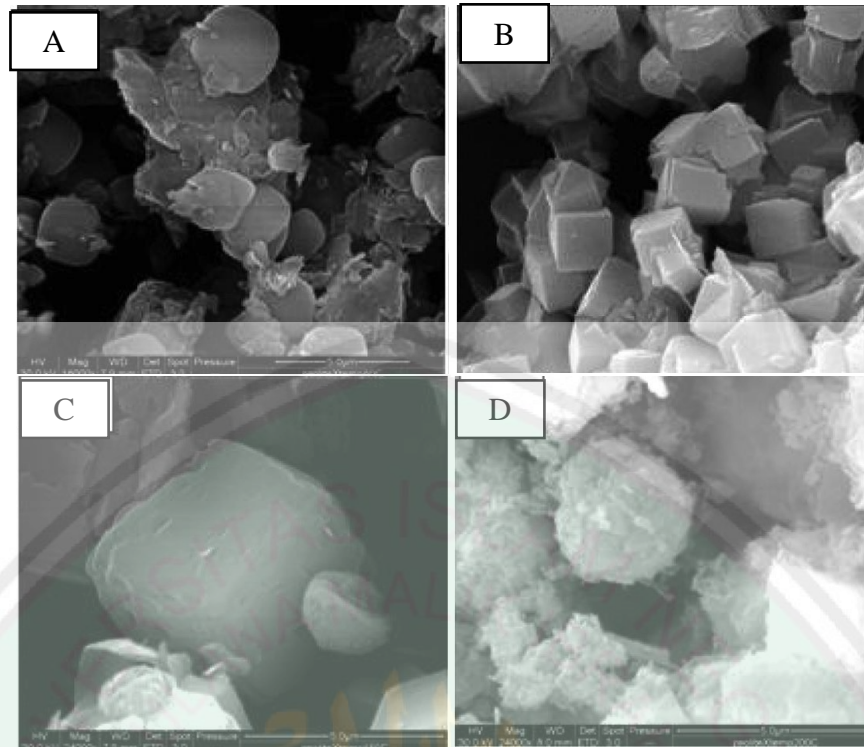
menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dapat dilihat pada Gambar 2.10.

Berdasarkan hasil XRD, sintesis zeolit pada suhu 80°C, terbentuk zeolit X dengan kristalinitas yang sangat rendah. Namun, ketika suhu dinaikkan menjadi 100°C, kristalinitas zeolit X semakin tinggi. Jika suhu dinaikkan menjadi 150°C maka akan terjadi penurunan pada kristalinitas zeolit X dan muncul puncak sodalit. Dan ketika suhu dinaikkan lebih tinggi menjadi 200°C maka terbentuk sodalit murni.

Berdasarkan analisis menggunakan SEM menunjukkan morfologi yang berbeda-beda pada berbagai suhu. Kristal kubik muncul ketika sintesis zeolit X pada suhu 80°C. Peningkatan suhu 100°C dan 150°C mengarah pada pembentukan kristal tunggal zeolit X yang hampir sempurna. Jika suhu ditingkatkan menjadi 200°C, menunjukkan zeolit X telah berubah menjadi sodalit.

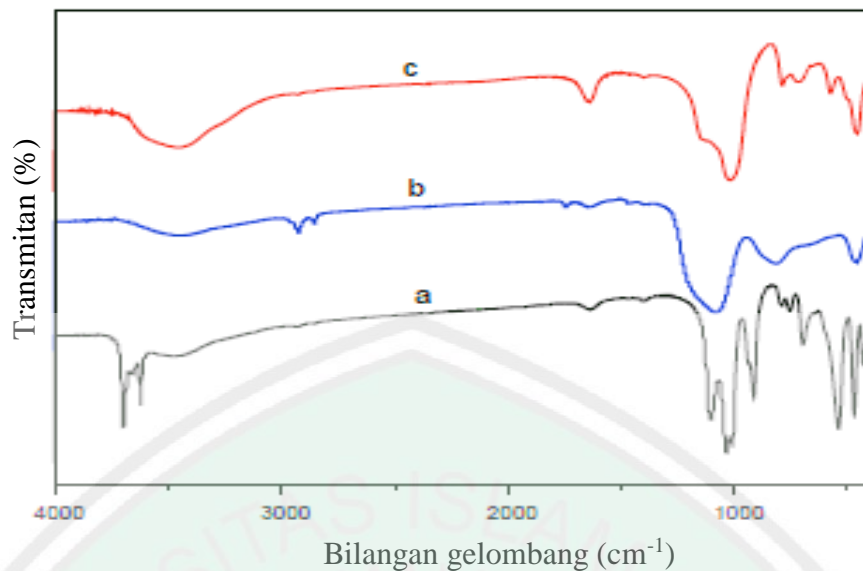


Gambar 2.9 Difraktogram sintesis zeolit X dengan variasi suhu (Kovo, dkk., 2012)



Gambar 2.10 Morfologi zeolit X pada suhu (a) 80°C, (b) 100°C, (c) 150°C, dan (d) 200°C (Kovo, dkk., 2012)

Qiang, dkk. (2010) juga mengkarakterisasi kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX hasil sintesis pada suhu 100°C menggunakan FTIR. Spektra FTIR zeolit NaX sintesis dari kaolin ditunjukkan pada Gambar 2.11. Berdasarkan Gambar 2.11 dapat dilihat bahwa kaolin menunjukkan serapan khas pada 1400 - 400 cm^{-1} , sedangkan metakaolin menunjukkan serapan pada 1100, 800 dan 470 cm^{-1} . Zeolit NaX memiliki pita serapan asimetris (1144 dan 1021 cm^{-1}) dan simetris (789 dan 1719 cm^{-1}) dan vibrasi regangan T-O-T dari sampel NaX hasil sintesis muncul pada bilangan gelombang lebih tinggi (1130, 1005, 784, dan 714 cm^{-1}).



Gambar 2.11 Spektra FTIR (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit NaX (Qiang, dkk., 2010).

Berdasarkan uraian di atas, maka akan dilakukan sintesis zeolit NaX menggunakan suhu hidrotermal 100°C dengan *raw* material kaolin yang diubah menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0.

2.5 Pemanfaatan Kaolin dalam Perspektif Islam

Ilmu tentang mineral merupakan salah satu topik penting yang perlu dikaji dalam perspektif Al-Quran. Upaya peningkatan pemahaman mengenai ayat-ayat Al-Quran perlu dilakukan untuk mengetahui tentang alam semesta. Al-Quran menunjukkan bahwa Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu yang ada di muka bumi ini tanpa ada yang sia-sia. Sebagaimana firman Allah dalam QS. Fathir ayat 27:

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ وَ حُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَعَرَابِيٌّ سُودٌ

Artinya: *“Tidakkah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu Kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya. Dan di antara gunung-gunung itu ada garis-garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan ada (pula) yang hitam pekat” (QS. Fathir: 27).*

Ayat ini menjelaskan tentang bukti-bukti kekuasaan Allah. Isinya adalah ajakan kepada setiap orang untuk berfikir dan memperhatikan ciptaan Allah yang beragam. Keanekaragaman itu tidak hanya terjadi pada buah-buahan, tetapi juga gunung-gunung yang memiliki jalur dan garis-garis yang berwarna putih, merah, dan hitam pekat. Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan oleh adanya perbedaan material yang terkandung dalam bebatuan. Material berwarna merah merupakan besi, hitam merupakan batu bara, hijau merupakan perunggu (Shihab, 2002) dan mineral berwarna putih merupakan kaolin.

Ayat ini menunjukkan bahwa kaolin sudah ada dalam gunung sejak dulu, diisyaratkan dengan warna yang terlihat putih. Berdasarkan kandungan mineral alam berupa kaolin perlu adanya upaya pemanfaatan yang tepat. Pemanfaatan ciptaan Allah SWT di bumi untuk memenuhi kebutuhan hidup agar tidak sia-sia. Salah satu pemanfaatan kaolin untuk meningkatkan daya guna yaitu dengan menjadikan kaolin sebagai bahan baku sintesis zeolit.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Nopember 2017 – April 2018 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya, Laboratorium Pusat Universitas Negeri Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, *magnetic stirrer* (pengaduk magnet), *hot plate*, oven, botol aquades, pH universal, *autoclave*, botol *polypropylene*, mortar dan alu, pH universal, seperangkat alat penyaring vakum, *centrifuge*, *X-Ray Diffraction* (Philip tipe X'Pert MPD), *X-Ray Fluorescence* (XRF), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Varian tipe FT 1000), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) (FEI tipe Inspect S 50).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah kaolin, aquades, kertas saring, natrium hidroksida (NaOH 98%, Merck), HCl, aluminium oksida (Al₂O₃ 99%, Merck).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio berat NaOH/kaolin saat alkali fusi pada sintesis zeolit NaX. Penelitian ini meliputi

karakterisasi kaolin menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi kaolin, XRD untuk mengetahui struktur kaolin. Sintesis metakaolin dilakukan dengan metode alkali fusi yang dilakukan dengan penambahan NaOH disertai dengan pemanasan. Hasil sintesis metakaolin akan dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dalam metakaolin, dan SEM untuk mengetahui morfologi metakaolin.

Sintesis zeolit NaX dilakukan dengan mereaksikan metakaolin dengan H₂O dan Al₂O₃. Kemudian campuran tersebut diaging selama 10 hari. Kristalisasi dilakukan dalam reaktor hidrotermal dengan suhu 100°C selama 2 jam. Hasil sintesis zeolit NaX dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui struktur zeolit NaX, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam zeolit, dan SEM untuk mengetahui bentuk morfologi zeolit NaX.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel kaolin
2. Karakterisasi kaolin menggunakan XRD, XRF, FTIR, dan SEM
3. Pengubahan kaolin menjadi metakaolin
4. Karakterisasi metakaolin menggunakan XRD, FTIR, dan SEM
5. Sintesis zeolit NaX menggunakan metode hidrotermal
6. Karakterisasi zeolit NaX menggunakan XRD, FTIR, dan SEM
7. Analisa data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin (Ismail, dkk., 2013)

Sampel kaolin dicuci menggunakan aquades kemudian dikeringkan. Kaolin kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200-230 mesh. Kaolin yang lolos pada ayakan 200 mesh dan tidak lolos pada ayakan 230 mesh dicuci menggunakan 20 mL HCl 1 M. Diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Kemudian kaolin dicuci dan disaring menggunakan aquades sampai pH 7. Dikeringkan pada suhu 100°C selama 1 jam. Kaolin kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, XRF, FTIR, dan SEM.

3.5.2 Pengubahan Kaolin Menjadi Metakaolin Menggunakan Metode Alkali Fusi (Ayele, 2016)

Sampel metakaolin dengan rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0 disintesis dengan menambahkan NaOH dengan kaolin sesuai pada Tabel 3.1

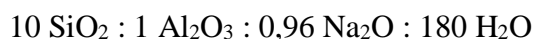
Tabel 3.1 Variasi berat NaOH dan kaolin

Rasio berat NaOH/Kaolin	Berat NaOH (gram)	Berat kaolin (gram)
1.0	4,29	4,29
2.0	8,58	4,29
3.0	12,87	4,29

Campuran digerus selama 30 menit kemudian dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 1 jam. Hasil kalsinasi digerus sampai menjadi serbuk dan dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

3.5.3 Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin Menggunakan Metode Hidrotermal (Chandrasekhar, dkk., 2004)

Sintesis zeolit NaX dilakukan dengan menggunakan rasio molar:



10,8 gram metakaolin ditambah dengan Al₂O₃ sebanyak 0,105 gram dan dicampur dengan 32,4 mL H₂O. Campuran tersebut didiamkan pada suhu kamar selama 10

hari. Kemudian dipanaskan pada suhu 100°C selama 2 jam. Hasil sintesis kemudian disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai pH 9-10 dan dikeringkan pada suhu 100°C selama 1 jam. Selanjutnya hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

3.6 Karakterisasi Material

3.6.1 Karakterisasi Kaolin Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Karakterisasi kaolin dengan menggunakan XRF bertujuan untuk mengetahui unsur-unsur yang terkandung di dalam kaolin. Sampel kaolin dihaluskan hingga menjadi serbuk 200 mesh kemudian diletakkan dalam preparat dan diletakkan dalam *sample holder*. Kemudian disinari dengan radiasi foton 20 kV dan arus 128 uA selama 60 detik.

3.6.2 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus kemudian ditempatkan pada preparat dan ditekan. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α sebesar 1,541 Å dengan sudut 2θ sebesar 5 – 50° dan kecepatan *scan* 3°/menit.

3.6.3 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaX menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan pada sampel kaolin, metakaolin dan zeolit NaX hasil sintesis. Sampel berbentuk serbuk halus sebanyak 10 mg digerus bersama 300 mg serbuk KBr kering didalam mortar agate. Campuran kemudian ditekan untuk mendapatkan 3 mm pellet KBr. Analisis dilakukan dengan bilangan gelombang dari 4000 - 400 cm⁻¹.

3.6.4 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Karakterisasi dengan SEM dilakukan pada zeolit NaX hasil sintesis. Sampel ditempatkan pada *sample holder* sebanyak 5 mg, *sample holder* selanjutnya ditempatkan pada instrument SEM dan dilakukan pengamatan mikrografya mulai perbesaran 5000-20.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.7 Analisa Data

3.7.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Data Hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRF yang diperoleh berupa difraktogram. Puncak yang muncul pada difraktogram tersebut menunjukkan unsur dan tinggi puncak menunjukkan banyaknya unsur yang terkandung dalam kaolin. Hasil difraktogram dari analisis XRF akan ditampilkan dalam bentuk tabel persentase kadar Si dan Al untuk mempermudah mengolah data. Kemudian dari data persentase kadar Si dan Al dihitung rasio molar Si/Al. Jika rasio molar Si/Al kaolin adalah 3, maka kaolin dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk sintesis zeolit NaX.

3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Zeolit NaX Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Data hasil karakterisasi kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX menggunakan XRD diperoleh dalam bentuk difraktogram. Kristalinitas zeolit NaX ditentukan oleh kemunculan puncak pada daerah 2θ . Pola-pola puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui terbentuknya zeolit

NaX. Semakin tinggi intensitas puncak yang terbentuk, maka sintesis zeolit NaX semakin baik.

3.7.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaX Menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Data hasil karakterisasi kaolin, metakaolin dan zeolit NaX dengan FTIR adalah berupa spektra infra merah dari bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Spektra tersebut berupa pola pita-pita serapan infra merah yang muncul pada frekuensi vibrasi spesifik dari gugus-gugus yang ada pada sampel. Pita-pita serapan infra merah tersebut muncul berdasarkan pada % transmittan dan bilangan gelombang. Spektra yang didapatkan kemudian dianalisis berdasarkan munculnya tiap pita serapan yang mengindikasikan gugus-gugus fungsi dari struktur sampel.

3.7.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Zeolit NaX Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Data hasil karakterisasi zeolit NaX menggunakan SEM adalah berupa foto atau gambar morfologi permukaan dari zeolit NaX hasil sintesis. Morfologi dari zeolit NaX akan menunjukkan bentuk kristal dan ukuran zeolit.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel Kaolin

Kaolin mengandung komponen utama silika dan alumina sebagai penyusun kerangka kaolin. Akan tetapi, kaolin yang berasal dari alam mengandung banyak pengotor, baik pengotor fisik maupun pengotor kimia. Preparasi kaolin dilakukan dengan pencucian menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor fisik berupa tanah dan menggunakan HCl 1 M untuk menghilangkan pengotor kimia berupa logam-logam. Perubahan persentase kandungan logam pada kaolin sebelum dan sesudah pencucian menggunakan HCl 1 M dapat diketahui dari hasil analisis menggunakan XRF seperti pada Tabel 4.1.

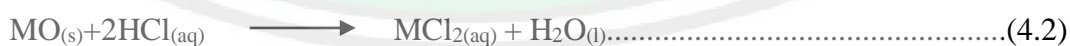
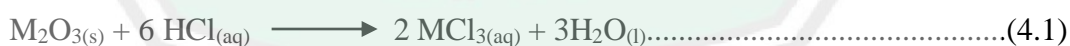
Tabel 4.1 Hasil analisis kandungan unsur dalam kaolin menggunakan XRF

Unsur	Konsentrasi (%)	
	Sebelum dicuci dengan HCl 1 M	Setelah dicuci dengan HCl 1 M
Al	14	9,6
Si	65,7	76,1
K	6,18	6,44
Ca	5,41	1,84
Cr	0,14	0,06
Ti	3,01	3,19
V	0,11	0,091
Mn	0,19	0,20
Fe	2,23	2,27
Ni	0,087	0,03
Cu	0,071	0,093
Yb	0,07	0,06

Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa terjadi penurunan kandungan logam-logam penyeimbang pada kaolin. Selain itu, persentase aluminium setelah

pencucian dengan HCl 1 M juga terjadi penurunan karena alumunium bersifat amfoter (Svehla, 1979). Oleh karena itu pencucian dilakukan dengan konsentrasi HCl 1 M untuk menghindari larutnya alumunium ke dalam asam pekat yang akan berakibat berkurangnya kandungan alumunium dalam kaolin karena alumunium dalam kaolin dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit.

HCl dapat digunakan untuk menghilangkan pengotor-pengotor berupa logam karena HCl mampu mengikat oksida logam seperti CaO dan Al₂O₃ yang bersifat basa atau amfoter. Hal ini dapat terlihat pada Tabel 4.1 bahwa terjadi penurunan persentase kandungan logam Al, Ca, V, Cr, Fe, dan Yb. Namun persentase kandungan logam Si, K, Ti, Mn, Fe, dan Cu meningkat. Oksida logam Ti meningkat karena logam dan oksida logam Ti tidak dapat larut dalam asam klorida dan asam sulfat encer. Selain itu, oksida logam Ti merupakan oksida logam transisi yang stabil sehingga tidak dapat larut dalam asam (Svehla, 1979). Presentase Si juga meningkat karena Si relatif tidak reaktif terhadap asam pada suhu ruang atau pada suhu tinggi (Cotton dan Wilkinson, 1989). Reaksi yang terjadi antara HCl dengan logam pengotor yang terkandung dalam kaolin dapat dilihat pada Persamaan 4.1-4.2.

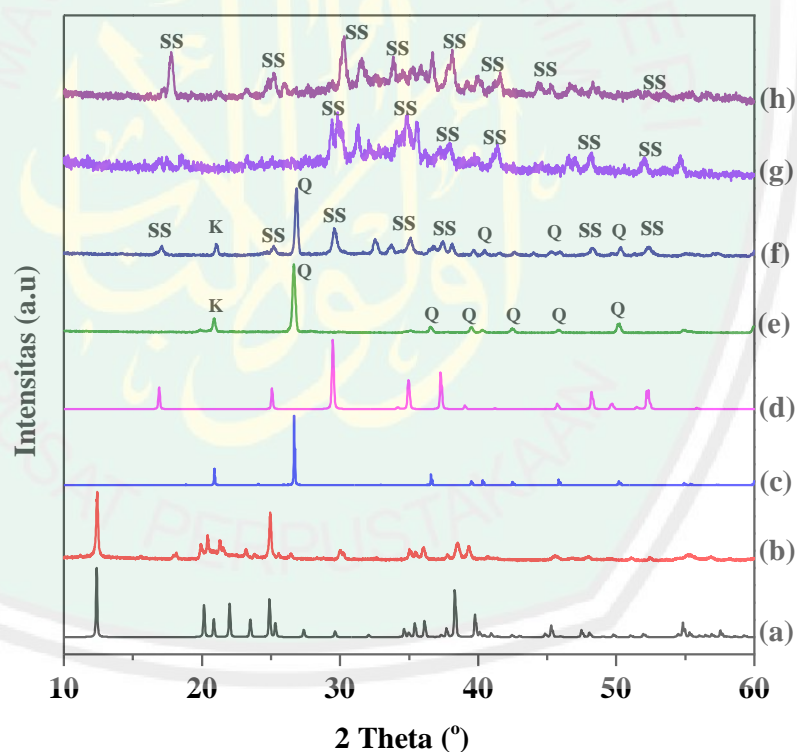


Pencucian kaolin dengan HCl 1 M mengakibatkan adanya anion Cl⁻ yang masih tersisa dalam sampel kaolin. Anion Cl⁻ harus dihilangkan dari sampel kaolin karena akan mengganggu perombakan struktur kaolin oleh NaOH. Jika anion Cl⁻ masih tersisa di dalam sampel kaolin, maka akan bereaksi dengan NaOH dan

membentuk NaCl. Penghilangan anion Cl^- dilakukan dengan pencucian menggunakan aquades sampai pH filtrat kaolin netral (pH 7).

4.2 Perubahan Kaolin Menjadi Metakaolin

Metakaolinisasi merupakan salah satu tahap penting dalam sintesis zeolit dari kaolin. Salah satu prekursor yang dapat digunakan untuk sintesis zeolit NaX adalah metakaolin yang merupakan bentuk dehidroksilasi dari kaolin melalui proses alkali fusi. Kaolin ditingkatkan kereaktifannya melalui proses alkali fusi yang dilakukan dengan variasi rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0.



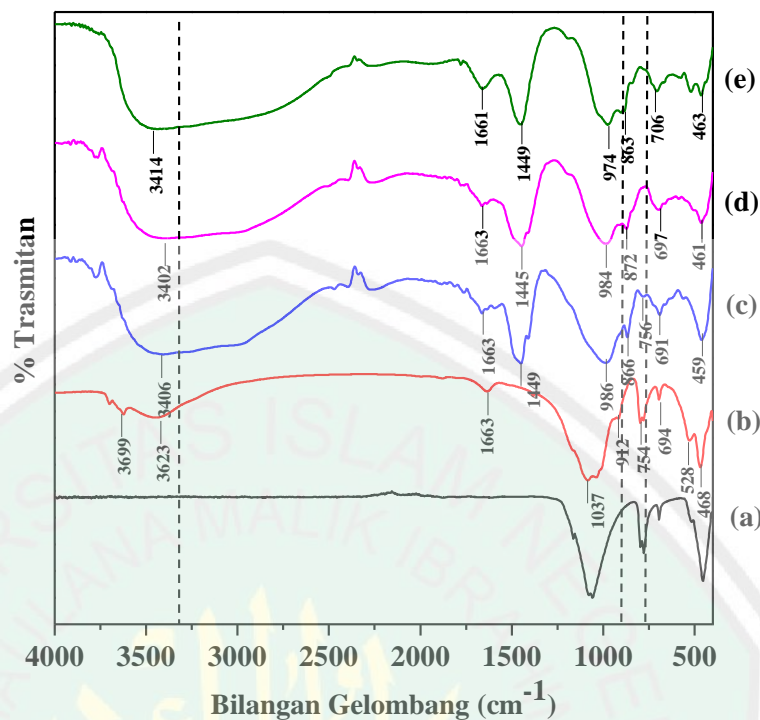
Gambar 4.1 Pola Difraksi (a) standar kaolin ICSD 80082, (b) standar kaolin RRuff R140004, (c) standar kuarsa, (d) standar sodium silikat, (e) kaolin Blitar, (f) NaOH/kaolin 1.0, (g) NaOH/kaolin 2.0, dan (h) NaOH/kaolin 3.0 (K = kaolin, Q = kuarsa, dan SS = sodium silikat).

Hasil karakterisasi XRD kaolin dan metakaolin disajikan pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa kaolin Blitar memiliki adanya satu puncak kaolin, dan banyak terdapat puncak kuarsa. Hal ini menunjukkan bahwa kuarsa lebih mendominasi kaolin Blitar. Pada hasil alkali fusi dengan rasio NaOH/kaolin 1.0 dapat diketahui bahwa kaolin belum berubah menjadi metakaolin, begitu pula kuarsa belum sepenuhnya berubah menjadi sodium silikat. Pada hasil alkali fusi dengan rasio NaOH/kaolin 2.0 dan 3.0 menunjukkan telah hilangnya puncak kuarsa dan terbentuk sodium silikat dan metakaolin, akan tetapi pada rasio NaOH/kaolin 3.0 sodium silikat lebih banyak terbentuk dan mempunyai intensitas yang lebih tinggi.

Terbentuknya sodium silikat dikarenakan kaolin Blitar didominasi oleh kuarsa, sehingga ketika ditambahkan dengan NaOH kuarsa akan berubah menjadi sodium silikat seperti pada Persamaan 4.3 (Pranowo, dkk. 2017):



Sodium silikat tidak mempengaruhi proses sintesis zeolit karena sodium silikat merupakan salah satu sumber silika untuk pembuatan zeolit. Setelah proses alkali fusi NaOH/kaolin 2.0 dan 3.0 menunjukkan puncak sodium silikat serta pada difraktogram metakaolin telah berubah menjadi amorf.



Gambar 4.2 Spektra FTIR (a) standar kuarsa, (b) kaolin Blitar, (c) NaOH/kaolin 1.0; (d) NaOH/kaolin 2.0; (e) NaOH/kaolin 3.0.

Perubahan kaolin menjadi metakaolin dan kuarsa menjadi sodium silikat juga dianalisis menggunakan FTIR. Berdasarkan Gambar 4.2 (a dan b) kaolin Blitar didominasi oleh kuarsa. Hal ini terlihat bahwa spektum kaolin hampir sama dengan standar kuarsa. Perbedaan antara kuarsa dan kaolin terdapat pada bilangan gelombang 3699 cm^{-1} . Serapan ini menunjukkan vibrasi ulur dari lapisan bagian dalam OH yaitu Al-OH dan serapan pada bilangan gelombang 1633 cm^{-1} menunjukkan adanya *water bending*. Kaolin juga memiliki serapan pada bilangan gelombang 1037 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan T-O-T asimetrik oktahedral (T = Si atau Al). Serapan 912 cm^{-1} yang menunjukkan adanya regangan Al-OH oktahedral, 756 cm^{-1} yang menunjukkan adanya silika bebas (kuarsa), dan 528 cm^{-1} yang menunjukkan adanya Si-O-Al bending (Al oktahedral).

Perubahan kaolin akibat penambahan NaOH menyebabkan hilangnya serapan pada bilangan gelombang 3699 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur lapisan bagian dalam OH yaitu Al-OH. Hal ini terjadi akibat pemanasan pada kaolin pada suhu 600°C selama 1 jam, sehingga gugus OH yang terikat pada Al akan lepas. Bilangan gelombang 1037 cm^{-1} mengalami pergeseran ke 986 , 984 , dan 974 cm^{-1} yang menunjukkan regangan T-O-T asimetrik oktahedral berubah menjadi regangan T-O-T asimetrik tetrahedral. Muncul serapan pada bilangan gelombang 866 , 872 , dan 863 cm^{-1} yang menunjukkan adanya perubahan serapan Al-O oktahedral pada kaolin menjadi Al-O tetrahedral. Hal ini menunjukkan bahwa kaolin juga mengalami perubahan menjadi metakaolin, tetapi pada difraktogram metakaolin tidak teramati. Hilangnya serapan pada bilangan gelombang 754 cm^{-1} menunjukkan telah hilangnya silika bebas (kuarsa) pada metakaolin rasio NaOH/kaolin 2.0 dan 3.0. Serapan lain yang muncul pada sodium silikat yaitu pada bilangan gelombang 1445 cm^{-1} yang menunjukkan adanya Na_2CO_3 , 691 , 697 , 706 cm^{-1} yang menunjukkan adanya Si-O *bending*, dan 459 , 461 , 463 cm^{-1} yang menunjukkan adanya T-O-T *bending*.

Berdasarkan spektra FTIR tersebut mengindikasikan adanya gugus alumina tetrahedral pada bilangan gelombang 866 , 872 , dan 863 cm^{-1} , hal ini menandakan bahwa pada proses alkali fusi tidak hanya mengubah kaolin menjadi sodium silikat, tetapi juga mengubah kaolin menjadi metakaolin. Perubahan tersebut tidak teramati pada analisa menggunakan XRD karena metakaolin tidak memiliki struktur yang panjang atau hanya menghasilkan difraktogram yang amorf. Perubahan serapan tersebut menandakan adanya perubahan struktur dari alumina oktahedral pada kaolin menjadi alumina tetrahedral pada metakaolin.

Proses alkali fusi juga menyebabkan munculnya serapan dari vibrasi O-H pada bilangan gelombang 3402 cm^{-1} pada metakaolin rasio 2.0 dan 3414 cm^{-1} pada metakaolin rasio 3.0 yang merupakan serapan dari sodium silikat, serapan tersebut melebar karena sodium silikat yang terbentuk bersifat higroskopis. Muncul pita serapan Na_2CO_3 pada bilangan gelombang 1445 cm^{-1} pada metakaolin rasio 2.0 dan 1449 cm^{-1} pada metakaolin rasio 3.0 karena adanya interaksi antara sodium silikat dengan CO_2 di udara. Reaksi antara sodium silikat dengan CO_2 ditunjukkan pada Persamaan 4.4 (Rodr dan Pfei, 2013):

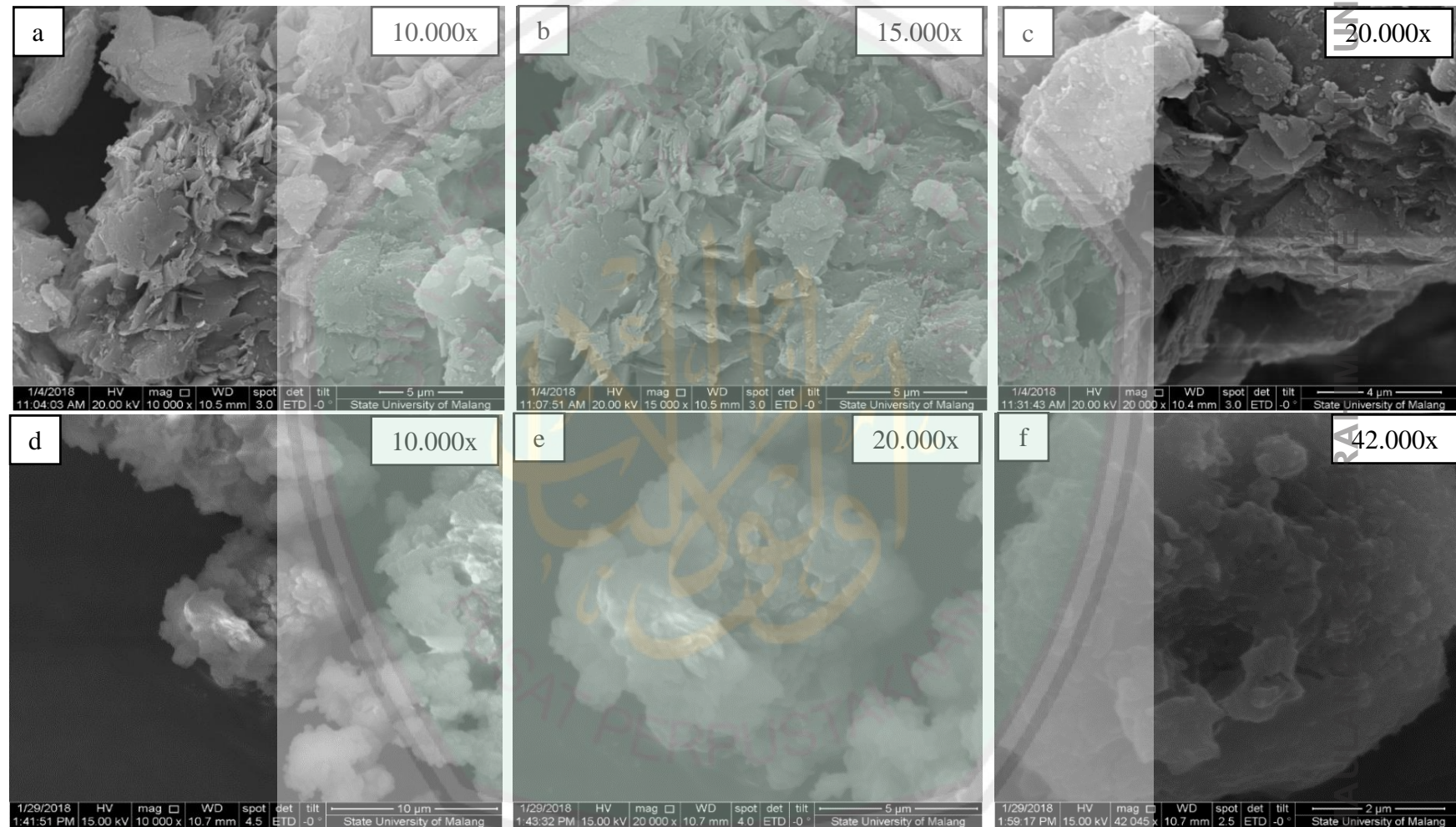


Interpretasi spektra FTIR dari kaolin dan sodium silikat dapat dilihat pada Tabel 4.2.

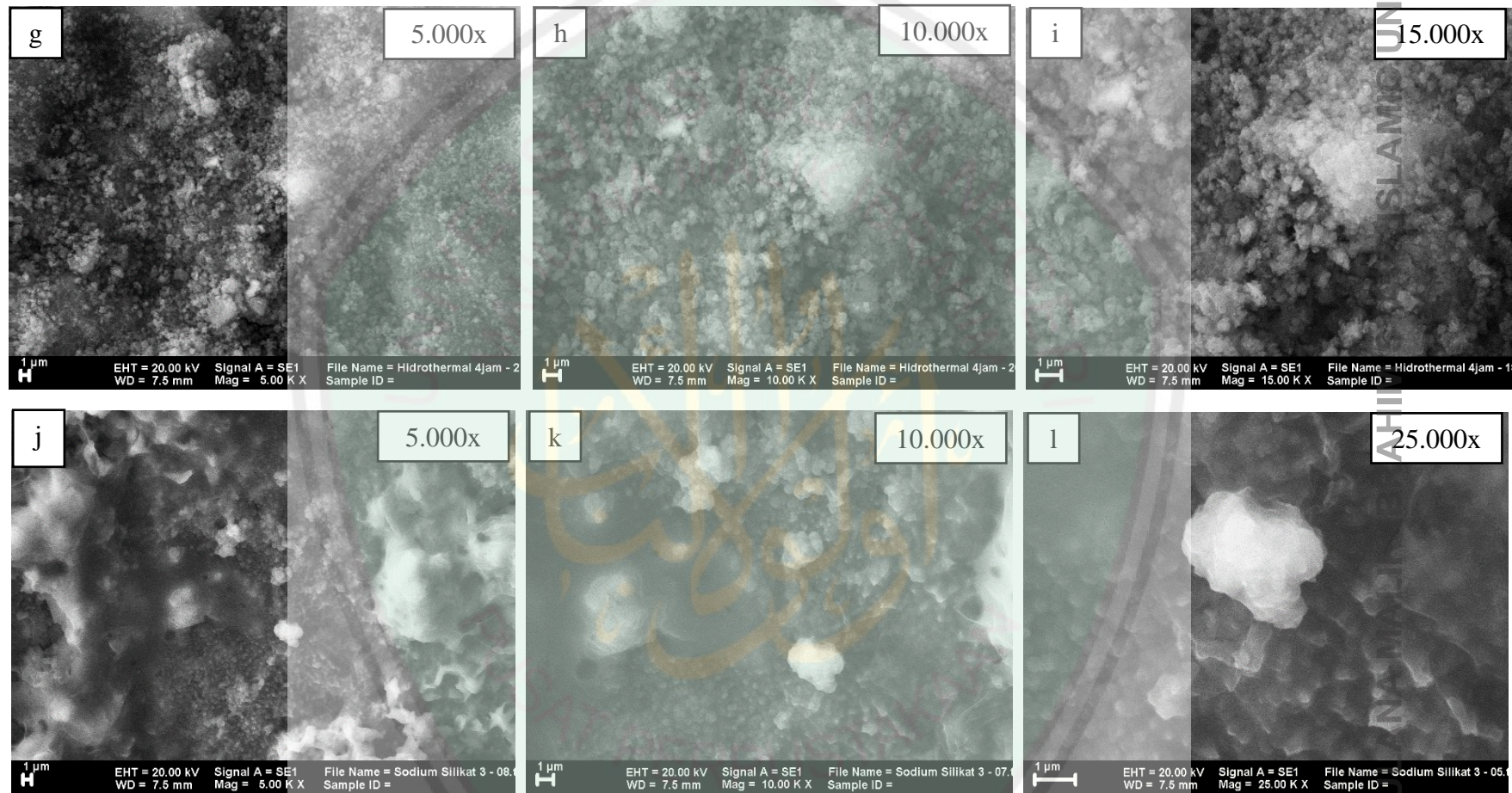
Tabel 4.2 interpretasi spektra FTIR kaolin dan sodium silikat + metakaolin

No	Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Bil. Gel. Referensi (cm^{-1})*	Keterangan
	Kaolin	SS+MK (Rasio)			
		1.0	2.0	3.0	
1	3699	-	-	-	Al-OH <i>stretching</i>
2	3400	3406	3402	3414	3433 Vibrasi OH (sodium silikat)
3	1633	1663	1663	1661	<i>Water bending</i>
4	-	1449	1445	1449	Na_2CO_3
5	1037	986	984	974	1035 Regangan T-O-T asimetrik (tetrahedral)
6	912	-	-	-	Regangan Al-O oktahedral
7	-	866	872	863	Regangan Al-O tetrahedral (Metakaolin)
8	754	756	-	-	800-784 SiO_2 (kuarsa)
9	694	691	697	706	700-686 T-O-T <i>bending</i> simetrik
10	528	515	520	520	T-O-T <i>bending</i> simetrik
11	468	459	461	463	475-468 T-O-T <i>bending</i> asimetrik

T = Si, Al; *Saikia dan Parthasarathy, 2010 (SS = sodium silikat, MK = metakaolin)



Gambar 4.3 Hasil Morfologi SEM (a, b, dan c) kaolin; (d,e, dan f) NaOH/kaolin 1.0



Gambar 4.4 Hasil Morfologi SEM (g, h, dan i) NaOH/kaolin 2.0; (j, k, dan l) NaOH/kaolin 3.0

Perubahan kaolin akibat penambahan NaOH juga dilihat dari morfologinya menggunakan SEM. Analisis morfologi dari kaolin dan hasil alkali fusi dengan variasi rasio berat NaOH/Kaolin 1.0; 2.0; dan 3.0 disajikan pada Gambar 4.3 dan 4.4. Berdasarkan Gambar 4.3 (a, b, dan c) dapat dilihat bahwa morfologi dari kaolin adalah berupa lembaran-lembaran dengan ukuran yang heterogen. Kaolin yang telah diubah menjadi metakaolin memiliki morfologi yang berbeda dengan kaolin. Morfologi dari hasil alkali fusi dengan rasio NaOH/kaolin 1.0 (Gambar d, e, dan f) menunjukkan masih adanya lembaran-lembaran kaolin. Hasil alkali fusi dengan rasio NaOH/kaolin 2.0 pada Gambar 4.4 (g, h, dan i) menunjukkan telah hancurnya lembaran-lembaran kaolin. Sifat dari metakaolin lebih reaktif dibandingkan kaolin, sehingga akan mempercepat proses terbentuknya kerangka zeolit. Hasil alkali fusi dengan rasio NaOH/kaolin 3.0 (Gambar j, k, dan l) juga menunjukkan telah hancurnya lembaran-lembaran kaolin, akan tetapi bersifat higroskopis karena morfologinya terlihat seperti awan (*cloudy*).

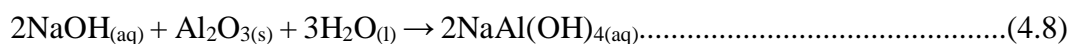
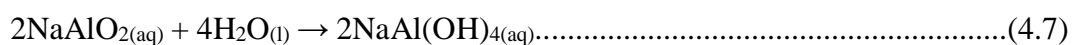
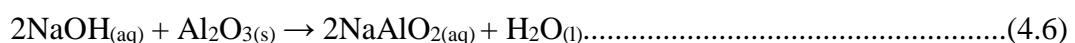
Analisis menggunakan XRD menunjukkan adanya struktur kristalin dari sodium silikat, sedangkan analisa menggunakan SEM menunjukkan morfologi yang tidak beraturan. Perbedaan analisis tersebut disebabkan karena XRD menunjukkan *inner structure* dari kristal seperti fasa dan kristalinitas serta ukuran kristal, sementara analisis menggunakan SEM menunjukkan sisi *outer* dari sampel seperti morfologi permukaan dan ukuran partikel, atau dengan kata lain analisis menggunakan SEM hanya menunjukkan permukaan yang terlihat, sementara XRD lebih ke arah kristal yang terbentuk.

Dilihat dari hasil XRD, NaOH/kaolin 2.0 memiliki difraktogram yang lebih amorf daripada NaOH/kaolin 1.0 dan 3.0, sedangkan hasil Spektra FTIR tidak

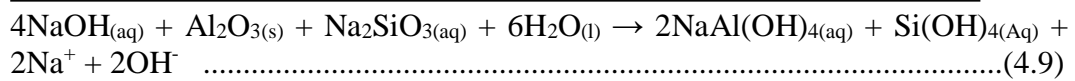
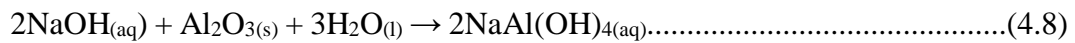
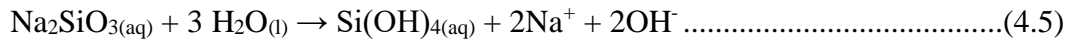
menunjukkan perbedaan serapan yang signifikan antara NaOH/kaolin 1.0, 2.0, dan 3.0. Hasil SEM NaOH/kaolin 2.0 juga menunjukkan morfologi tidak beraturan yang menunjukkan terbentuknya sodium silikat + metakaolin yang memiliki sifat lebih reaktif dan kurang higroskopis. Sehingga untuk sintesis zeolit NaX digunakan hasil alkali fusi NaOH/kaolin 2.0.

4.3 Sintesis Zeolit NaX

Sintesis zeolit NaX dari metakaolin dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Sintesis zeolit NaX sangat dipengaruhi oleh rasio dan kebasaaan. Perbandingan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan untuk membuat zeolit NaX yaitu 10 dan perbandingan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yaitu 0,96. Rasio NaOH yang cocok untuk sintesis zeolit NaX yaitu pada hasil alkali fusi NaOH/kaolin 2.0 karena nilai perbandingan rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang mendekati 1. Berdasarkan hasil XRF kaolin Blitar, perbandingan Si/Al yaitu sebesar 7,92 sehingga perlu adanya penambahan Al_2O_3 agar perbandingan rasio Si/Al menjadi 5. NaOH dalam sintesis zeolit NaX berfungsi sebagai pengarah struktur pada proses kristalisasi. Ion Na^+ akan membentuk struktur berongga pada zeolit. Reaksi yang terjadi saat pembuatan zeolit NaX dapat dilihat pada Persamaan 4.5-4.11

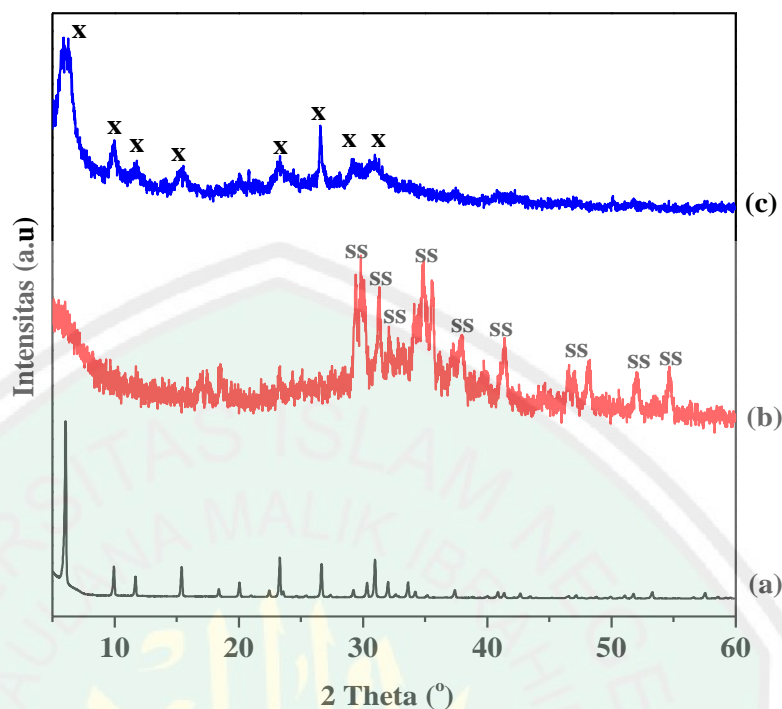


Penjumlahan reaksi pada Persamaan 4.6 dan 4.8:



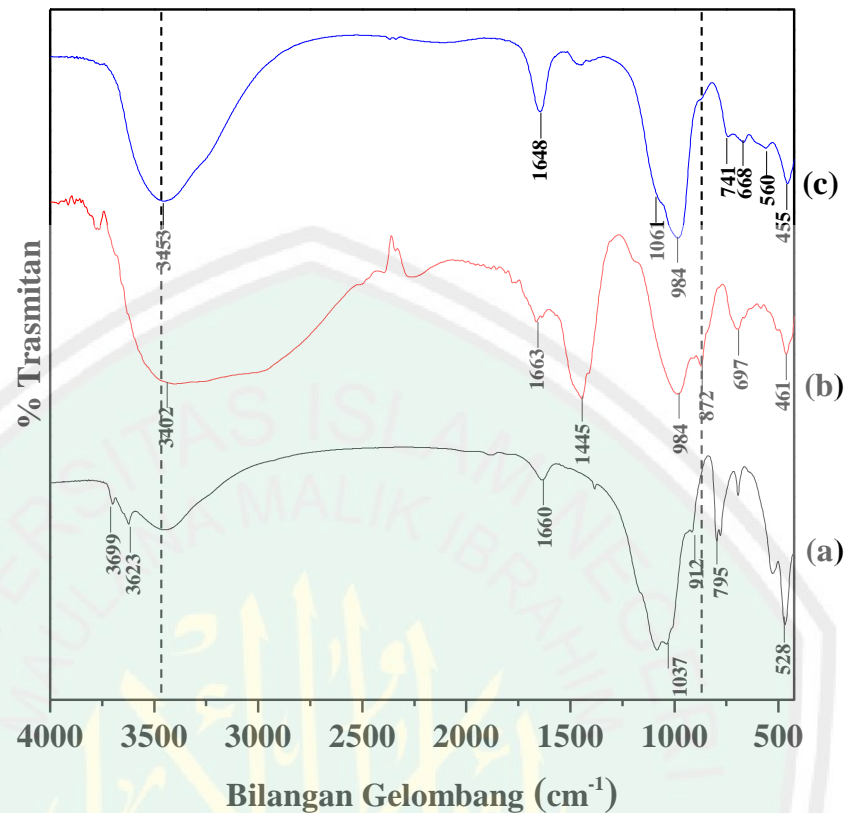
Sodium silikat hasil dari proses alkali fusi bereaksi dengan air membentuk spesi silikat (Persamaan 4.5) dan sisa NaOH pada sodium silikat ketika ditambah dengan alumina membentuk spesi sodium aluminat (Persamaan 4.6) yang kemudian mejadi spesi aluminat $[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$. Spesi silikat yang terbentuk bersifat sangat reaktif karena memiliki pasangan elektron bebas yang berasal dari atom O. Jadi, spesi silikat yang reaktif akan bereaksi dengan spesies aluminat membentuk aluminosilikat. Reaksi tersebut terjadi saat proses aging. Proses aging berfungsi untuk mengontrol pertumbuhan kristal dan akan menghasilkan produk dengan ukuran kristal yang seragam, hal ini disebabkan jumlah silikat yang masuk ke dalam polimer aluminosilikat semakin banyak sehingga inti yang terbentuk lebih seragam (Johnson dan Arsyad, 2014).

Proses aging yang telah berjalan selama 10 hari akan dilanjutkan dengan proses kristalisasi yang bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk selama proses aging dan juga untuk menyempurnakan pertumbuhan kristal. Kristalisasi menyebabkan campuran aluminosilikat mengalami penataan ulang sehingga strukturnya lebih teratur. Hasil sintesis dianalisa menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral yang terbentuk.



Gambar 4.5 Pola difraksi (a) standar zeolit NaX, (b) NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin); dan (c) zeolit NaX (NaOH/kaolin 2.0) 100°C, 2 jam

Berdasarkan Gambar 4.5 (c) menunjukkan bahwa sintesis zeolit pada suhu 100°C selama 2 jam telah membentuk zeolit NaX murni. Sodium silikat dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit, sehingga sodium silikat dapat berubah sepenuhnya menjadi zeolit NaX. Zeolit NaX dapat disintesis menggunakan waktu yang singkat selama 2 jam karena reaktan telah melalui proses aging selama 10 hari, serta apabila menggunakan waktu yang lama akan membentuk hidroksi sodalit (Ghrib, 2016). Berhasilnya sintesis zeolit NaX disebabkan karena rasio Si/Al zeolit NaX yang rendah (<5) dan kebasaan zeolit NaX yang tinggi ($\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1$) (Johnson dan Arsyad, 2014).



Gambar 4.6 Spektra FTIR (a) kaolin, (b) NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin), dan (c) zeolit NaX

Keberhasilan sintesis zeolit dari NaOH/kaolin 2.0 selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR yang disajikan pada Gambar 4.6 dan interpretasinya disajikan pada Tabel 4.3. Berdasarkan Gambar 4.6 (c) dan Tabel 4.3 untuk zeolit menunjukkan daerah serapan yang muncul pada bilangan gelombang 3453 cm⁻¹ adanya serapan dari regangan O-H dan pada bilangan gelombang 1648 cm⁻¹ menunjukkan vibrasi tekuk dari H₂O (Scorates, 1994). Serapan pada bilangan gelombang 1061 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya regangan T-O-T asimetrik eksternal, 984 cm⁻¹ menunjukkan regangan T-O-T asimetrik internal. Hilangnya serapan pada bilangan gelombang 872 cm⁻¹ menunjukkan hilangnya Al-OH pada

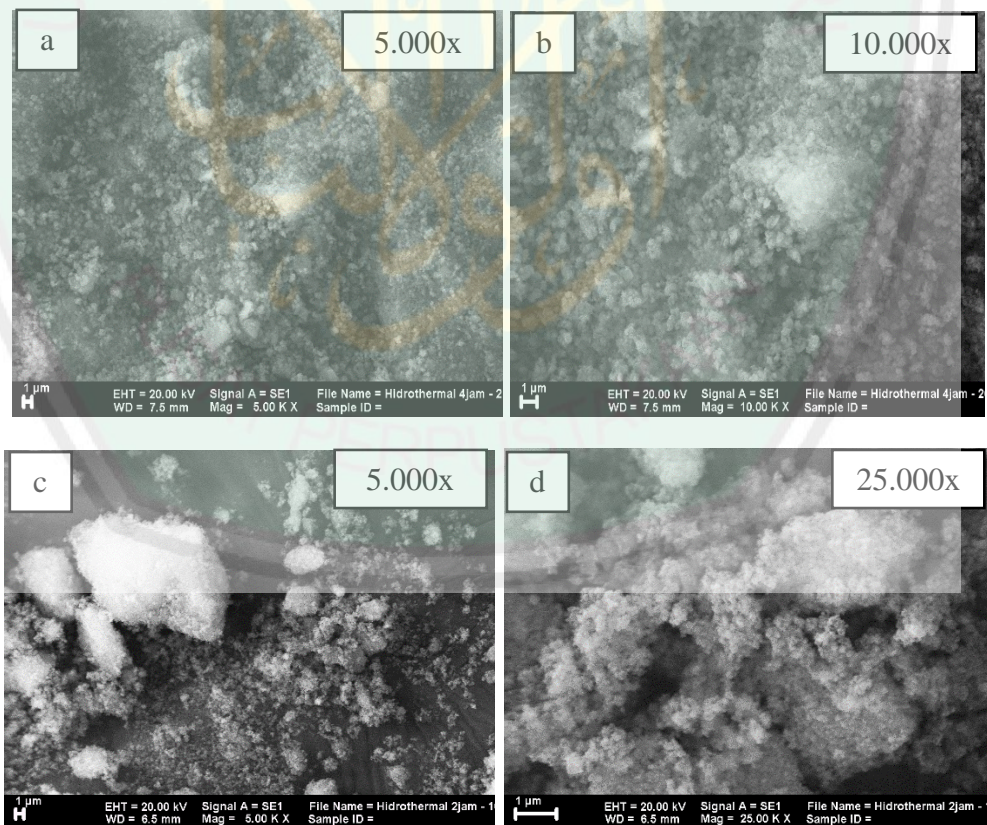
metakaolin. Serapan pada bilangan gelombang 741 cm^{-1} menunjukkan adanya T-O-T simetrik eksternal, 668 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan T-O-T simetrik internal dan 560 cm^{-1} mencirikan adanya vibrasi cincin ganda D6R (Pena dan Rondon, 2013). Serapan pada bilangan gelombang 455 cm^{-1} menunjukkan adanya T-O-T *bending*. Hal ini menunjukkan telah berubahnya struktur kaolin dan NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin) menjadi zeolit.

Tabel 4.3 Interpretasi spektra FTIR zeolit NaX

No	Referensi*	Bilangan gelombang (cm^{-1})			Jenis Vibrasi
		Kaolin	SS+MK (NaOH/kaolin 2.0)	Zeolit	
1	3600-3100**	3699	3400	3453	Regangan O-H
2	1650-1600**	1633	1640	1648	Water bending
3	-	-	1445	-	Na_2CO_3
4	1120-1000	1037	-	-	Regangan T-O-T asimetrik tetrahedral
5	-	-	-	1061	Regangan T-O-T asimetrik eksternal tetrahedral
6	1250-920	-	984	984	Regangan T-O-T asimetrik internal
7	-	912	-	-	Al-OH oktahedral <i>bending</i>
8	-	-	872	-	Al-OH tetrahedral (metakaolin)
9	-	795	-	-	Silika bebas (kuarsa)
10	820-720	-	-	741	Regangan T-O-T simetrik eksternal
11	-	694	697	-	Regangan T-O-T simetrik
12	-	-	-	668	Regangan T-O-T simetrik internal
13	-	-	-	560	Regangan D6R
14	650-500	528	-	-	Si-O-Al bending oktahedral
15	500-450	-	461	455	T-O-T <i>bending</i>

*Flanigen, dkk. (1991); **Socrates (1994) (SS=sodium silikat, MK=metakaolin)

Morfologi dari zeolit hasil sintesis dapat diidentifikasi dengan menggunakan SEM. Hasil karakterisasi SEM zeolit hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.8. Perubahan kaolin akibat penambahan NaOH menjadi zeolit juga dapat dilihat dari kenampakan morfologinya menggunakan SEM. Analisis morfologi dari kaolin yang telah melalui proses alkali fusi dan zeolit dapat dilihat pada Gambar 4.7. Berdasarkan Gambar 4.7 (a dan b) dapat dilihat bahwa kaolin yang telah melalui proses alkali fusi NaOH/kaolin 2.0 memiliki morfologi yang tidak beraturan. Zeolit NaX (Gambar c dan d) terlihat tidak memiliki perbedaan morfologi dengan Gambar a dan b. Hal ini sesuai dengan hasil XRD yang menunjukkan zeolit hasil sintesis dari kaolin yang membentuk NaX dengan kristalinitas yang rendah.



Gambar 4.7 Hasil Morfologi SEM (a dan b) NaOH/kaolin 2.0 (sodium silikat + metakaolin); (c dan d) zeolit NaX

4.4 Sintesis Zeolit dalam Perspektif Islam

Penelitian mengenai Sintesis Zeolit NaX dari Kaolin Menggunakan Alkali Fusi dengan Variasi Rasio Berat NaOH/Kaolin ini merupakan penelitian yang memanfaatkan bahan tambang berupa kaolin. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Fathir ayat 27 yang menerangkan bahwa Allah memiliki kekuasaan dalam menciptakan gunung-gunung dengan bermacam-macam warna. Ujung kalimat pada surat Fathir ayat 27 yang berbunyi جَدَّدَ menurut para mufasir berarti bermacam-macam warna. Warna-warna tersebut mengartikan mineral-mineral yang terkandung seperti besi, tembaga, perak, alumunium, mangan, dan lain sebagainya. Hal ini sesuai dengan hasil XRF dari kaolin yang juga mengandung logam-logam besi, tembaga, mangan, alumunium, dan lain sebagainya.

Hasil dari penelitian tentang sintesis zeolit NaX dari kaolin ini menunjukkan bahwa zeolit yang dihasilkan masih amorf. Hal ini dapat disebabkan oleh metode dan parameter dalam sintesis zeolit masih belum optimal. Tidak dihasilkannya zeolit NaX dengan kristalinitas tinggi dalam penelitian ini telah Allah SWT jelaskan dalam surat Al-Furqon ayat 2 bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah memiliki kadar dan ukuran tertentu. Begitu halnya dengan sintesis zeolit NaX ini harus memperhatikan metode yang digunakan untuk menghasilkan produk yang mirip dengan zeolit alam, baik dalam segi rasio NaOH/kaolin, suhu kristalisasi, waktu aging, dan rasio Si/Al yang digunakan.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya: “Yang kepunyaan-Nya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.”

Sebagaimana surat Al-Furqon ayat 2, hasil dari penelitian sintesis zeolit NaX yang mempunyai kristalinitas yang rendah merupakan suatu kehendak Allah yang membuat peneliti agar lebih memikirkan dan memahami metode yang digunakan. Namun meskipun hasil penelitian masih mempunyai kristalinitas yang rendah, zeolit NaX hasil sintesis dari kaolin masih dapat dimanfaatkan misalnya sebagai adsorben, katalis, dll sehingga ada hikmah yang diperoleh dari penelitian ini.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Kaolin Blitar memiliki kandungan kuarsa yang sangat tinggi. Perubahan kaolin menjadi metakaolin pada rasio 1.0 masih terdapat puncak kuarsa dan muncul sedikit sodium silikat, sedangkan pada rasio 2.0 dan 3.0 muncul puncak sodium silikat dan terbetuk sedikit metakaolin. Karakteristik gugus fungsi dari kaolin dan metakaolin menunjukkan serapan dari kaolin yang hilang pada spektra metakaolin yaitu pada daerah 1037, 912 dan 795 cm^{-1} . Kaolin memiliki morfologi berupa lembaran-lembaran, sedangkan metakaolin memiliki morfologi yang tidak beraturan. Hal ini menunjukkan berhasilnya perubahan kaolin menjadi material yang lebih reaktif.
2. Sintesis zeolit NaX dari metakaolin rasio 2.0 menghasilkan zeolit NaX murni tetapi dengan intensitas yang rendah. Karakteristik gugus fungsi zeolit NaX menunjukkan terdapat serapan khas pada daerah 984, 741, dan 560 cm^{-1} yang merupakan puncak khas zeolit faujasit. Zeolit NaX terlihat tidak memiliki perbedaan morfologi dengan metakaolin.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai cara sintesis zeolit dengan kristalinitas tinggi. Adapun kemungkinan caranya adalah dengan menggunakan kaolin murni agar perubahan menjadi ke metakaolin lebih maksimal, serta dengan mengubah rasio Si/Al, waktu pemeraman, serta suhu dan waktu kristalisasi untuk mendapatkan zeolit NaX dengan kristalinitas yang tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

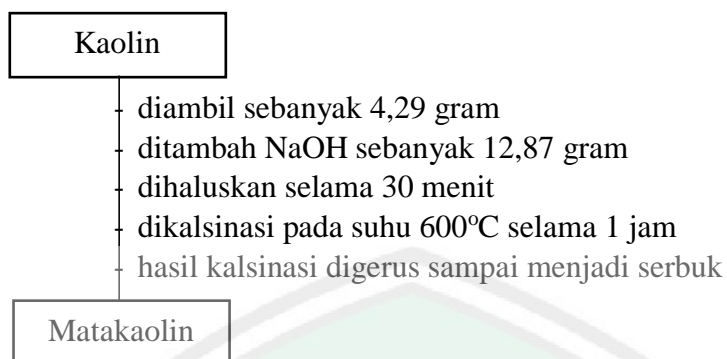
- Alkan, M., Hopa, Ç., Yilmaz, Z., & Güler, H. (2005). The effect of alkali concentration and solid/liquid ratio on the hydrothermal synthesis of zeolite NaA from natural kaolinite. *Microporous and Mesoporous Materials*, 86(1–3), 176–184.
- Aroke, U., Nafaty, E., dan Osha O. 2013. Properties and Characterization of Kaolin Clay from Alkalari, North- Eastern Nigeria. *International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering*, 3: 11.
- Arshad, E. dan Johnson, E. B. G. (2014). Hydrothermally Synthesized Zeolites Based on Kaolinite: A Review. *Applied Clay Science*, 97-98, 215-221.
- Ayele, L., Pérez-Pariente, J., Chebude, Y., & Díaz, I. (2016). Conventional versus alkali fusion synthesis of zeolite A from low grade kaolin. *Applied Clay Science*, 132–133, 485–490.
- Cahyawati, M. (2017). Sintesis Dan Karakterisasi Zeolit Nay Dari Kaolin Dengan Variasi Suhu Kristalisasi Menggunakan Metode Hidrotermal. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang.
- Chandrasekhar, S., & Pramada, P. N. (2004). Kaolin-based zeolite Y, a precursor for cordierite ceramics. *Applied Clay Science*, 27(3–4), 187–198.
- Chandrasekhar, S., & Pramada, P. N. (2008). Micro-wave Assisted Synthesis of Zeolite A from Metakaolin. *Microporous and Mesoporous Materials*. 108: 162-161.
- Chetam, D. A. (1992). *Solid State Compound*. Oxford: Oxford University Press.
- Cotton dan Wilkinson. (1989). *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Darmawan, R. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Na-A dari Kaolin dan Metakaolin Sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada Limbah Logam Laboratorium. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sain dan Teknologi UIN Malang.
- Fakhri, J. (2010). Sains dan teknologi dalam Al-Quran dan Implementasinya dalam Pembelajaran. *TA'BID*. 15(01), 122-142.
- Flanigen, E. (1991). *Zeolite in Industrial Separation and Catalysis*. Weinheim: Wiley.VCH Verlag GmbH & Co.
- Ghrib, Y., Srasra, N.F., dan Srasra, E. (2016). Synthesis of NaX and NaY Zeolites from Tunisian Kaolinite as Base Catalyst: An Investigation of Knoevenagel Condensation. *Journal of The Chinese Chemical Society*, 63, 1-10.

- Haag, W. O., R. M. Lago., dan P. B. Weisz. (1984). The Active Site Of Acidic Aluminosilicate Catalysts. *Nature*, 309, 589-591.
- Hartati, H., Widati, A. A., Dewi, T. K., & Prasetyoko, D. (2017). Direct Synthesis of Highly Crystalline ZSM-5 from Indonesian Kaolin. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 12(2), 251.
- Htun, M. M. H., Htay, M. M., and Lwin, M. Z. (2012). *Preparation of Zeolite (NaX, Faujasite) from Pure Silica and Alumina Sources*. Singapore: International Conference on Chemical Processes and Environmental Issues (ICCEI'2012).
- Ismail, M. A., Eltayeb, M. A., dan Abdel, Mage M.A. (2013). Elimination of Heavy Metals from Aqueous Solution Using Zeolite LTA Synthesis from Sudanese Clay. *Journal of Chemical Sciences. International Science Congress Association*, 5, 93-98.
- Jumaeri., Kusumaningtyas, R. D., dan Lestari, W. T. (2007). Preparasi dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal. *Prosiding Kongres dan Simposium Nasional Kedua MKICS 2007*, 1-7.
- Kovo, A. S. (2012). Effect Of Temperature On The Synthesis Of Zeolite X From Ahoko Nigerian Kaolin Using Novel Metakaolinization Technique. *Chemical Engineering Communications*, 199(6), 786-797.
- Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C., & Li, D. (2014). Synthesis and characterization of 13X zeolite from low-grade natural kaolin. *Advanced Powder Technology*, 25(2), 495-499.
- Murray, H. H. (2000). Traditional and new Application for kaolin, smectit, and polygroskite. A general Oview. *Appl Clay Sci*, 17, 207-221.
- Mostafa, A. A., Youssef, N.F., Sorrou, M.H., Tewfik, S.R., dan Shalaan, H.F. (2011). Utilitation of Egyptian Kaolin for Zeolite A Preparation and Performance Evaluation. *IPCBE*, 6, 43-48.
- Pena, Y dan Rondon, W. 2013. Linde Type A Zeolite and Type Y Faujasite as a Solid-Phase for Lead, Cadmium, Nickel, and Cobalt Preconcentration and Determination Using a Flow Injection System Coupled to Flame Atomic Absorption Spectrometry. *American Journal of Analytical Chemistry*, 4: 387-397.
- Qiang, L., Ying, Z., Zhijun, C., Wei, G., Lishan, C. (2010). Influence of Synthesis Parameters on the Crystallinity and Si/Al Ratio of NaY Zeolite Synthesized from Kaolin. *Pet. Sci*, 7, 403-409.
- Ríos, C. A., Williams, C. D., & Castellanos, O. M. (2012). Crystallization of low silica Na-A and Na-X zeolites from transformation of kaolin and obsidian by alkaline fusion. *Cristalizacion de Zeolitas Na-A Y Na-X Bajas En Sílice*

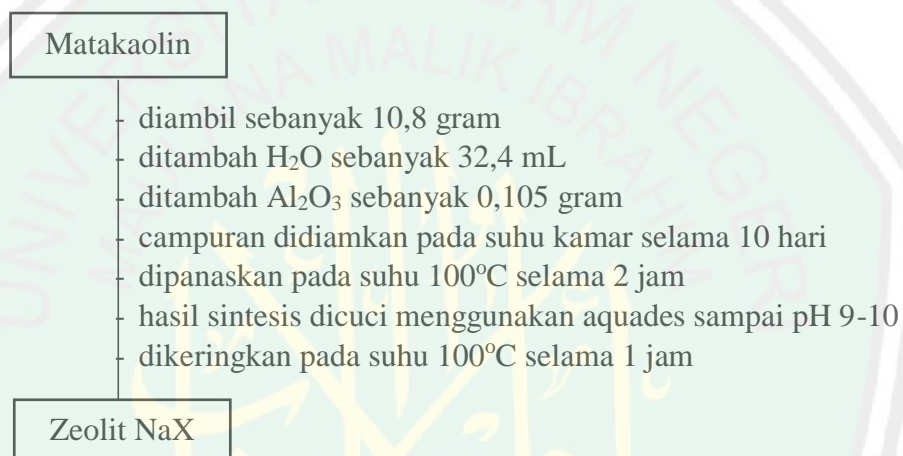
a Partir de La Transformación de Caolín Y Obsidiana Por Fusión Alcalina., 14(2), 125–137.

- Rios, C. A., Williams, C. D., dan Fullen, M. A. (2012). Crystallization of low silica Na-A and Na-X zeolites from transformation of kaolin and obsidian by alkaline fusion. *Ingeniería y Competitividad*, 14(2), 125-137.
- Saikia, B. J dan Parthasarathy, G. 2010. Fourier Transform Infrared Spectroscopic Characterization of Kaolinite from Assam and Meghalaya, Northeastern India. *J. Mod. Phys*, 1: 206-210.
- Sesarrita, A., Suryono, A., dan Sarwono. (2015). Kualitas Pelayanan Publik Bidang Penanaman Modal (Studi di Kantor Pelayanan Terpadu Satu Pintu). *Reformasi*. Vol. 5, No. 1, ISSN 2088-7469 (paper), ISSN 2407-6864 (online).
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an Vol. 8*. Jakarta: Lentera Hati.
- Socrates, G. 1994. Infrared Characteristic Group and Frequencies Tables and Charts Second Edition. New York: John Wiley & Sons.
- Svehla. 1979. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Tan, K. H. (1995). *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Thammavong, S., 2003, Studies of Synthesis, Kinetics, And Particle Size Of Zeolite X From Narathiwat Kaolin. *Tesis*. Thailand: Suranaree University of Technology.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H. dan Rahmawati, R. (2010). Synthesis of Zeolite a from Baggase and Its Antimicrobial Activity on *Candida albicans*. *Jurnal MIPA*. 15 (2): 78-81.
- Widayat, Sadikky, A., dan Anggraeni, H. (2012). Proses Produksi Katalis Zeolit X dan Uji Aktivitas Dalam Proses Penukaran Ion Kalsium. *Jurnal Teknik*. 33(1) ISSN: 0852-168.
- Widiawati. (2005). Sintesis Zeolit dari Abu Ketel Asal PG Tasikmadu Ragam Zeolit pada Berbagai Konsentrasi Natrium Aluminat. *Skripsi*. Surakarta: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Yeom, Y. H., Se, B. J., and Yang, K., (1997). Three Crystal Structures of Vacuum-Dehydrated Zeolite X, $M_{46}Si_{100}Al_{92}O_{384}$, $M = Mg^{2+}$, Ca^{2+} , and Ba^{2+} . *J. Phys. Chem.* Korea: Department of Chemistry, Pusan National University, 101, 6914-6920.

c. Metakaolin dengan rasio berat NaOH/kaolin = 3.0

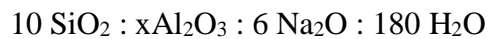


3. Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin Menggunakan Metode Hidrotermal



Lampiran 2. Perhitungan

1. Rasio Molar Zeolit NaX



Rasio molar Si/Al kaolin Blitar = 5,45

$$\text{Hasil XRF kaolin : Si} = 65,4 \% \longrightarrow \frac{\text{Si}}{\text{Al}} = \frac{65,4}{12} = 5,45$$

$$\text{Al} = 12 \%$$

2. Sintesis Metakaolin

a. Massa kaolin yang ditambahkan

$$\text{SiO}_2 = 0,1 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Gram SiO}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr SiO}_2 \\ &= 0,1 \text{ mol} \times 60,082 \text{ gram/mol} \\ &= 6,0082 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Gram Si} = \frac{\text{Ar Si}}{\text{Mr SiO}_2} = \frac{28,082}{60,082} \times 6,0082 \text{ gram} = 2,8082 \text{ gram}$$

$$\text{Kaolin yang diperlukan} = \frac{100 \%}{65,4 \%} \times 2,8082 \text{ gram} = 4,29 \text{ gram}$$

b. Massa NaOH yang ditambahkan

1. NaOH/kaolin = 1.0

$$\text{NaOH} = 1 \times 4,29 \text{ gram} = 4,29 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaOH} = \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}} = \frac{4,29 \text{ gram}}{40 \text{ gram/mol}} = 0,10 \text{ mol}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 0,5 \times \text{mol NaOH} = 0,05 \text{ mol}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = \text{mol Na}_2\text{O} \times \text{Mr Na}_2\text{O}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = 0,05 \text{ mol} \times 62 \text{ gram/mol} = 3,1 \text{ gram}$$

$$\text{Metakaolin} = \text{gram Na}_2\text{O} + \text{Kaolin} = 7,39 \text{ gram}$$

2. NaOH/kaolin = 2.0

$$\text{NaOH} = 2 \times 4,29 \text{ gram} = 8,58 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaOH} = \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}} = \frac{8,58 \text{ gram}}{40 \text{ gram/mol}} = 0,21 \text{ mol}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 0,5 \times \text{mol NaOH} = 0,105 \text{ mol}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = \text{mol Na}_2\text{O} \times \text{Mr Na}_2\text{O}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = 0,105 \text{ mol} \times 62 \text{ gram/mol} = 6,51 \text{ gram}$$

$$\text{Metakaolin} = \text{gram Na}_2\text{O} + \text{Kaolin} = 10,8 \text{ gram}$$

3. NaOH/kaolin = 3.0

$$\text{NaOH} = 3 \times 4,29 \text{ gram} = 12,87 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaOH} = \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}} = \frac{12,87 \text{ gram}}{40 \text{ gram/mol}} = 0,32 \text{ mol}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 0,5 \times \text{mol NaOH} = 0,16 \text{ mol}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = \text{mol Na}_2\text{O} \times \text{Mr Na}_2\text{O}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = 0,16 \text{ mol} \times 62 \text{ gram/mol} = 9,92 \text{ gram}$$

$$\text{Metakaolin} = \text{gram Na}_2\text{O} + \text{Kaolin} = 14,21 \text{ gram}$$

Jadi massa yang ditambahkan untuk sintesis metakaolin:

1. Kaolin 4,29 gram
2. NaOH untuk rasio NaOH/kaolin 1.0 = 4,29 gram
3. NaOH untuk rasio NaOH/kaolin 2.0 = 8,58 gram
4. NaOH untuk rasio NaOH/kaolin 3.0 = 12,87 gram

3. Sintesis Zeolit NaX

a. Massa Si dan Al dalam 4,29 gram kaolin

$$\text{Berat Si} = \frac{65,4 \%}{100 \%} \times 4,29 \text{ gram} = 2,8 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Si} = \frac{2,8 \text{ gram}}{\text{Ar}} = \frac{2,8 \text{ gram}}{28,082 \text{ gram/mol}} = 0,0997 \text{ mol}$$

$$\text{Berat Al} = \frac{12 \%}{100 \%} \times 4,29 \text{ gram} = 0,51 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Al} = \frac{0,51 \text{ gram}}{\text{Ar}} = \frac{0,51 \text{ gram}}{26,982 \text{ gram/mol}} = 0,0189 \text{ mol}$$

b. Rasio Si/Al yang diinginkan

$$\text{Rasio Si/Al} = 5$$

Mol Al yang dibutuhkan :

$$\frac{\text{Si}}{\text{Al}} = \frac{0,0997 \text{ mol}}{\text{mol Al}} = 5$$

$$\text{Mol Al} = 0,01994 \text{ mol}$$

$$\text{Berat Al yang dibutuhkan} : 0,01994 \text{ mol} \times 26,982 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} = 0,538 \text{ gram}$$

c. Al₂O₃ yang perlu ditambahkan

Berat Al yang dibutuhkan – Berat Al dalam kaolin

$$0,538 \text{ gram} - 0,51 \text{ gram} = 0,028 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Mr Al}_2\text{O}_3}{\text{Ar Al}} \times 0,028 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{101,964 \text{ gram}}{26,982 \text{ mol}} \times 0,028 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = 0,105 \text{ gram}$$

d. Na₂O yang diperlukan

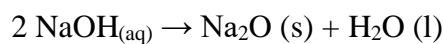
$$\frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{SiO}_2} = \frac{6}{10} = 0,6$$

$$\text{Mol SiO}_2 = 0,1 \text{ mol}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 0,6 \times 0,1 \text{ mol} = 0,06 \text{ mol}$$

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = 0,06 \text{ mol} \times 62 \text{ gram/mol} = 3,72 \text{ gram}$$

e. NaOH yang ditambahkan



$$0,06 \text{ mol Na}_2\text{O} = 0,12 \text{ NaOH}$$

$$0,12 \text{ mol} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$$

$$\text{Massa NaOH} = 0,12 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}$$

$$\text{Massa NaOH} = 4,8 \text{ gram}$$

Misal NaOH : 99 %

$$\frac{100 \%}{99 \%} \times 4,8 \text{ gram} = 4,848 \text{ gram}$$

f. H₂O yang ditambahkan

$$\frac{\text{H}_2\text{O}}{\text{SiO}_2} = \frac{180}{10} = 18$$

$$\text{Mol SiO}_2 = 0,1 \text{ Mol}$$

$$\text{Mol H}_2\text{O} = 0,1 \text{ mol} \times 18 = 1,8 \text{ mol}$$

$$\text{Massa H}_2\text{O yang dibutuhkan} = 1,8 \text{ mol} \times 18 \text{ gr/mol} = 32,4 \text{ gram} = 32,4 \text{ mL}$$

$$\text{Massa air dalam padatan Al}_2\text{O}_3 = \frac{1\%}{100\%} \times 1,455 \text{ gram} = 0,0145 \text{ gram}$$

Jadi massa H₂O yang ditambahkan :

$$32,4 \text{ gram} - 0,0145 \text{ gram} = 32,385 \text{ gram}$$

Jadi, massa yang dibutuhkan untuk sintesis zeolit NaX:

1. Al₂O₃ 0,105 gram
2. Metakaolin 10,8 gram
3. H₂O 32,4 mL

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

Larutan HCl 1 M (BM = 35,5 g/mol) dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl pekat 37% dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan pengenceran adalah sebagai berikut:

Konsentrasi HCl dalam Molar :

$$\text{HCl } 37\% \left(\frac{b}{b} \right) = \frac{37 \text{ g HCl}}{100 \text{ g Larutan}}$$

$$\rho = 1.19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$\frac{100 \text{ g}}{1.19 \text{ g}} = \frac{x}{1 \text{ mL}}$$

$$100 \text{ gram} = 1.19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}} \times X$$

$$X = \frac{100 \text{ g}}{1.19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} = 84.03 \text{ mL} = 0.08403 \text{ L}$$

$$M = \frac{n}{v}$$

$$n = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} = \frac{37 \text{ gram}}{36.5 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} = 1,01 \text{ mol}$$

$$M = \frac{1.01 \text{ mol}}{0.08403 \text{ L}} = 12.063 \text{ M}$$

$$\text{Pengenceran HCl: } M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,3 \text{ mL}$$

Untuk membuat larutan HCl 1 M sebanyak 100 mL maka diambil 8,3 mL larutan HCl pekat 37% dan dimasukkan dalam Beaker glass dengan akuades dimasukkan terlebih dahulu. Setelah HCl ditambahkan, kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan lagi akuades hingga 100 mL.

Lampiran 4. Data Karakterisasi XRF Kaolin

1. Hasil karakterisasi XRF kaolin alam Blitar

2017 12:06:00

Sample results

Pa

Sample ident
E 1135 (Kaolin)

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	29-dec-2017 11:35:59
Position	1

Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Yb
Conc	14	65,7	3,1	6,18	5,41	3,01	0,11	0,14	0,19	2,23	0,087	0,071	0,07
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

2. Hasil karakterisasi XRF kaolin hasil pencucian dengan HCl 1M

2017 13:36:43

Sample results

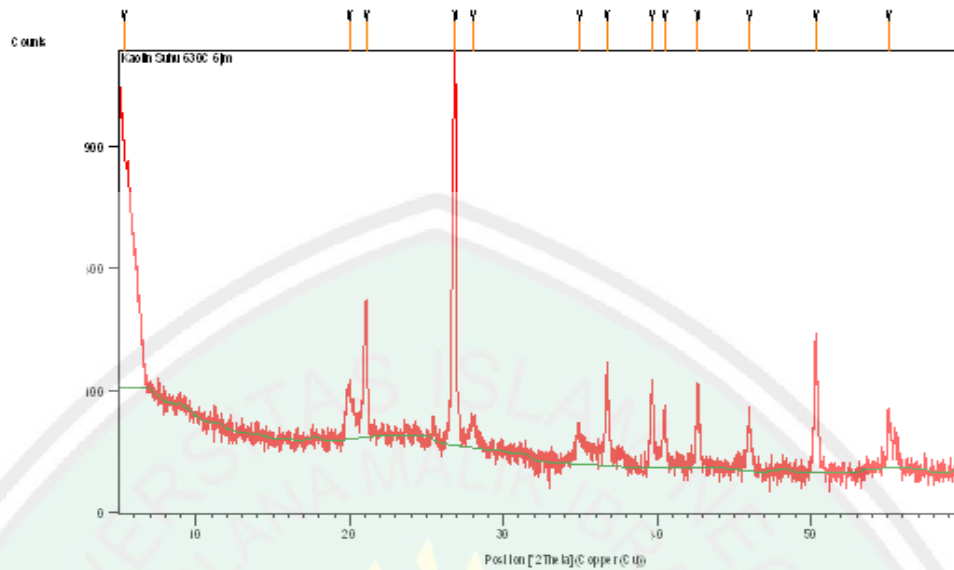
Sample ident
E 1136 (Kaolin purifikasi)

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	29-dec-2017 11:37:59
Position	2

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Yb
Conc	9,6	76,1	6,44	1,84	3,19	0,091	0,05	0,20	2,27	0,03	0,093	0,06
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Lampiran 5. Data Karakterisasi XRD

1. Hasil XRD kaolin alam Blitar

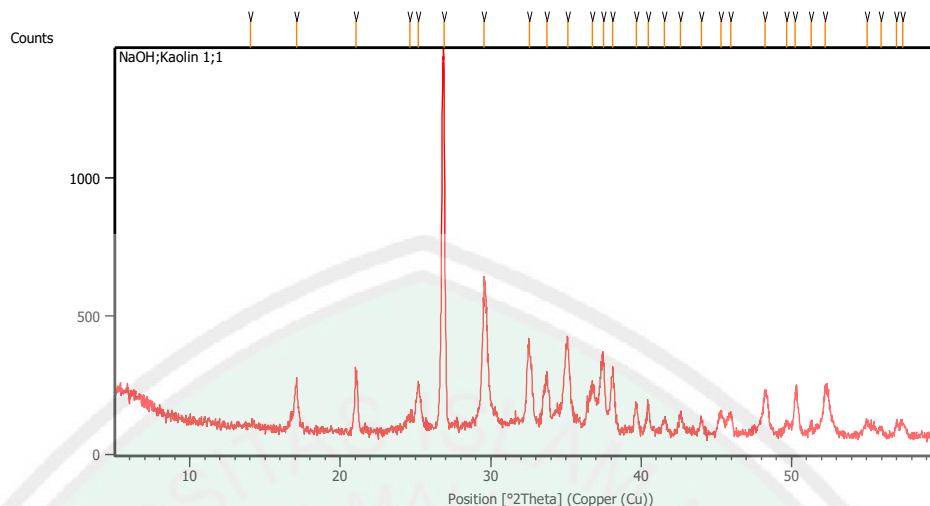


L.5.1 Hasil XRD kaolin alam blitar

Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.9902	140.08	0.8029	14.75467	3.66
8.8532	43.91	0.6691	9.98862	1.15
17.7955	16.19	0.4015	4.98435	0.42
19.8860	124.23	0.1673	4.46484	3.25
20.8845	740.66	0.1506	4.25358	19.36
24.1264	19.93	0.5353	3.68886	0.52
26.6594	3826.02	0.1840	3.34385	100.00
27.9053	61.52	0.2676	3.19732	1.61
30.1077	14.59	0.5353	2.96826	0.38
35.1342	112.81	0.2342	2.55427	2.95
36.4985	305.28	0.1004	2.46186	7.98
37.8090	30.90	0.4015	2.37950	0.81
39.4293	269.86	0.1020	2.28348	7.05
39.5525	311.64	0.0669	2.27853	8.15
40.3153	148.81	0.1004	2.23717	3.89
42.4304	215.33	0.1632	2.12865	5.63
42.6150	148.27	0.1020	2.12512	3.88
45.7823	160.13	0.1428	1.98030	4.19
48.0499	13.27	0.6528	1.89200	0.35
50.1012	491.46	0.0816	1.81924	12.85
50.2411	529.67	0.0612	1.81450	13.84
54.8195	145.50	0.2040	1.67329	3.80
54.9977	144.80	0.1224	1.67243	3.78
57.2840	13.04	0.4896	1.60701	0.34

2. Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 1.0 (600°C selama 1 jam)

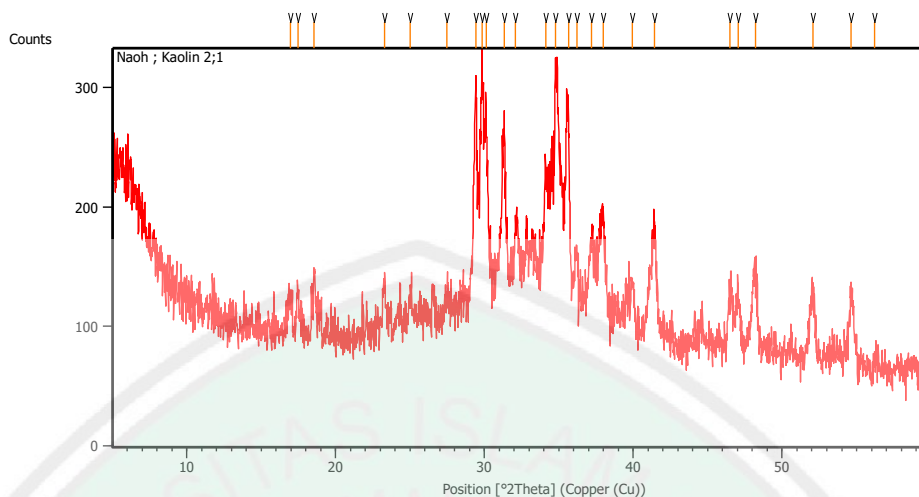


L.5.2 Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 1.0 (600°C selama 1 jam)

Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.0838	176.78	0.1673	5.19035	13.54
21.0359	219.38	0.1171	4.22331	16.80
25.1984	165.48	0.2007	3.53430	12.67
26.8850	1305.85	0.2007	3.31629	100.00
29.5701	490.42	0.3346	3.02099	37.56
32.5617	293.05	0.1171	2.74995	22.44
33.7398	155.94	0.1171	2.65658	11.94
35.1311	308.35	0.2676	2.55449	23.61
36.7829	149.51	0.2007	2.44348	11.45
37.4871	248.01	0.3011	2.39918	18.99
38.1015	207.81	0.2342	2.36190	15.91
39.6880	92.69	0.2007	2.27107	7.10
40.4810	95.64	0.1673	2.22839	7.32
41.5457	41.51	0.2676	2.17371	3.18
42.5991	60.37	0.2007	2.12237	4.62
44.0362	42.84	0.1673	2.05638	3.28
45.3291	82.61	0.3346	2.00069	6.33
45.9590	69.24	0.2676	1.97473	5.30
48.2529	152.25	0.1673	1.88608	11.66
49.6888	41.00	0.2007	1.83488	3.14
50.2356	144.05	0.2342	1.81619	11.03
51.3130	31.42	0.2342	1.78056	2.41
52.2330	162.65	0.2007	1.75134	12.46
55.0094	50.19	0.2676	1.66934	3.84
55.9515	26.50	0.2007	1.64345	2.03
56.9881	52.26	0.1338	1.61599	4.00
57.3888	46.48	0.3346	1.60566	3.56

3. Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 2.0 (600°C selama 1 jam)

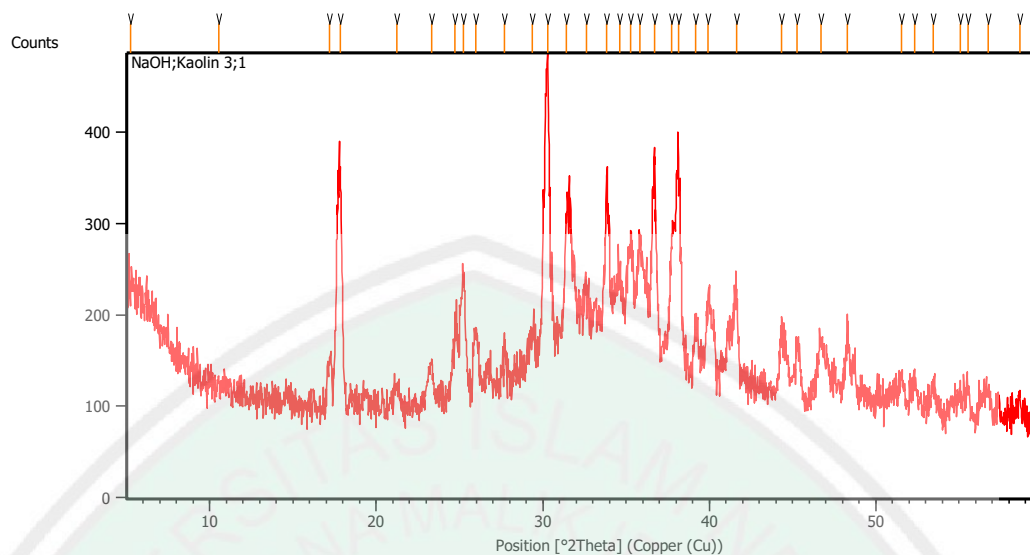


L.5.3 Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 2.0 (600°C selama 1 jam)

Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.9630	26.09	0.3346	5.22705	11.36
17.4497	35.53	0.2007	5.08235	15.48
18.5309	42.52	0.2676	4.78817	18.52
23.2661	41.51	0.2007	3.82328	18.08
25.0211	34.37	0.2007	3.55894	14.97
27.4626	35.11	0.4015	3.24785	15.29
29.4356	200.59	0.1004	3.03449	87.37
29.8491	211.50	0.1673	2.99339	92.12
30.1272	173.44	0.1673	2.96639	75.54
31.3334	179.79	0.1004	2.85489	78.31
32.0860	99.17	0.2342	2.78963	43.19
34.1403	136.02	0.2676	2.62633	59.24
34.7693	229.60	0.1338	2.58024	100.00
35.6382	191.23	0.2007	2.51930	83.29
36.2144	75.07	0.1673	2.48052	32.70
37.1754	83.68	0.2676	2.41858	36.45
37.9636	109.68	0.3346	2.37016	47.77
39.9279	50.38	0.2007	2.25797	21.94
41.4436	96.55	0.2342	2.17883	42.05
46.4881	40.83	0.2007	1.95348	17.78
47.0409	49.35	0.2676	1.93180	21.49
48.1924	69.18	0.2676	1.88830	30.13
52.0584	52.23	0.3346	1.75680	22.75
54.6369	64.11	0.2007	1.67984	27.92
56.2206	10.52	0.2676	1.63622	4.58

3. Hasil XRD NaOH/kaolin rasio 3.0 (600°C selama 1 jam)

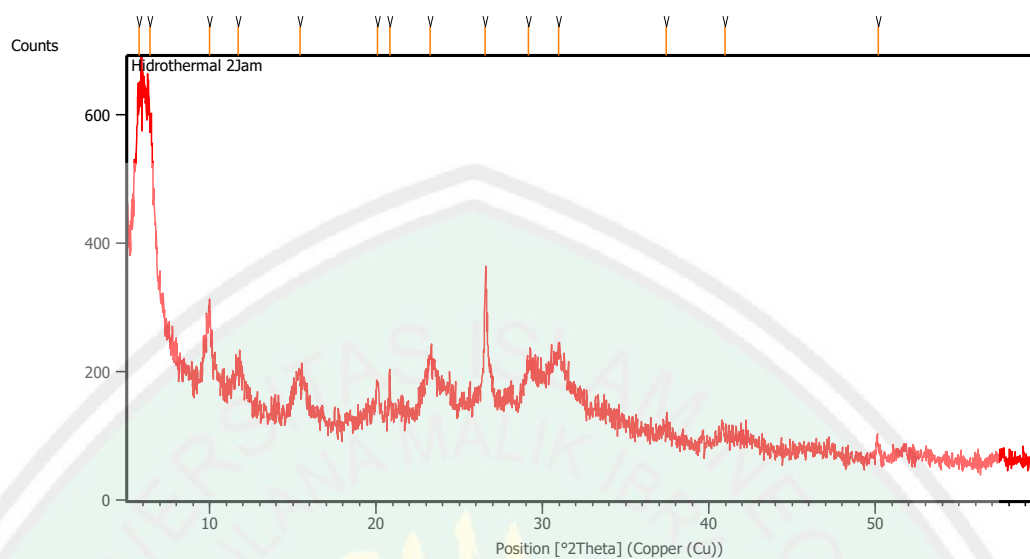


L.5.4 Hasil XRD NaOH/kaolin 3.0 (600°C selama 1 jam)

Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.1710	44.91	0.1338	5.16418	11.83
17.8293	250.44	0.3346	4.97498	65.97
21.2226	21.07	0.3346	4.18657	5.55
24.7292	76.66	0.2007	3.60029	20.19
25.2442	138.17	0.2007	3.52800	36.40
25.9636	80.90	0.2007	3.43186	21.31
27.6781	56.06	0.2676	3.22304	14.77
31.4273	211.30	0.1673	2.84657	55.66
32.6179	117.39	0.3346	2.74534	30.92
33.8354	254.60	0.1673	2.64929	67.07
34.6051	147.98	0.2676	2.59211	38.98
35.2708	174.64	0.3346	2.54469	46.00
35.8397	178.33	0.2007	2.50559	46.98
36.7204	261.10	0.2342	2.44750	68.78
37.7588	183.14	0.2007	2.38254	48.24
38.1510	255.34	0.1338	2.35895	67.26
39.1998	83.91	0.2676	2.29822	22.10
39.9456	114.73	0.2676	2.25701	30.22
41.6516	115.95	0.2676	2.16843	30.54
44.3405	80.45	0.2676	2.04298	21.19
45.2783	60.52	0.1673	2.00282	15.94
46.7183	68.59	0.2676	1.94439	18.07
48.3118	70.51	0.2007	1.88391	18.57

4. Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada pemanasan 2 jam



L.5.5 Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada pemanasan 2 jam

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.7450	400.13	0.3346	15.38376	100.00
6.4133	372.20	0.3346	13.78210	93.02
9.9711	116.69	0.4015	8.87109	29.16
11.7035	50.14	0.3346	7.56155	12.53
15.4496	58.84	0.6691	5.73549	14.71
20.0849	54.20	0.1338	4.42107	13.55
20.8062	70.82	0.0502	4.26942	17.70
23.2561	81.98	0.4684	3.82491	20.49
26.5535	182.51	0.0836	3.35694	45.61
29.1618	60.91	0.3346	3.06235	15.22
30.9676	78.55	0.5353	2.88778	19.63
37.4024	16.89	0.6691	2.40442	4.22
40.9428	15.46	0.8029	2.20432	3.86
50.1520	20.48	0.2007	1.81902	5.12

Lampiran 6. Data Standar XRD Zeolit

1. Zeolit NaX

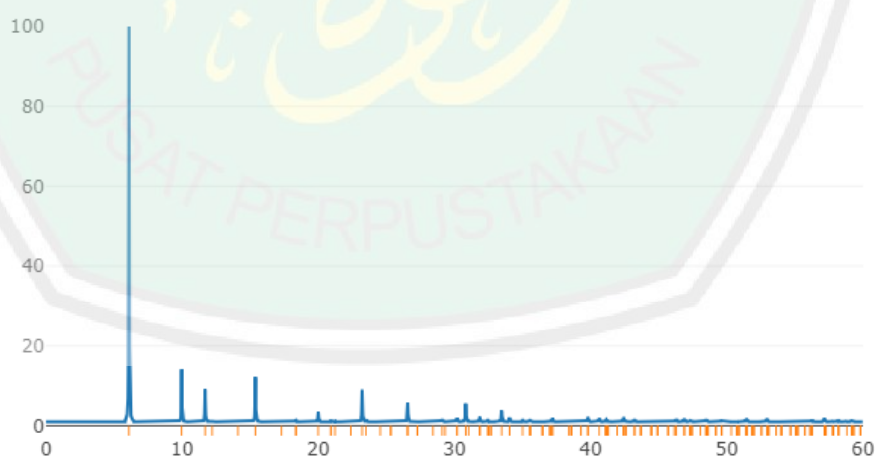
Crystal data:

Material Name: Na-X, Dehydrated , modified
Composition: (enter modified composition)
Space group: Fd-3 Z **Setting 2**
Cell parameters: $a = 25.099 \text{ \AA}$ $b = 25.099 \text{ \AA}$ $c = 25.099 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

Atomic Coordinates:

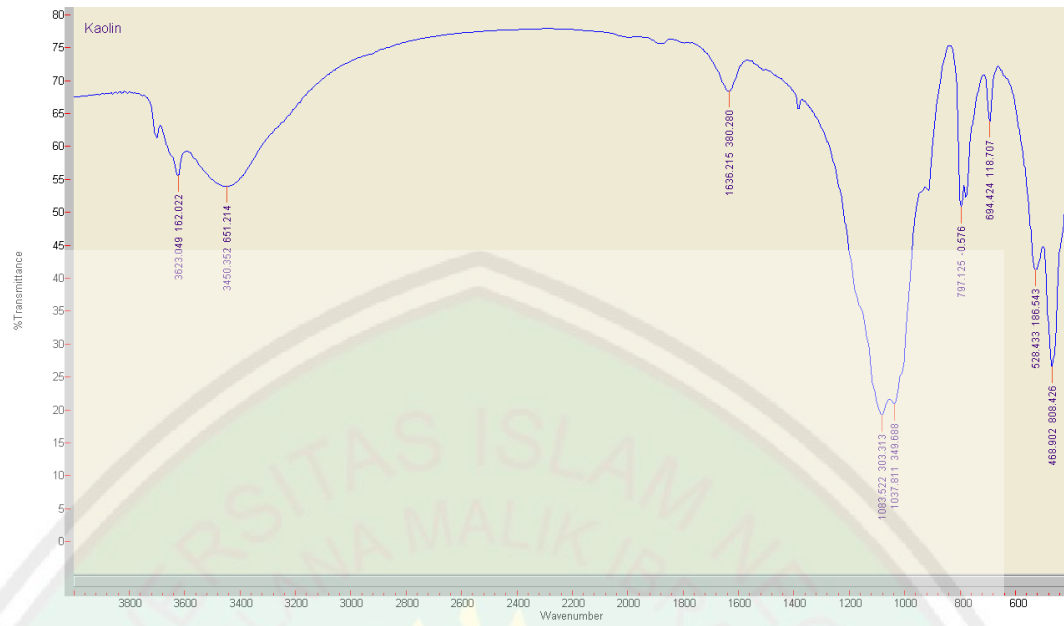
Atom	Form Factor	x	y	z	PP	B(iso)
Na1	Na	0	0	0	0.18	3.18
Na2	Na	0.0454	0.0454	0.0454	0.66	0.87
Na3	Na	0.056	0.056	0.056	0.25	1.26
Na4	Na	0.2292	0.2292	0.2292	0.97	2.53
Na5	Na	0.423	0.326	0.158	0.11	2.32
Na6	Na	0.432	0.28	0.164	0.11	1.68
Na61	Na	0.465	0.317	0.158	0.09	1.68
Si1	Si	-0.05381	0.12565	0.03508	1	1.41
Si2	Si	-0.05524	0.03639	0.12418	0.08	1.46
Al2	Al	-0.05524	0.03639	0.12418	0.92	1.46
O1	O	-0.1099	0.0003	0.1056	1	2.47
O2	O	-0.0011	-0.0028	0.1416	1	2.45
O3	O	-0.0346	0.0758	0.0711	1	2.61
O4	O	-0.0693	0.0726	0.18	1	2.37

Xray Powder Pattern generated for Na-X, Dehydrated , modified

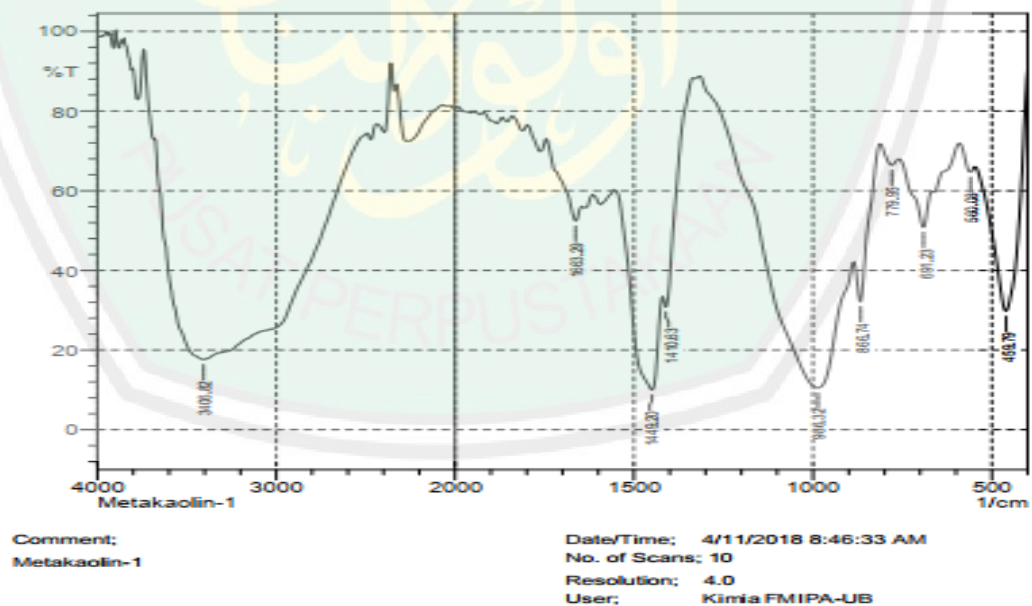


L.6.1 Standar XRD zeolit

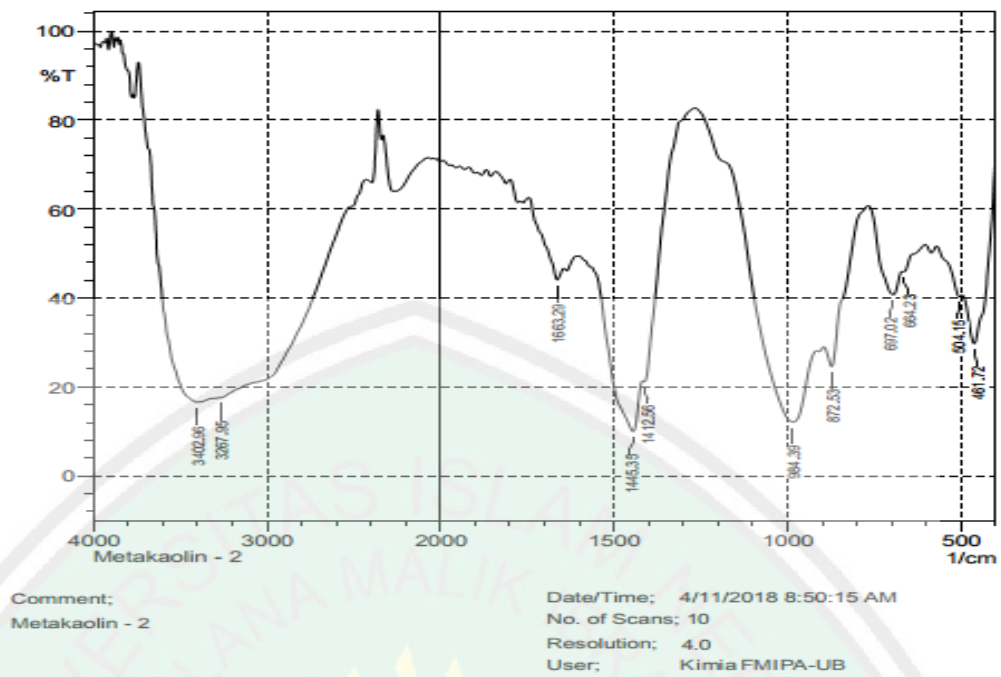
Lampiran 7. Data Spektra Inframerah



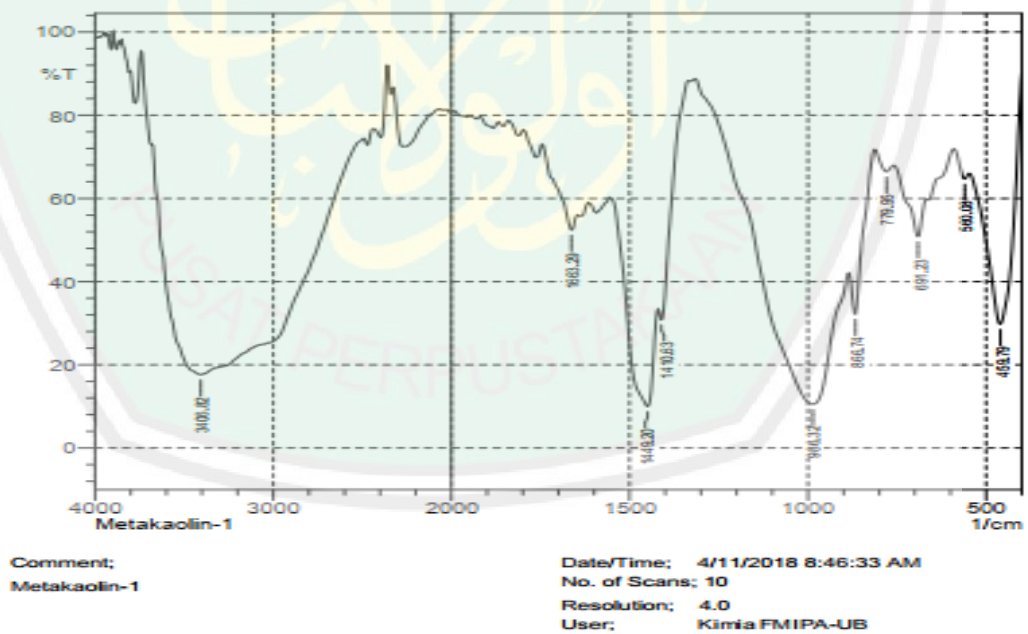
Gambar L.7.1 Spektrum inframerah kaolin alam Blitar



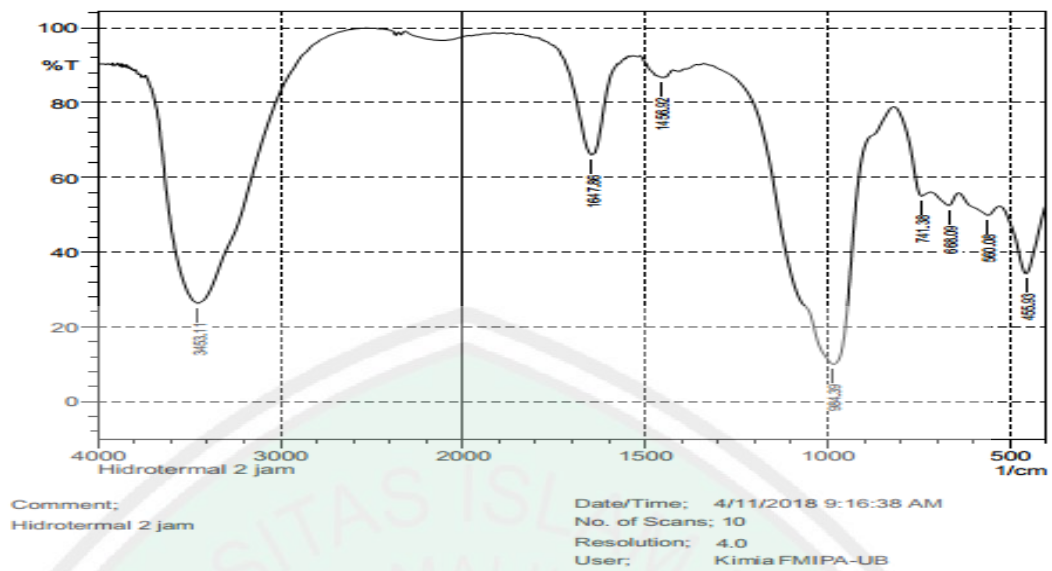
Gambar L.7.2 Spektrum inframerah NaOH/kaolin rasio 1.0 (600 °C)



Gambar L.7.3 Spektrum inframerah NaOH/kaolin rasio 2.0 (600 °C)

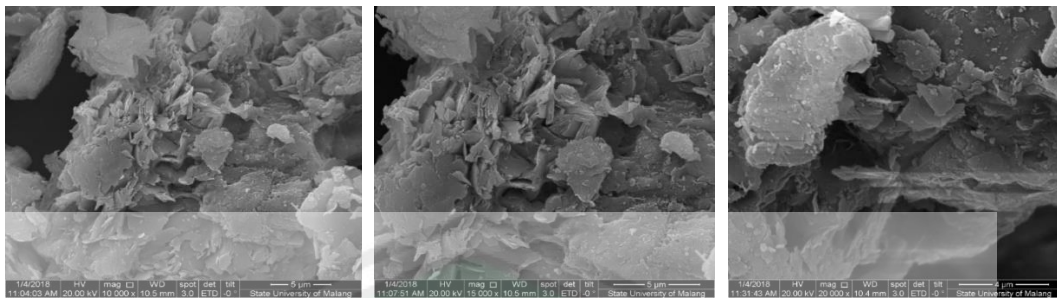


Gambar L.7.4 Spektrum inframerah NaOH/kaolin rasio 3.0 (600 °C)



Gambar L.7.5. Spektrum inframerah zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pemanasan 2 jam

Lampiran 8. Data Karakterisasi SEM

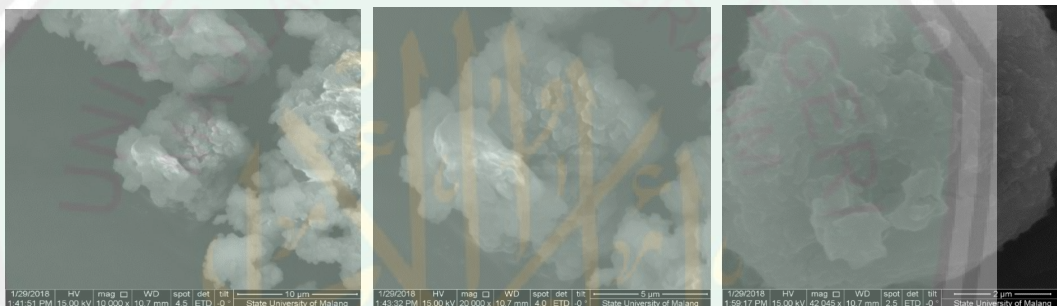


(a)

(b)

(c)

Gambar L.8.1 Hasil SEM kaolin alam Blitar dengan perbesaran (a) 10.000x, (b) 15.000x, dan (c) 20.000x

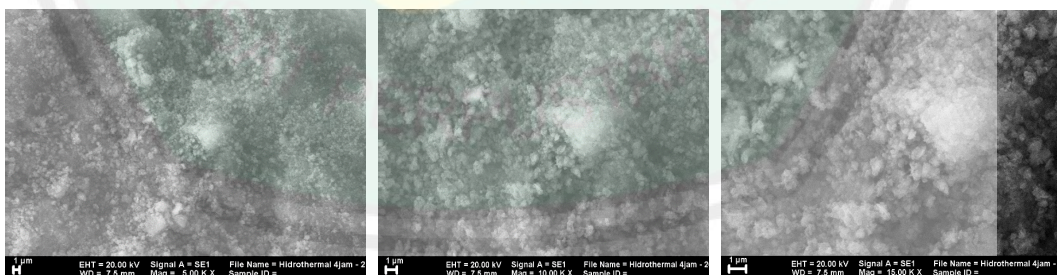


(d)

(e)

(f)

Gambar L.8.2 Hasil SEM NaOH/kaolin 1.0 dengan perbesaran (d) 10.000x, (e) 20.000x, dan (f) 42.000x

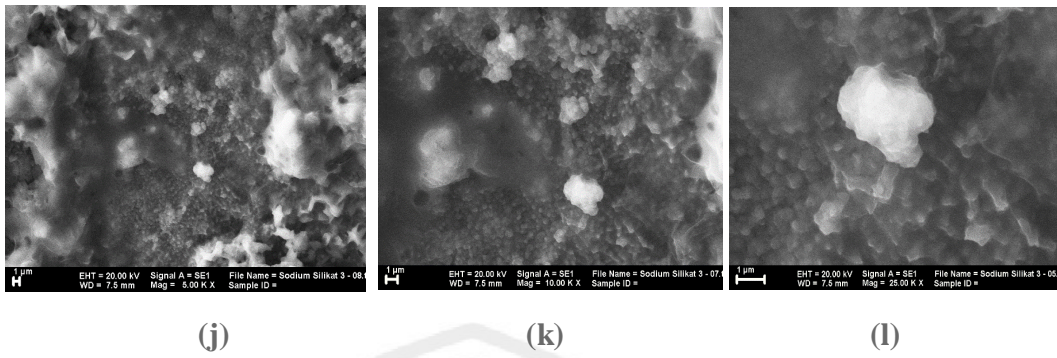


(g)

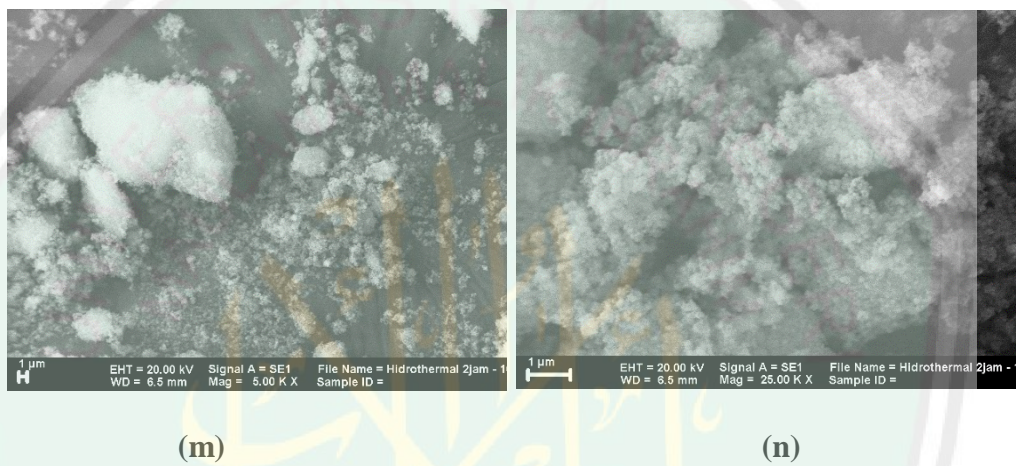
(h)

(i)

Gambar L.8.3 Hasil SEM NaOH/kaolin 2.0 dengan perbesaran (g) 5.000x, (h) 10.000x, dan (i) 15.000x



Gambar L.8.4 Hasil SEM NaOH/kaolin 3.00 dengan perbesaran (j) 5.000x, (k) 10.000x, dan (l) 25.000x



Gambar L.8.5 Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pemanasan 2 jam dengan perbesaran (m) 5.000x dan (n) 25.000x

Lampiran 9. Perhitungan dan Analisis Data

1. Analisis Ukuran Kristalit Zeolit NaX Hasil Sintesis

Berikut ini contoh pengukuran ukuran kristalit dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer (Persamaan 9.1):

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \dots \dots \dots (9.1)$$

dengan :

D = Ukuran kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

Jika nilai $\lambda = 0,154060$ nm; $2\theta = 26,56$; $\theta = 13,28$; $\cos \theta = 0,75599$; dan $\text{FWHM} = 0,33$

Maka didapatkan,

Nilai β :

$$\beta = \frac{0.33}{180} \times 3.14 = 0.0057$$

Nilai D (ukuran kristal) :

$$D = \frac{0.9 \times 0.154060 \text{ nm}}{0.0057 \times 0.75599} = 318 \text{ \AA}$$

Perhitungan ukuran kristalit zeolit NaX hasil sintesis yaitu 31,8 nm