

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN
BLITAR DENGAN *PRE-TREATMENT* ALKALI FUSI MENGGUNAKAN
METODE HIDROTHERMAL VARIASI SUHU KRISTALISASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISA FITRIANA
NIM. 14630027



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN BLITAR
DENGAN *PRE-TREATMENT* ALKALI FUSI MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL VARIASI SUHU KRISTALISASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISA FITRIANA
NIM. 14630027

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri 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

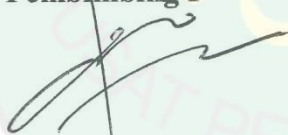
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN BLITAR
DENGAN *PRE-TREATMENT* ALKALI FUSI MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL VARIASI SUHU KRISTALISASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISA FITRIANA
NIM. 14630027

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 10 September 2018

Pembimbing I


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

Pembimbing II


Umayatus Syarifah, M.A
NIP. 19820925 200901 2 005



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


Elok Kamillah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT NaX DARI KAOLIN BLITAR
DENGAN *PRE-TREATMENT* ALKALI FUSI MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL VARIASI SUHU KRISTALISASI**

SKRIPSI

Oleh:
LISA FITRIANA
NIM. 14630027

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 10 September 2018

Penguji Utama : Himmatul Barroroh, M.Si
NIP. 19750730 200312 2 001

Ketua Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si
NIP. 19770925 200604 1 003

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

Anggota Penguji : Umayatus Syarifah, M.A.
NIP. 19820925 200901 2 005

(.....)

(.....)

(.....)

(.....)



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kurniati Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Lisa Fitriana

NIM : 14630027

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX Dari Kaolin Blitar dengan *Pre-Treatment* Alkali Fusi Menggunakan Metode Hidrotermal Variasi Suhu Kristalisasi

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini adaah benar-benar hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai 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 perbuatan tersebut.

Yang membuat pernyataan

Malang, 5 November 2018



Lisa Fitriana

NIM. 14630027

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 Yazid dan Ibu Arifah 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, kebahagiaan dan panjang umur Amin.

Kakak ku, Anis Hidayati. Amd. Keb serta Adikku, Fajar Abd. Rozaq dan Zahra Rahmatillah, terima kasih telah menemani dan menghiburku disaat aku sedang galau dan bingung dengan penelitian.

Bapak dan Ibu Dosen Kimia, khususnya untuk Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Ibu Umayatus Syarifah, M.A, Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si dan Ibu Himmatul Barroroh, M.Si yang telah memotivasi, memberikan arahan, dan membimbing saya dengan sangat sabar 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 selalu dalam perlindungan, kemudahan urusan dan mendapat balasan yang lebih baik dari Allah SWT, Aamiin ...

Seluruh teman-teman kimia 2014 khususnya KIMIA-A 2014 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

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX Dari Kaolin Blitar dengan Pre-Treatment Alkali Fusi Menggunakan Metode Hidrotermal Variasi Suhu Kristalisasi”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi 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. Ayah dan Ibu tercinta. Terimakasih atas segala do'a, kepercayaan, cinta kasih yang tiada henti diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan motivasi dan semangat yang sangat berarti bagi penulis.
2. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Bapak Dr. Anton Prasetyo, M.Si, dan Ibu Umayatus S, M.A selaku dosen pembimbing dan konsultan yang telah memberikan banyak arahan, masukan, serta motivasi dalam membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
3. Ibu Himmatul Barroroh, M.Si, selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan dan saran, sehingga skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
4. Seluruh dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.

5. Seluruh laboran dan staf administrasi kimia atas segala kontribusinya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
6. Teman–teman mahasiswa angkatan 2014, terutama teman-teman “*Zeolite Team*” yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi ini.
7. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materil.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh sebab itu saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, 5 November 2018

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص.....	xvi
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Kaolin	6
2.2 Transformasi Kaolin Menjadi Metakaolin.....	8
2.3 Sintesis dan Karakteristik Zeolit Na-X.....	13
2.4 Difraksi sinar-X (XRD)	18
 BAB III METODOLOGI	
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat.....	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Rancangan Penelitian.....	21
3.4 Tahapan Penelitian.....	21
3.5 Cara Kerja.....	21
3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin	21
3.5.2 Tranformasi Kaolin Menjadi Metakaolin dengan Metode Alkali fusi	22
3.5.3 Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin menggunakan Metode Hidrotermal	22
3.6 Karakterisasi Material Sintesis	23
3.6.1 Karakterisasi Kaolin Menggunakan <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF)	23
3.6.2 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit Na-Y Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)	23

3.6.3 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaY Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FT-IR)	23
3.6.4 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaY Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	24
3.7 Analisis Data.....	24
3.7.1 Analisis Data hasil karakterisasi menggunakan <i>X-Ray</i> <i>Fluoresence</i> (XRF).....	24
3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaY Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	24
3.7.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaY Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared</i> <i>Spectroscopy</i> (FT-IR)	25
3.7.4 Analisis Data Analisa Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaY Menggunakan <i>Scanning</i> <i>Electron Microscopy</i> (SEM).....	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Kaolin.....	26
4.2 Karakterisasi Kaolin Alam Blitar	28
4.2 Sintesis Metakaolin dari Kaolin Alam Blitar	29
4.3 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Na-X Menggunakan Metode Hidrotermal	33
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	40
5.2 Saran	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	45

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir	45
Lampiran 2	Perhitungan	49
Lampiran 3	Pembuatan Larutan	52
Lampiran 4	Data Karakterisasi XRF	53
Lampiran 5	Data karakterisasi XRD	54
Lampiran 6	Data Standar XRD Zeolit	59
Lampiran 7	Data Karakterisasi SEM	61
Lampiran 8	Hasil Penghalusan XRD Sintesis Zeolit NaX	64

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kaolin.....	6
Gambar 2.2	Pola difraksi sinar-X kaolin dan metakaolin metode konvensional dengan berbagai pemanasan	9
Gambar 2.3	Hasil karakterisasi SEM.....	11
Gambar 2.4	Spektra inframerah kaolin dan metakaolin	11
Gambar 2.5	Struktur kerangka zeolit	13
Gambar 2.6	Pola difraksi sinar-X standar zeolit X	14
Gambar 2.7	Proses pembentukan kristal zeolit dengan metode hidrotermal	15
Gambar 2.8	Pola difraksi sinar-X standar zeolit X, zeolit X dengan suhu pemanasan 200, 150, 100 dan 80°C selama 6 jam	16
Gambar 2.9	Hasil SEM zeolit NaX dengan perbedaan suhu hidrotermal	17
Gambar 2.10	Pola difraksi sinar-X	19
Gambar 4.1	Pola difraksi sinar-X (a) standar kaolin (b) standar kuarsa (c) kaolin alam Blitar	29
Gambar 4.2	Pola difraksi standar kuarsa, standar sodium silikat, rasio berat NaOH/kaolin 2:1 dengan pemanasan 600°C selama 1 jam	30
Gambar 4.3	Spektra FTIR (a) standar kuarsa (b) kaolin Blitar dan (c) rasio berat NaOH/kaolin 2:1 dengan pemanasan 600°C selama 1 jam	32
Gambar 4.4	Morfologi SEM kaolin dan rasio berat NaOH/kaolin 2:1 dengan pemanasan 600°C selama 1 jam	33
Gambar 4.5	Pola difraksi sinar-X standar zeolit sodalit, standar zeolit NaX, zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 100°C selama 2 jam, zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 110°C selama 2 jam, zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 120°C selama 2 jam	35
Gambar 4.6	Hasil analisa FTIR (a) Kaolin Bitar (b) Metakaolin (c) Zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 100°C selama 2 jam (d) Zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 110°C selama 2 jam (e) Zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 120°C selama 2 jam	37
Gambar 4.7	Hasil Morfologi SEM zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal selam 2 jam pada suhu 100, 110 dan 120 °C	38
Gambar L. 4.1	Hasil Karakterisasi XRF Kalolin Blitar sebelum pencucian dengan HCl 1 M	54
Gambar L. 4.2	Hasil Karakterisasi XRF Kalolin Blitar setelah pencucian dengan HCl 1 M	54
Gambar L. 5.1	Hasil XRD Kaolin alam Blitar	55
Gambar L. 5.2	Hasil XRD rasio berat NaOH/Kaolin 2:1 dengan suhu kalsinasi 600°C selama 1 jam	56
Gambar L. 5.3	Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 100°C selama 2 jam	57
Gambar L. 5.4	Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 110°C selama 2 jam	58
Gambar L. 5.5	Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 120°C selama 2 jam	59

Gambar L. 6.1	Data Standar XRD Zeolit NaX	60
Gambar L. 6.2	Data Standar XRD Zeolit Sodalit.....	61
Gambar L. 7.1	Hasil SEM kaolin alam Blitar dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x	62
Gambar L. 7.2	Hasil SEM metakaolin dengan perbesaran (c) 5.000x dan (d) 10.000x.....	60
Gambar L. 7.3	Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pasa suhu pemanasan 100°C selama 2 jam dengan perbesaran (e) 10.000x dan (f) 15.000x	61
Gambar L. 7.4	Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pasa suhu pemanasan 110°C selama 2 jam dengan perbesaran 10.000x	61
Gambar L. 7.5	Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pasa suhu pemanasan 120°C selama 2 jam dengan perbesaran 10.000x.....	62
Gambar L.8.1	Pola difraksi sinar-X zeolit suhu sintesis 100°C hasil penghalusan	65
Gambar L.8.1	Pola difraksi sinar-X zeolit suhu sintesis 110°C hasil penghalusan	65
Gambar L.8.1	Pola difraksi sinar-X zeolit suhu sintesis 120°C hasil penghalusan	66

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan unsur kaolin Blitar	7
Tabel 2.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin dan metakaolin.....	12
Tabel 4.1 Kandungan mineral kaolin	26
Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin dan metakaolin	32
Tabel 4.3 Interpretasi spektra FTIR zeolit NaX	36



ABSTRAK

Fitriana, Lisa. 2018. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX Dari Kaolin Blitar dengan Pre-Treatment Alkali Fusi Menggunakan Metode Hidrotermal Variasi Suhu Kristalisasi**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Susi Nurul Khalifah, M. Si; Pembimbing II: Umayatus Syarifah, M.A.; Konsultan: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

Kata kunci: Kaolin, alkali fusi, metode hidrotermal, NaX

Zeolit NaX telah berhasil disintesis dari kaolin alam Blitar menggunakan metode hidrotermal. Proses sintesis dilakukan melalui dua tahap yaitu perubahan kaolin alam Blitar menjadi metakaolin dan sintesis zeolit NaX dari metakaolin. Kaolin alam Blitar diubah menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi untuk melarutkan kuarsa yang ada pada kaolin Blitar. Proses alkali fusi dilakukan dengan penambahan padatan NaOH dengan rasio berat NaOH/kaolin 2:1 kemudian dikalsinasi pada suhu 600°C selama 1 jam. Hasil analisa XRD setelah proses alkali fusi menunjukkan perubahan kaolin dan kuarsa menjadi metakaolin dan sodium silikat. Hasil analisa FTIR menunjukkan terbentuknya metakaolin dan sodium silikat ditandai dengan menghilangnya serapan pada bilangan gelombang 1037, 912, dan 754 cm^{-1} . Morfologi kaolin Blitar berupa lempengan yang tersusun berlapis, sementara morfologi setelah proses alkali fusi berbentuk tidak beraturan.

Sintesis zeolit NaX dilakukan dengan variasi suhu hidrotermal 100, 110 dan 120°C selama 2 jam. Data difraksi sinar X menunjukkan bahwa zeolit NaX berhasil disintesis pada suhu hidrotermal 100°C, namun pada suhu 110 dan 120°C diperoleh zeolit NaX dengan pengotor zeolit sodalit. Spektrum IR zeolit menunjukkan mode vibrasi khas dari zeolit NaX adalah pada bilangan gelombang 560 cm^{-1} . Morfologi hasil analisa SEM dari zeolit NaX berupa partikel yang seragam dan ukurannya lebih besar dari pada zeolit NaX yang disintesis pada suhu 100 dan 110°C.

ABSTRACT

Fitriana, Lisa. 2018. **Synthesis and Characterization of NaX Zeolite from Kaolin Blitar with Pre-Treatment Alkali Fusion Using Hydrothermal Method Variation Crystallization Temperature** Thesis. Department of Chemistry Faculty of Science and Technology Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Susi Nurul Khalifah, M.Si; Supervisor II: Umayatus Syarifah, M.A .; Consultant: Dr. Anton Prasetyo, M.Si.

Keywords: Kaolin, alkali fusion, hydrothermal method, NaX

NaX zeolite has been successfully synthesized using Blitar kaolin as precursor by hydrothermal method. The synthesis process was carried out in two stages, first transformation Blitar's kaolin to metakaolin and the synthesis NaX zeolite from metakaolin. Blitar's kaolin was converted to metakaolin used alkali fusion method to dissolved quartz in Blitar kaolin. The alkali fusion process was carried out by addition NaOH, the weight ratio of NaOH/kaolin is 2:1 was then calcined at temperature 600°C. The XRD data after alkali fusion treatment show transformation kaolin and quartz to metakaolin and sodium silicate. The FTIR data show that sodium silicate and metakaolin disappearance in vibration mode at 1037, 912, and 754 cm⁻¹. The morphology of Blitar kaolin is layered plates, while the morphology of kaolin after alkali fusion process was irregular shape.

The synthesis of zeolite using hydrothermal with variation temperatur 100, 110 and 120°C for 2 hours. X-ray diffraction data of synthesized sample showed that NaX zeolite was succesfully synthesis. The pure NaX zeolite was obtained at hydrothermal temperature 100°C, but at temperature 110 and 120°C revealed the impurity sodalite. IR spectrum sample show the typical spectrum of NaX zeolite was marked with vibration mode 560 cm⁻¹. The image of scanning electron microscopy show that NaX zeolite was uniform than the NaX zeolite synthesized at temperatures of 100 and 110°C.

الملخص

فطريانا ، ليسا. 2018. تحضير وتوصيف NaX الزيوليت من الكاولين بليتار مع المعالجة المسبقة للانصهار القلوي باستخدام الطريقة الهيدروحرارية للتباين في درجة حرارة التبلور. البحث الجامعي. شعبة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج . المشرفة الأولى: سوسي نور الخليفة، الماجستير، المشرفة الثانية: أمية الشريفة، الماجستير، مستشار: الدكتور انطون براسيتيو، الماجستير.

الكلمات المصاحبة: الكاولين ، الانصهار القلوي، طريقة الحرارية المائية NaX

تم تصنيع الزيوليت زيوليت NaX بنجاح من باليتار باستخدام طريقة مائية حرارية. تم تنفيذ توليف الزيوليت مع اختلافات في درجة حرارة المياه الحرارية. يتم تعزيز تفاعل الكاولين عن طريق عملية الاندماج القلوي. تم تنفيذ عملية الانصهار القلوي عن طريق إضافة المواد الصلبة NaOH تم تكليس نسبة الوزن من NaOH / الكاولين 2 : 1 عند 600 درجة مئوية. يتم استخدام الانصهار القلوي الناتج كمادة خام من توليف الزيوليت. يوضح تحليل XRD أن الكاولين الطبيعي الذي يحتويه بليتار يهيمن عليه الكوارتز ، مما يؤدي إلى تكوين سيليكات الصوديوم والميتاكاولين في عمليات الاندماج القلوي. نتائج تحليل FTIR على تغيير الميتاكاولين الأشقر إلى سيليكات الصوديوم والميتاكاولين الذي يتميز بامتصاص الامتصاص عند عدد الموجات 754 و 912 و 1037 cm^{-1} . مورفولوجية الكاولين باليتار في لوحات الطبقات ، بينما الكاولين بعد عملية القلوية على شكل الانصهار غير منتظم.

أجريت التوليفات الزيوليت مع تغيرات درجة حرارة المياه الحرارية من 100 و 110 و 120 درجة مئوية. تم تصنيع زيوليت NaX النقي بنجاح مع درجة حرارة 100 درجة مئوية بشكل ممتاز لمدة ساعتين. درجة حرارة التسخين من 110 درجة مئوية و 120 درجة مئوية تنتج زيوليت NaX ولكن يهيمن sodalit يتميز التوليف الناتج للزيولي FTIR بتشكيل 1065 ، 724 ، و 560 cm^{-1} وهو الذروة النموذجية لزيجوت الزيوجيت. إن مورفولوجيا تحليل من الزيوليت NaX هو جسيم موحد مع زيادة درجة حرارة المياه الحرارية.

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan aluminosilikat yang membentuk pori dengan struktur kristal kombinasi tetrahedral $(\text{SiO}_4)^{4-}$ dan $(\text{AlO}_4)^{5-}$ serta dilengkapi dengan kation penyeimbang (Kovo, dkk., 2009). Zeolit dapat diaplikasikan sebagai katalis, fotokatalis, purifikasi dan adsorben (Moneim dan Ezzat, 2015). Salah satu jenis zeolit adalah zeolit X () yang memiliki rasio Si/Al 2-3 (Kovo, 2014). Zeolit X banyak diaplikasikan sebagai kation *exchange*, adsorben, katalis, juga diaplikasikan pada pemurnian dan pemisahan gas maupun komponen organik (Wajima, dkk. 2018).

Raw material yang biasa digunakan dalam sintesis zeolit dengan metode hidrotermal adalah *sodium silicate* ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) (Balaabed, dkk., 2017), campuran *tetramethylammonium silicate* (TMAS) $((\text{CH}_3)_4\text{N}(\text{OH}))$, *colloidal silica suspension* (CSS), LUDOX HS-30 *colloidal silica*, dan *tetraethylorthosilicate* (TEOS) (Sharma, dkk., 2015). Namun, bahan sintetik tersebut memiliki harga yang relatif mahal dan jumlahnya yang sedikit. Alternatif untuk menangani masalah tersebut adalah dengan mencari bahan dari alam yang melimpah dan murah. Salah satu bahan alam yang berpotensi digunakan adalah kaolin karena kaolin memiliki rasio Si/Al yang hampir sama dengan zeolit sehingga dapat digunakan sebagai *precursor* dalam sintesis zeolit.

Alam semesta yang diciptakan oleh Allah swt berisi berbagai macam tanda-tanda kebesaran Allah swt yang berupa tumbuhan, hewan, serta kenampakan bumi yang terdiri dari gunung-gunung, hutan belukar, sungai, laut,

dan seisinya. Tanda-tanda kekuasaan yang telah Allah swt perlihatkan kepada umat manusia hanya dapat dicermati dan diperhatikan oleh orang-orang yang yakin kepada Allah swt sebagaimana penjelasan al-Quran tentang insan *Ulul Albab* dalam surat al-Imran (3): 190;

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang-orang yang berakal.*”

Tanda-tanda kebesaran Allah swt dalam penciptaan langit dan bumi serta pergantian siang dan malam hanya tertuju bagi orang-orang yang berakal. Surat al- Imran (3): 190 terdapat lafadz خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ menunjukkan bahwa Allah swt menciptakan apa yang ada di langit seperti bintang-bintang yang beredar, dan menciptakan apa yang ada di bumi seperti gunung-gunung (Katsir, 2000). Barang-barang tambang pegunungan memiliki banyak manfaat bagi manusia salah satunya adalah kaolin yang digunakan sebagai bahan baku dalam sintesis zeolit NaX. Lafadz لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ menunjukkan bahwa orang-orang yang memiliki kecerdasan yang sempurna sehingga dapat mengetahui segala sesuatu dengan hakikatnya masing-masing secara jelas. Lain halnya dengan orang yang tuli dan bisu serta orang-orang yang tak berakal. Insan *Ulul Albab* berpikir tidak ada satu pun ciptaan Allah swt yang sia-sia karena sekecil apapun ciptaan Allah maka akan mempunyai manfaat tersendiri (Katsir, 2000). Demikian halnya seperti lempung kaolin, dimana telah terbukti banyak manfaat dari mineral tersebut.

Sintesis zeolit dari kaolin dapat dilakukan melalui dua tahap yaitu (a) perubahan kaolin menjadi material amorf yang disebut metakaolin, (b) reaksi

hidrotermal metakaolin dengan larutan basa untuk membentuk struktur zeolit. Proses perubahan kaolin menjadi metakaolin (*metakaolinization*) yang disebut juga dehidroksilasi merupakan perubahan kaolin menjadi metakaolin amorf yang lebih reaktif. Fase metastabil ini memudahkan dalam sintesis zeolit (Kovo, dkk., 2009). Kaolin yang telah berubah menjadi metakaolin menyebabkan lembaran oktahedral akan rusak dan derajat ketidakaturannya akan meningkat.

Proses perubahan kaolin menjadi metakaolin dapat dilakukan dengan metode konvensional dan alkali fusi. Metode konvensional hanya dilakukan dengan pemanasan, sedangkan metode alkali fusi dilakukan dengan penambahan basa dan pemanasan. Metode konvensional dilaporkan digunakan untuk mengolah kaolin Blitar menjadi metakaolin. Kaolin Blitar memiliki kandungan kuarsa yang tinggi dan penggunaan pemanasan 630, 700, dan 800°C selama 24 jam belum berhasil merubah kaolin menjadi metakaolin (Darmawan, 2017 dan Cahyawati, 2017). Rios, dkk. (2012) berhasil mensintesis metakaolin murni tanpa pengotor kuarsa dengan metode alkali fusi dan dilanjutkan dengan pemanasan pada suhu 600°C selama 1 jam. Ayele, dkk. (2016) mensintesis zeolit A dengan membandingkan metode alkali fusi dan konvensional. Hasil sintesis zeolit A dengan metode konvensional masih terdapat pengotor kuarsa, sedangkan metode alkali fusi dihasilkan zeolit A murni. Berdasarkan penelitian tersebut menunjukkan bahwa metode alkali fusi dapat menghilangkan pengotor kuarsa sehingga teknik ini dapat digunakan untuk mengatasi persoalan tingginya kadar kuarsa pada kaolin alam.

Sintesis zeolit X dari kaolin dilakukan menggunakan metode hidrotermal karena metode ini secara alamiah terjadi di alam pada pembentukan batuan dan

mineral (Byrappa, 2001). Selain itu metode hidrotermal relatif sederhana, murah, menghasilkan produk kristal yang homogen, dan menjaga kemurnian (Sugiarti, 2012). Faktor yang mempengaruhi metode hidrotermal adalah pH, komposisi, waktu pemeraman, suhu dan waktu kristalisasi hidrotermal (Byrappa, 2001). Zhang, dkk. (2015) telah mensintesis zeolit NaX menggunakan variasi suhu kristalisasi 70, 80, 90, dan 130°C dengan hasil suhu optimum pertumbuhan kristal zeolit NaX murni adalah 90°C sedangkan pada suhu 130 sudah berubah menjadi zeolit sodalit. Kovo (2014) menggunakan variasi suhu kristalisasi sebesar 80, 100, 150 dan 200°C. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kristalinitas zeolit NaY yang terbaik adalah hasil sintesis yang dilakukan pada suhu 100°C sedangkan pada suhu 150°C intensitasnya menurun. Pada suhu kristalisasi 200°C sudah bertransformasi menjadi zeolit sodalit. Sehingga dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit NaY dari kaolin Blitar yang sudah berubah menjadi metakaolin. Perubahan kaolin menjadi metakaolin dilakukan menggunakan metode alkali fusi. Sintesis zeolit NaY dari metakaolin dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu kristalisasi hidrotermal 100, 110, dan 120°C selama 2 jam.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah:

1. Bagaimana hasil karakterisasi perubahan kaolin menjadi metakaolin dengan metode alkali fusi?
2. Bagaimana hasil karakterisasi zeolit NaX dari metakaolin dengan variasi suhu hidrotermal?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui hasil karakterisasi metakaolin yang disintesis dari kaolin Blitar dengan metode alkali fusi
2. Untuk mengetahui hasil karakterisasi zeolit NaX dari metakaolin dengan variasi suhu hidrotermal.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah:

1. Kaolin yang digunakan adalah kaolin alam dari Blitar.
2. Variasi suhu hidrotermal yang digunakan adalah 100, 110 dan 120°C.

1.5 Manfaat

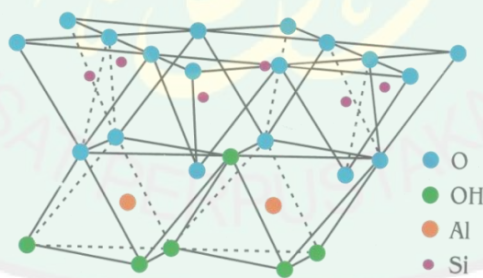
Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Pemanfaatan kaolin alam Blitar dengan mengubah menjadi zeolit yang memiliki luas permukaan dan sisi aktif yang lebih besar, serta meningkatkan nilai jual kaolin alam yang telah dirubah menjadi zeolit.
2. Mengetahui hasil sintesis metakaolin dari kaolin Blitar menggunakan metode alkali fusi.
3. Mengetahui suhu kristalisasi optimum sintesis zeolit NaX dari metakaolin menggunakan metode hidrotermal.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin

Kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) adalah bahan tambang alam berupa lempung (*clay*) berwarna putih dimana mineral penyusun utamanya adalah kaolinit. Kaolinit merupakan lapisan alumina (Al) oktahedral dan silika (Si) tetrahedral (Karmous, 2011). Secara struktural, kaolin tergolong jenis filosilikat tipe 1:1 karena kristal kaolin terdiri dari lembar-lembar oktahedral alumina yang tertumpuk di atas lembar tetrahedral silika. 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 ditampilkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kaolin (Johnson dan Arshad, 2014)

Kaolin di alam dapat ditemukan sebagai mineral kaolin murni atau dapat juga ditemukan dalam bentuk mineral lain seperti halosit, nakrit, smektit, ilit sebagai komponen utama dengan disertai adanya pengotor berupa felspar dan

untuk kuarsa (Ekosse, 2005). Kaolin yang digunakan dalam penelitian ini merupakan kaolin alam Blitar. Hasil analisa kandungan unsur kaolin Blitar menggunakan karakterisasi XRF dirangkum pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kandungan unsur kaolin Blitar (Darmawan 2017).

Unsur	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Mn	Fe	Ni	Cu	Eu
Kandungan (%)	12	65,4	8	2,68	3,68	0,08	0,2	8,6	0,19	0,12	0,11

Kandungan utama kaolin Blitar pada Tabel 2.1 adalah Si dan Al, sehingga memungkinkan kaolin dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembentukan kerangka zeolit (Alkan, dkk., 2005). Kaolin yang direaksikan dengan basa membentuk kristal dengan *framework* zeolit (Liu, dkk., 2003; Alkan, dkk., 2005; Qiang, dkk., 2010; dan Rios, dkk., 2007). Hal tersebut dikarenakan kaolin tidak stabil pada kondisi basa.

Allah swt telah menunjukkan kebesarannya di dalam al-Quran dengan menciptakan buah buahan dan gunung-gunung yang memiliki beraneka warna, sehingga memiliki perbedaan kandungan di dalamnya. Hal ini sesuai dengan firman Allah swt dalam surat Fathir (35): 27.

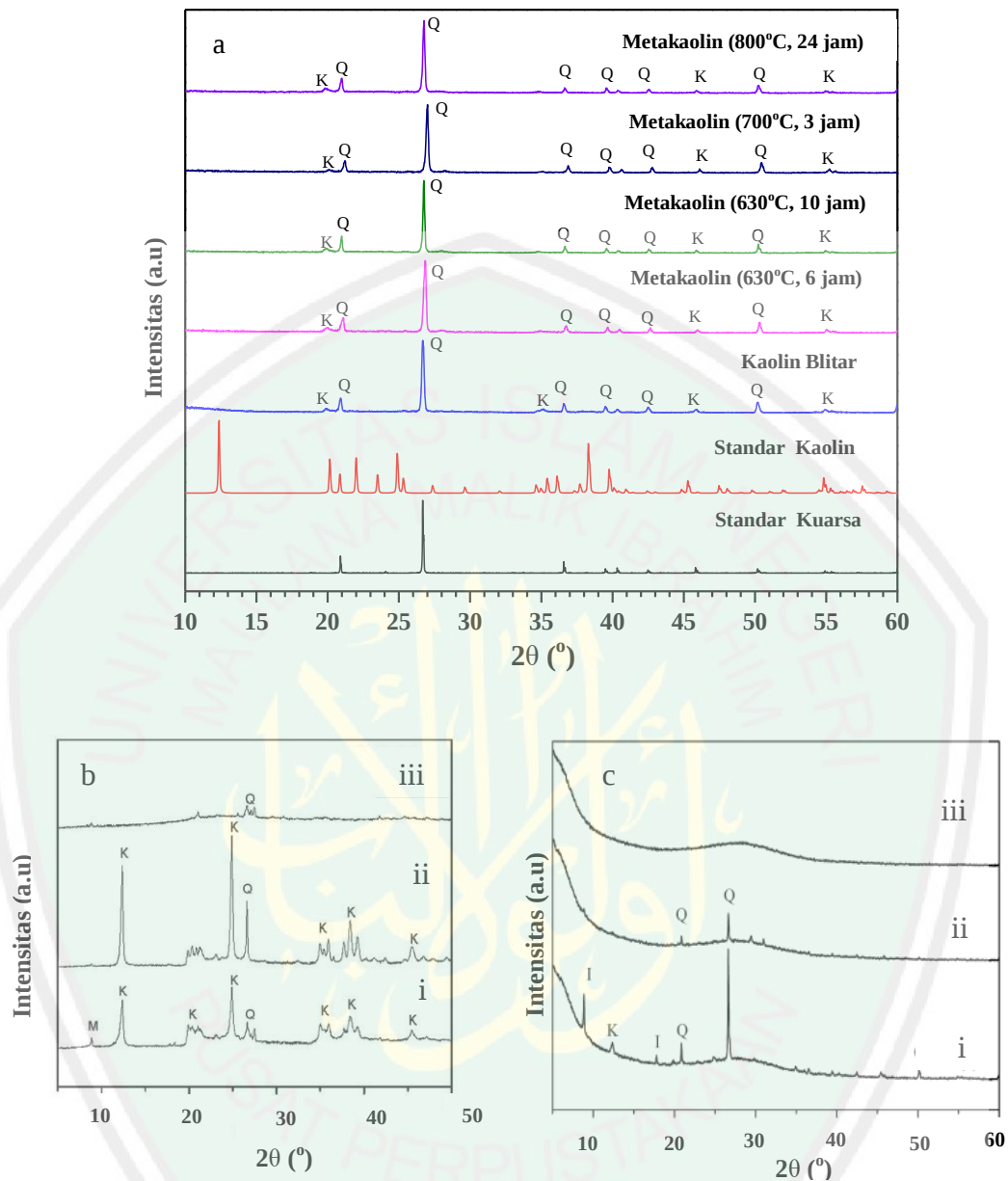
أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيَضٌ وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ

“Tidaklah kamu melihat bahwasanya Allah menurunkan hujan dari langit lalu kami hasilkan dengan hujan itu buah-buahan yang beraneka macam jenisnya, dan diantara gunung-gunung itu ada garis putih dan merah yang beraneka macam warnanya dan (pula) yang hitam pekat” (Q.S Fathir/35:27).

Surat Fathir (35): 27 menjelaskan tentang bukti-bukti kekuasaan Allah swt. Ayat tersebut berisi ajakan kepada setiap orang untuk berfikir dan memperlihatkan ciptaan Allah swt yang beragam dan beraneka macam. Kalimat وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ menunjukkan perbedaan garis-garis warna gunung-gunung tersebut disebabkan karena adanya kandungan penyusun yang berbeda (Shihab, 2002). Kata بَيْضٌ memiliki arti warna putih yang menunjukkan kandungan utamanya berupa alumino-silika dan seterusnya. Kata وَحُمْرٌ memiliki arti warna merah yang mengidentifikasi kandungan mineral tersebut didominasi dengan adanya logam besi (Fe). Kata سُودٌ memiliki arti Warna hitam yang menunjukkan kandungan penyusun utamanya adalah batu bara (Departemen Agama RI, 2010). Allah swt menciptakan semua itu bertujuan untuk kemudahan dan pemanfaatan bagi umat manusia. Hal ini sesuai bahwa kaolin alam Blitar yang berwarna putih memiliki kandungan silika dan alumina, dan dibuktikan dengan hasil analisa XRF pada Tabel 2.1 yang menunjukkan bahwa kandungan utama kaolin alam Blitar adalah logam silika dan alumina, sehingga kaolin alam Blitar dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis zeolit NaX.

2.2 Transformasi Kaolin Menjadi Metakaolin

Metakaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$) merupakan hasil transformasi kaolin yang dipanaskan pada suhu tinggi sekitar 600-1000°C yang bersifat lebih reaktif dan amorf dibandingkan dengan kaolin sehingga dapat diubah menjadi zeolit (Sperinck, dkk., 2010). Transformasi kaolin menjadi metakaolin dapat dilakukan menggunakan metode konvensional dan alkali fusi. Metode konvensional hanya dilakukan dengan pemanasan, sedangkan metode alkali fusi dilakukan dengan penambahan basa dan pemanasan (Ayele, dkk., 2016).

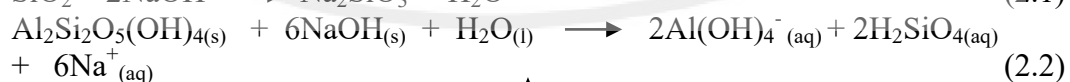


Gambar 2.2 (a) Pola difraksi sinar-X kaolin dan metakaolin metode konvensional dengan berbagai pemanasan (Cahyawati, 2017). (b) Pola difraksi sinar-X kaolin: (i) kaolin standar (ii) dan metakaolin dengan rasio berat NaOH/kaolin 1,2 dan pemanasan 600°C selama 1 jam (iii) (Ayele, dkk., 2016). (c) Pola difraksi sinar-X Variasi rasio berat NaOH/kaolin metode alkali fusi: (i) 1 (ii) 1,5 dan (iii) 2 dengan pemanasan 200°C selama 4 jam (keterangan K: kaolin, M: mika, Q: kuarsa, dan I: ilite) (Ma, dkk., 2013).

Perubahan kaolin menjadi metakaolin dengan metode konvensional belum menunjukkan perubahan yang signifikan dan puncak dari kuarsa yang masih

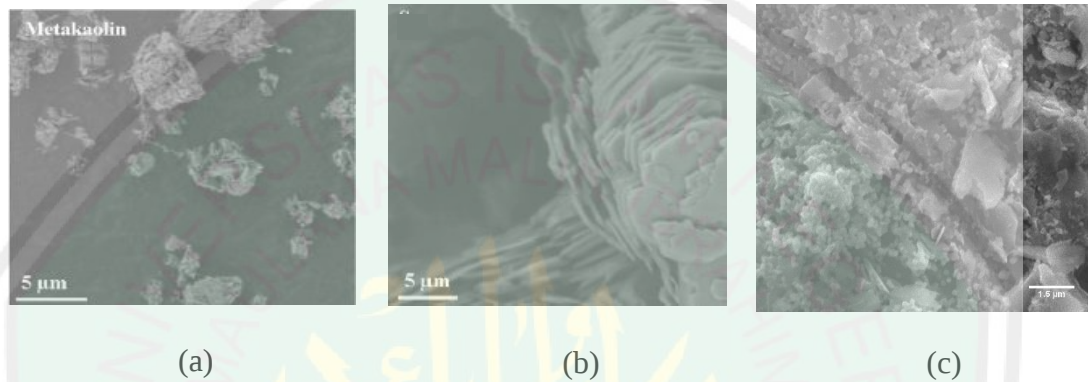
tinggi (Cahyawati, 2017). Hal ini ditunjukkan pada difraktogram data penelitian Cahyawati, 2017 Gambar 2.2 (a) bahwa pemanasan pada suhu 630, 700, dan 800°C selama 6, 3, 10, dan 24 jam menunjukkan metakaolin belum terbentuk dan intensitas kuarsa yang masih tinggi, sedangkan pada metode alkali fusi dilaporkan bahwa metakaolin murni berhasil disintesis dan kandungan kuarsa menjadi hilang. (Rios, dkk., 2012 dan Ayele, dkk., 2016). Hal ini dapat dilihat dari data difraktogram Gambar 2.2 (b) bahwa pemanasan kaolin pada suhu 600°C selama 1 jam, kaolin sudah berubah menjadi metakaolin dengan terbentuknya fase amorf dan intensitas puncak kuarsa dan mika mengalami penurunan (Ayele, dkk., 2016). Sedangkan dari Gambar 2.2 (c) menunjukkan bahwa perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan rasio berat NaOH/kaolin 2 dengan pemanasan 200°C selama 4 jam memberikan hasil metakaolin yang paling amorf dibandingkan dengan rasio berat NaOH/kaolin 1 dan 1,5 yang ditandai puncak dari kuarsa dan ilite menghilang (Ma, dkk., 2014).

Reaksi alkali fusi melibatkan reaksi perubahan kaolin menjadi metakaolin dan perubahan kuarsa menjadi sodium silikat dengan reaksi yang ditampilkan pada persamaan (2.1-2.2) (Deleuze, dkk., 1995).

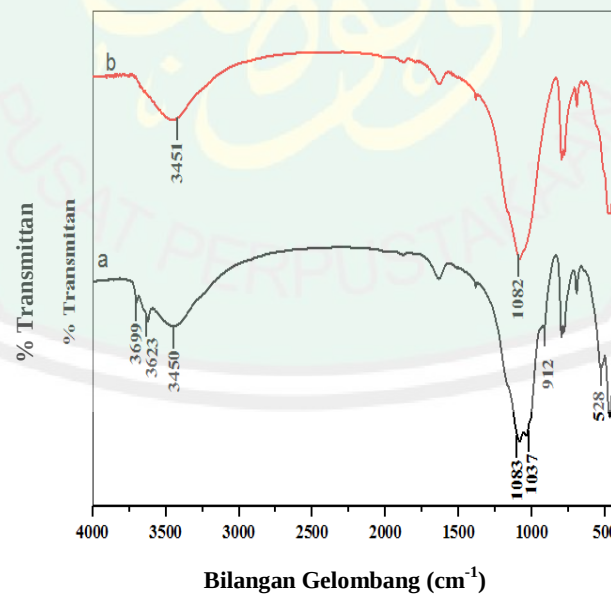


Hasil karakterisasi menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) pada sampel metakaolin ditampilkan pada Gambar 2.3 (a). Dari data tersebut menunjukkan bahwa metakaolin dengan metode alkali fusi merupakan material tidak beraturan (amorf), sedangkan kaolin Gambar 2.3 (b) merupakan material

berbentuk lempengan. (Ayele, dkk., 2016). Morfologi dari metakaolin dengan metode konvensional Gambar 2.3 (c) menunjukkan bahwa lempengan dari kaolin mulai hancur tapi masih belum sempurna. Hal ini menunjukkan mulai terbentuknya fase amorf yaitu metakaolin. (Cahyawati, 2017).



Gambar 2.3 Morfologi partikel (a) metakaolin metode alkali fusi (b) kaolin (Ayele, dkk., 2016). (c) metakaolin metode konvensional (Cahyawati, 2017).



Gambar 2.4 Spektra inframerah (a) kaolin dan (b) metakaolin (700°C) (Cahyani, 2017).

Hasil karakterisasi transformasi kaolin menjadi metakaolin dengan spektroskopi IR ditampilkan pada Gambar 2.4. Interpretasi spektra FTIR kaolin dan metakaolin dirangkum pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin dan metakaolin

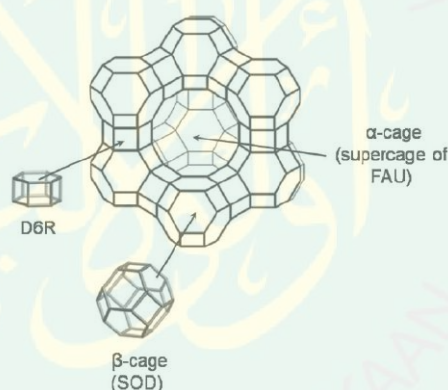
Bilangan Gelombang (cm^{-1})			Keterangan
Teoritis	Kaolin	Metakaolin	
3694	3699	-	Regangan Al-OH antar lapisan
3620	3623	-	Regangan Al-OH
-	3450	3451	Regangan Si-O-H
-	1863	1879	-
-	1636	1634	Tekukan H-O-H
-	1384	1381	Al-O (TO_4)
1117-1105	1083	1082	Regangan lurus Si-O
1035-1030	1037	-	Regangan Si-O (Mineral lempung)
918-909	912	-	Deformasi OH yang berhubungan dengan Al^{3+}
800-784	797	796	Regangan Si-O-Si
-	777	779	Si-O kuarsa
700-686	694	693	Si-O kuarsa
542-535	528	-	Regangan Si-O-Al
475-468	468	468	Tekukan Si-O-Si

Berdasarkan Gambar 2.4 spektrum inframerah kaolin menunjukkan pita serapan Al-O-H pada bilangan gelombang 3699 dan 3623 cm^{-1} , deformasi Al-OH pada bilangan gelombang 912 cm^{-1} , Si-O pada bilangan gelombang 1037 cm^{-1} , dan Si-O-Al pada bilangan gelombang 528 cm^{-1} . Sementara pada spektrum metakaolin, pita serapan Al-O-H menghilang pada bilangan gelombang 3699, 3623 dan 912 cm^{-1} , serta hilangnya pita serapan pada bilangan gelombang 528 dan 912 cm^{-1} diperkirakan karena perubahan koordinasi oktahedral aluminium dalam kaolin menjadi koordinasi tetrahedral aluminium pada metakaolin. Bilangan gelombang 1037 cm^{-1} pada spektrum kaolin berhubungan dengan pita Si-O-Si

atau Si-O-Al lempung yang tidak teramati pada spektrum metakaolin (Cahyani, 2017).

2.3 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX

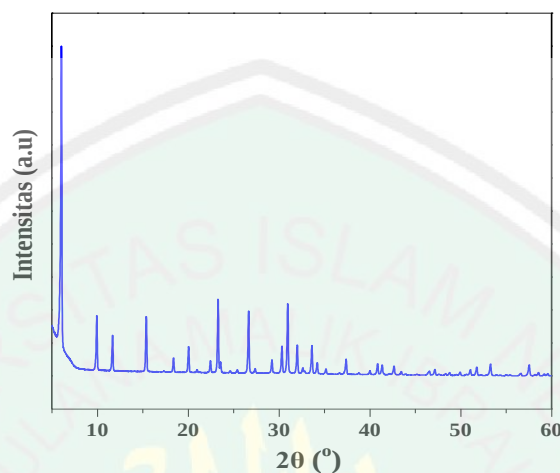
Zeolit merupakan mineral yang memiliki kristalinitas tinggi, aluminosilikat berpori yang memiliki struktur tiga dimensi yang terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral tersebut dihubungkan oleh atom-atom oksigen, yang akhirnya menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya berisi logam alkali, alkali tanah sebagai kation penyeimbang dengan ukuran 5–12 Å (Abdullahi, dkk., 2017, Chetam, 1992).



Gambar 2.5 Struktur kerangka zeolit X (Abdullahi, dkk., 2017).

Salah satu jenis dari zeolit adalah . Struktur kerangka zeolit ditampilkan pada Gambar 2.5. Zeolit jenis *e* terdiri dari dua macam zeolit, salah satunya yaitu zeolit X. Zeolit X ($\text{Na}_{86}(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106} \cdot 264\text{H}_2\text{O}$) termasuk jenis yang terbentuk dari cincin D6R. Zeolit X memiliki diameter *supercage* 13 Å dan diameter kerangka zeolit sodalit 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi (Tammavong, 2003). Zeolit X () yang memiliki rasio $\text{Si}/\text{Al} < 2,5$ (Kovo, 2014). Zeolit X banyak diaplikasikan sebagai kation *exchange*, absorben, katalis, juga

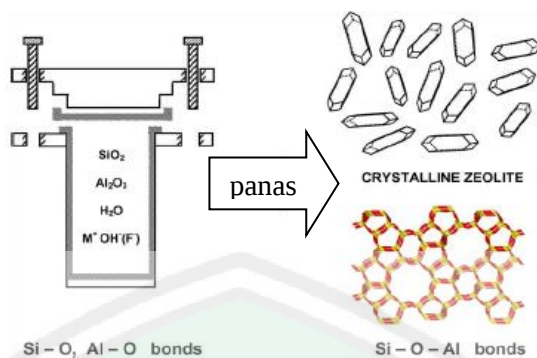
diaplikasikan pada pemurnian dan pemisahan gas maupun komponen organik (Wajima, dkk. 2018).



Gambar 2.6 Pola difraksi sinar-X standar zeolit X (IZA)

Karakterisasi struktur zeolit NaX dapat dianalisis secara kualitatif dengan menggunakan XRD. Zeolit NaX memiliki struktur kristal yang spesifik sehingga akan memiliki puncak spesifik pada 2θ ketika karakterisasi dengan XRD. Pola difraksi sinar-X zeolit NaX ditampilkan pada Gambar 2.6 dan puncak tertinggi muncul pada daerah $2\theta (^{\circ}) = 6,065$.

Metode sintesis zeolit NaX dilakukan dengan metode hidrotermal. Hidrotermal merupakan metode yang melibatkan reaksi heterogen dengan adanya pelarut atau mineralizer dibawah tekanan tinggi dan kondisi untuk melarutkan dan mengkristalkan kembali material yang tidak larut dalam kondisi biasa. Suhu hidrotermal yang digunakan adalah dibawah titik kritis air yang dilakukan dalam wadah tertutup dan tekanan tinggi. Kondisi suhu pemanasan diatas suhu kritis air ($T_c = 374,2^{\circ}\text{C}$) dan tekanan kritis ($P_c = 22,1 \text{ MPa}$) disebut *supercritical water* (Byrappa. K., 2001).



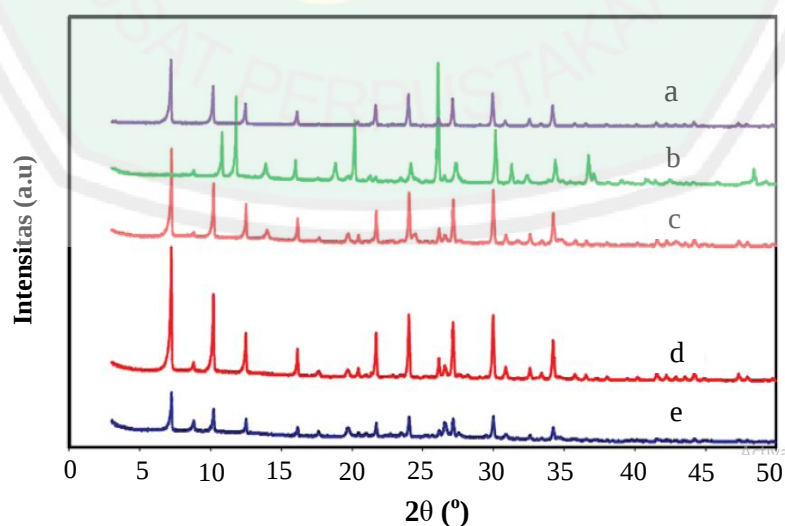
Gambar 2.7 Proses pembentukan kristal zeolit dengan metode hidrotermal (Cundy dan Cox, 2005).

Tahap pembentukan zeolit dengan metode hidrotermal ditampilkan pada Gambar 2.8. Reaktor hidrotermal yang digunakan pada percobaan ini tidak dilengkapi dengan pengatur tekanan. Bahan sintesis zeolit X adalah silika, alumina, air dan basa. Pemanasan dilakukan didalam oven. Tahapan pembentukan kristal zeolit X dalam reaktor hidrotermal yaitu padatan amorf, larutan, dan kristal. Fasa padatan amorf merupakan tahapan dimana larutan yang dibuat dari campuran reaktan masih bersifat sangat jenuh. Fase larutan merupakan fase dimana reaktan-reaktan larut dan saling bereaksi membentuk *framework* zeolit sesuai dengan perbandingan Si/Al reaktan. Kemudian, fasa kristal merupakan fasa dimana produk zeolit telah terbentuk karena pengaruh suhu dan tekanan (Cundy dan Cox, 2005).

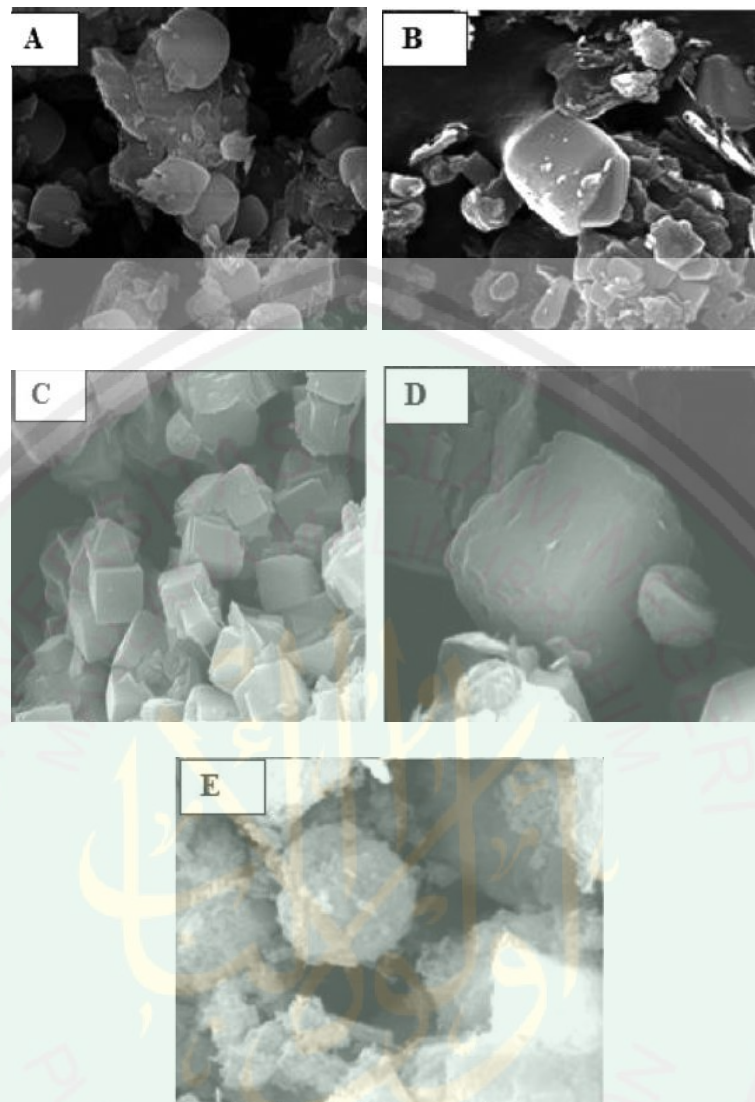
Zeolit NaX terbentuk karena adanya perubahan struktur dari metakaolin yang disebabkan oleh penambahan basa seperti NaOH. Larutan basa akan membuat struktur metakaolin menjadi tidak stabil. Penambahan NaOH berfungsi sebagai reagen, *mineralizer*, dan juga *metalizer* (pendukung). *Mineralizer* adalah senyawa yang ditambahkan untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara

meningkatkan kemampuan melarutnya. Sedangkan *metalizer* dibutuhkan dalam sintesis zeolit karena zeolit mempunyai struktur negatif pada ion Al sehingga dibutuhkan kation penyeimbang untuk menetralkannya (Schubert dan Housing, 2000).

Sintesis zeolit dengan metode hidrotermal dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya suhu kristalisasi. Suhu kristalisasi berpengaruh besar pada nukleasi dan pertumbuhan dari kristal zeolit. Kenaikan suhu akan menaikkan laju pertumbuhan kristal dan laju nukleasi karena meningkatnya frekuensi tumbukan antara kaolin dengan NaOH (Johnson dan Arshad, 2014). Pada Gambar 2.9 Sintesis zeolit X dengan variasi suhu 80, 100, 150 dan 200°C menunjukkan bahwa pembentukan zeolit X meningkat dengan meningkatnya suhu kristalisasi pada 80 dan 100°C, namun pada suhu 150°C mulai terbentuk pengotor berupa zeolit sodalit. Kelimpahan zeolit sodalit meningkat dengan meningkatnya suhu antara 150-200°C pada $2\theta = 14,16^\circ$ (Kovo, 2014).



Gambar 2.8 Pola Difraksi sinar-X dari (a) standar zeolit X, zeolit X dengan suhu pemanasan (b) 200 (c) 150 (d) 100 dan (e) 80 selama 6 jam (Kovo, 2014).



Gambar 2.9 Morfologi partikel zeolit NaX dengan perbedaan suhu hidrotermal (a) 80 (b) 90 (c) 100 (d) 150 dan (e) 200°C (Kovo, 2014).

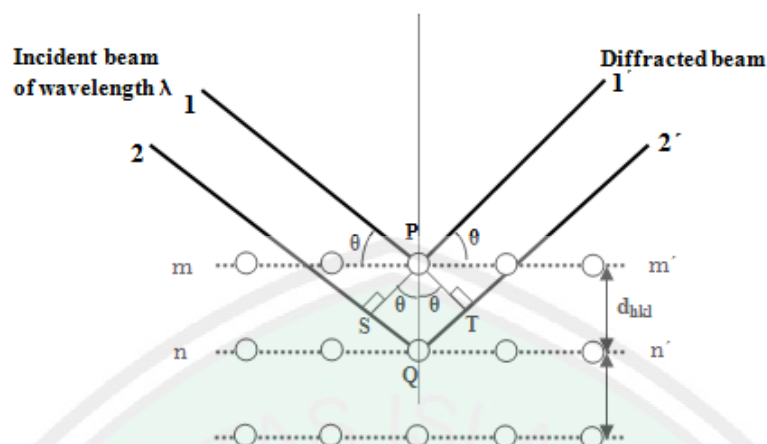
Kovo, (2014) telah mensintesis zeolit X dari kaolin dengan variasi suhu hidrotermal yaitu 80, 90, 100, 150 dan 200°C. Pada Gambar 2.9 Diperoleh hasil bahwa morfologi kristal berbentuk kubus pada zeolit X meningkat dengan meningkatnya suhu 80 hingga 150°C. Namun, pada suhu pemanasan 200°C morfologi zeolit X berubah menjadi tidak beraturan, hal ini disebabkan telah berubahnya stuktur zeolit X menjadi zeolit sodalit (Kovo, 2014).

2.4 Difraksi sinar-X (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola pada pola padatan (Goldberg, dkk., 2004). XRD digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur (Smallman, 2000).

Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah dihasilkan dari tabung sinar-X yang terjadi akibat adanya tumbukan elektron-elektron yang bergerak sangat cepat dan mengenai logam sasaran. Elektron ini membawa energi foton yang cukup untuk mengionisasi sebagian elektron di kulit K (1s), sehingga elektron yang berada pada orbital kilit luar akan berpindah dan mengisi orbital 1s dengan memancarkan sejumlah energi berupa sinar-X. Radiasi yang dihasilkan orbital K ke orbital lain disebut sinar-X deret K, dimana K₁ adalah eksitasi elektron ke kulit L. K₂ adalah eksitasi elektron ke kulit M (Ewing, 1985).

Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk dan mengetahui tingkat kristalinitas berdasarkan intensitas tertinggi. Fase padatan sistesis diidentifikasi dengan menbandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari IZA. Identifikasi kristalinitas dalam material dengan cara menentukan parameter kisi serta mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan persamaan Bragg seperti ditunjukkan pada persamaan 2.1. W.L. Bragg menggambarkan difraksi sinar-X oleh kristal ditunjukkan seperti pada Gambar 2.10 (Aji dan Anjar, 2009).



Gambar. 2.10 Pola difraksi sinar-X

$$n \lambda = 2 d \sin \Theta \dots\dots\dots (2.1)$$

Dengan λ : panjang gelombang sinar-X yang digunakan, Θ : sudut antara sinar datang dan bidang normal, d : jarak antara dua bidang kisi, n : orde pembiasan.

Nilai 2-theta menunjukkan sudut dari sinar datang dan sinar yang direfleksikan. Refleksi sinar ditentukan dari dimensi sel satuan, intensitas refleksi ditentukan oleh distribusi elektron dalam sel satuan. Kerapatan elektron tertinggi ditemukan di sekitar atom. Oleh karena itu, intensitasnya tergantung pada jenis atom yang kita miliki dan di mana di sel satuan mereka berada. Nilai 2-theta untuk puncak tergantung pada panjang gelombang material anoda dari tabung sinar-X yang digunakan. Pengukuran Intensitas berdasarkan garis difraksi yang diukur sebagai tinggi puncak di atas *background* dan dinyatakan dalam persentase dari garis terkuat. Gelombang yang terdifraksi sesuai dengan persamaan Hukum Bragg, $n \lambda = 2 d \sin \theta$, dimana nilai $SQ + QT = n \lambda$ atau $SQ + QT = 2PQ \sin \theta = 2d \sin \theta = n \lambda$ (Morris, dkk., 1981).

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2017- Mei 2018 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang dan Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, neraca analitik, *magnetic stirrer* (pengaduk magnet), tanur, rektor hidrotermal (tidak dilengkapi pengatur tekanan), oven, mortal dan alu, botol aquades, pH universal, seperangkat alat penyaring vakum, *autoclave stainless-steel*, ayakan 200 mesh, seperangkat alat XRD, seperangkat alat XRF, seperangkat alat SEM, dan seperangkat alat spektroskopi FTIR.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah kaolin Blitar, akuades, Natrium hidroksida (NaOH, 99%, Sigma-Aldrich), γ -Alumina (γ -Al₂O₃), asam klorida (HCl) 1 M, *aluminium foil*, dan kertas saring.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan ini bertujuan untuk mengetahui suhu hidrotermal yang optimal untuk sintesis zeolit NaX dari kaolin alam. Karakterisasi pada Penelitian ini meliputi XRF, XRD, SEM dan FTIR. Proses sintesis zeolit NaX dari kaolin dilakukan dengan dua tahap, yang pertama transformasi kaolin menjadi metakaolin dengan metode alkali fusi. Kedua sintesis zeolit NaX dari metakaolin menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu kristalisasi yaitu 100, 110, dan 120°C.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi:

1. Preparasi sampel kaolin
2. Karakterisasi kaolin menggunakan XRD, XRF, FTIR dan SEM
3. Transformasi kaolin menjadi metakaolin dengan metode alkali fusi
4. Karakterisasi metakaolin menggunakan XRD, FTIR dan SEM
5. Sintesis zeolit NaX dari metakaolin menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu kristalisasi 100, 110, dan 120°C.
6. Karakterisasi zeolit NaX hasil sintesis menggunakan XRD, FTIR dan SEM
7. Analisa data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin

Sampel kaolin dicuci dengan aquades kemudian dikeringkan. Kaolin kemudian dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200-230 mesh. Selanjutnya kaolin yang lolos ayakan 200 mesh dan tidak lolos ayakan 230 mesh dicuci menggunakan asam klorida (HCl) 1 M dengan perbandingan kaolin/HCl 1 :

4 (b/v). 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 Transformasi Kaolin Menjadi Metakaolin dengan Metode Alkali Fusi

Diambil 4,29 gram kaolin dan ditambahkan dengan padatan NaOH sebanyak 8,58 gram kemudian dihaluskan selama 1 jam dan didiamkan selama 30 menit kemudian dikalsinasi pada suhu 600°C selama 1 jam dan dihaluskan selama 30 menit berhitung stoikiometri ditampilkan pada lampiran 2. Selanjutnya kaolin dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM untuk mengetahui keberhasilan transformasi kaolin menjadi metakaolin (Ma, dkk., 2014).

3.5.3 Sintesis Zeolit NaX dari Metakaolin Menggunakan Metode Hidrotermal

9,802 gram metakaolin yang telah mengandung Na₂O ditambahkan dengan H₂O dan Al₂O₃ dengan rasio molar:



Berdasarkan data persentase Si dan Al dari hasil XRF setelah proses pencucian diperoleh rasio molar Si/Al dalam kaolin Blitar sebesar 6,22 sehingga perlu penambahan Al₂O₃ 0,159 gram untuk mendapatkan rasio Si/Al 5. Secara stoikiometri kebutuhan air yang akan digunakan adalah 32,4 mL H₂O sedangkan sumber silica 9,802 gram yang berasal dari metakaolin. Perhitungan kebutuhan prekursor ditampilkan pada lampiran 2. Hasil campuran prekursor didiamkan pada suhu ruang selama 10 hari. Kemudian campuran dipanaskan pada variasi suhu

100, 110 dan 120°C selama 2 jam didalam reaktor hidrotermal (reaktor tidak dilengkapi dengan pengontrol tekanan). Hasil sintesis kemudian dicuci dengan aquades sampai pH 9 atau 10 dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100°C selama 1 jam. Selanjutnya produk sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD 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 sebesar 20 kV dan arus 128 uA selama 60 detik.

3.6.2 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada sampel kaolin, metakaolin, dan zeolite NaX yang telah disintesis. Masing-masing sampel dihaluskan menjadi bubuk kemudian ditempatkan pada *sample holder*. XRD diatur menggunakan radiasi sinar-X Cu K α sebesar 1,541 Å pada rentang 2 θ (°): 5-60 dengan kecepatan pengukuran 0,02° / detik.

3.6.3 Karakterisasi Kaolin dan Metakaolin Menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR)

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan pada sampel kaolin, metakaolin dan zeolit NaX hasil sintesis. Sampel berbentuk serbuk halus sebanyak 0,5 mg digerus bersama 5 mg serbuk KBr kering di dalam *mortar agate*.

Campuran kemudian dipres untuk mendapatkan 3 mm pellet KBr. Analisis dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

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

Karakterisasi dengan SEM dilakukan pada sampel kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX hasil sintesis. Masing-masing sampel diambil 2 mg dan diletakkan dalam *sampel holder*. Kemudian sampel dianalisa morfologinya dengan menggunakan perbesaran 5000 dan 20.000 kali sehingga ukuran dan bentuk partikel dapat teramati dengan baik.

3.7 Analisis Data

3.7.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRF adalah tabel. Puncak yang muncul pada difraktogram tersebut menunjukkan unsur yang terkandung dalam kaolin. Tinggi puncak menunjukkan banyaknya unsur yang terkandung dalam kaolin.

3.7.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Data hasil karakterisasi kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX menggunakan XRD adalah berupa difraktogram. Pembentukan struktur zeolit NaX ditentukan oleh munculnya puncak pada 2θ spesifik pada difraktogram. Selanjutnya pola puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui terbentuknya kristal zeolit NaX. Kemudian, dari variasi suhu

kristalisasi ditentukan pembentukan struktur serta kemurnian zeolit NaX yang terbaik.

3.7.4 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 diperoleh data berupa spektra inframerah. Spektra tersebut berupa pola pita-pita serapan inframerah yang muncul pada frekuensi vibrasi spesifik molekul-molekul. Spektra yang didapatkan kemudian dianalisis dengan cara dibandingkan dengan data spektra FTIR standar.

3.7.5 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Data hasil karakterisasi kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX menggunakan SEM adalah berupa foto atau gambar morfologi permukaan bentuk, ukuran dan keseragaman partikel dari kaolin, metakaolin, dan zeolit NaX hasil sintesis. Morfologi dari zeolit NaX akan menunjukkan bentuk kristal dan ukuran zeolit. Kemudian, dari variasi suhu kristalisasi ditentukan morfologi zeolit NaX hasil sintesis. Morfologi kaolin berupa partikel yang tersusun dengan model lapisan, morfologi metakaolin berupa material amorf, morfologi zeolite X berupa kristal.

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit NaX dengan menggunakan raw material dari kaolin alam Blitar. Sintesis dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan *pre-treatment* alkali fusi. Hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa yang terbentuk, spektroskopi inframerah (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi, dan SEM untuk mengetahui morfologi.

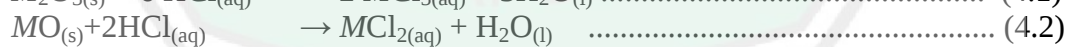
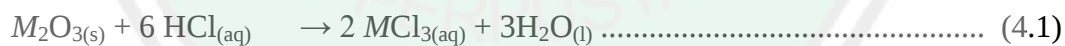
4.1 Preparasi Kaolin

Kaolin merupakan sumber silika dan alumina untuk sintesis zeolit NaX. Kaolin merupakan bahan tambang dengan kenampakan fisik berwarna putih dan memiliki kandungan berupa silika, alumina, dan logam-logam pengotor. Kandungan logam-logam pengotor dalam kaolin dikurangi dengan pencucian menggunakan larutan HCl 1 M atau proses purifikasi. Hasil analisa XRF kaolin Blitar sebelum dan setelah proses pencucian ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kandungan mineral kaolin

Unsur	Konsentrasi (%) sebelum dicuci dengan HCl 1M	Konsentrasi (%) setelah dicuci dengan HCl 1M
Al	14	11,7
Si	65,7	72,8
P	3,1	1,2
K	6,18	6,35
Ca	5,41	2,31
Ti	3,01	3,04
V	0,11	0,092
Cr	0,14	0,048
Mn	0,19	0,19
Fe	2,23	2,03
Ni	0,087	0,02
Cu	0,071	0,081
Eu	-	0,05
Yb	0,07	0,09

Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui persentase Si/Al sebelum pencucian dengan larutan HCl 1 M adalah 4,69, sedangkan setelah pencucian rasio Si/Al sebesar 6,22. Pencucian kaolin dengan larutan HCl berfungsi untuk menurunkan kadar logam-logam pengotor dalam kaolin. Unsur logam Al, P, V, Cr, Fe, dan Ni mengalami penurunan persentase. Unsur-unsur yang mengalami penurunan disebabkan karena unsur-unsur tersebut dapat larut dalam asam. Proses dealuminasi atau penurunan persentase aluminium (Al) setelah pencucian dengan HCl 1 M disebabkan karena Al bersifat amfoter sehingga mudah larut di dalam asam (Svehla, 1979). Oleh karena itu pencucian dilakukan dengan konsentrasi HCl yang rendah yaitu 1 M untuk menghindari larutnya aluminium ke dalam asam yang terlalu banyak yang berakibat berkurangnya kandungan aluminium dalam kaolin. Selain silika, alumina pada kaolin juga digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit. Unsur besi (Fe) mengalami penurunan setelah pencucian dengan HCl 1M. Hal ini dijelaskan dalam Svehla (1979) bahwa unsur besi (II) dapat larut dalam larutan asam klorida pekat maupun encer. Reaksi pelarutan logam menggunakan HCl secara umum ditampilkan pada Persamaan 4.1 dan 4.2.



Pencucian kaolin dengan HCl 1 M mengakibatkan adanya anion Cl^- yang masih tersisa dalam sampel kaolin sehingga harus dinetralkan dengan akuades. Pengujian sampel kaolin yang masih mengandung ion Cl^- dilakukan dengan menambah larutan $AgNO_3$. Pencucian dilakukan sampai tidak terbentuk endapan putih berupa $AgCl$.

Allah SWT menciptakan segala sesuatu yang ada di muka bumi ini sesuai dengan ukuran tertentu. Hal ini sesuai dengan hasil analisa XRF pada kaolin Blitar sebelum dan setelah proses pencucian. Setelah proses pencucian kaolin menggunakan HCl 1 M menunjukkan bahwa tidak terjadi banyak perubahan pada kation penyeimbang dalam struktur kaolin. Hal tersebut menunjukkan bahwa penciptaan Allah SWT sudah sangat teratur dan sesuai dengan ukuran yang pasti. Allah SWT telah menjelaskan dalam firman-Nya surat al-Hijr (15): 19 sebagai berikut.

وَالْأَرْضَ مَدَدْنَاهَا وَأَلْقَيْنَا فِيهَا رَوَاسِيَ وَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ شَيْءٍ مَّوْزُونٍ

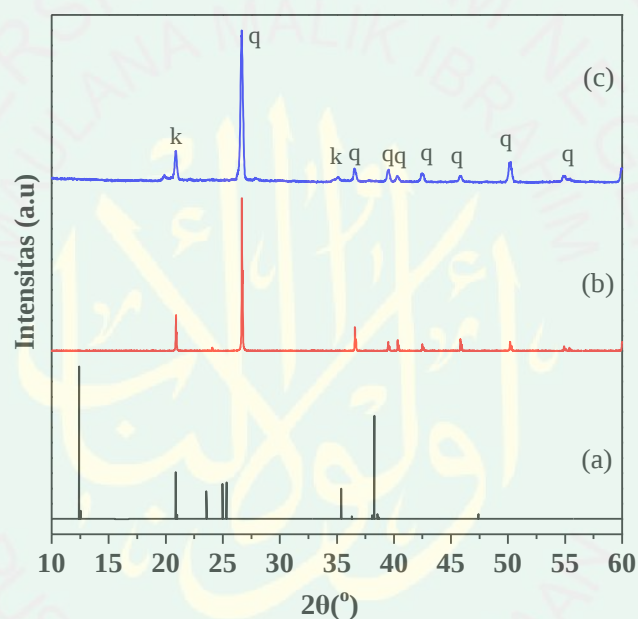
Artinya: *“Dan Kami telah menghamparkan bumi dan menjadikan padanya gunung-gunung dan Kami tumbuhkan padanya segala sesuatu menurut ukuran.”* (QS. Al-Hijr (15) : 19).

Para mufassir berpendapat bahwa kata مَوْزُونٍ mengacu pada pertumbuhan tanaman (Shihab, 2002). Lafad مَوْزُونٍ mempunyai makna ukuran yang telah ditentukan atau segala sesuatu menurut ukuran yang sesuai (Katsir, 2003). Kata مَوْزُونٍ tersebut sesuai dengan hasil XRF kaolin Blitar yang telah Allah swt ciptakan sesuai dengan ukuran tertentu, sehingga hanya terjadi sedikit penurunan dan kenaikan komposisi penyusun struktur kaolin Blitar sebelum dan setelah proses pencucian.

4.2 Karakterisasi Kaolin Alam Blitar

Kaolin alam Blitar sebelum digunakan sebagai prekursor dalam sintesis zeolit NaX dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui jenis fasa yang terdapat dalam kaolin alam Blitar. Hasil pengukuran XRD ditampilkan pada

Gambar 4.1 dan menunjukkan bahwa kaolin Blitar memiliki dua puncak khas kaolin pada 2θ ($^{\circ}$) = 20,8845 dan 35,1342 tetapi mengandung senyawa kuarsa dalam jumlah yang dominan. Hal ini ditandai dengan puncak khas kuarsa pada 2θ ($^{\circ}$) = 26,6594; 36,4985; 39,429; 39,552; 42,4304; 50,2411; 45,7823; 54,8195. Kandungan kuarsa ini menunjukkan bahwa kaolin Blitar termasuk kategori kaolin *low grade*.

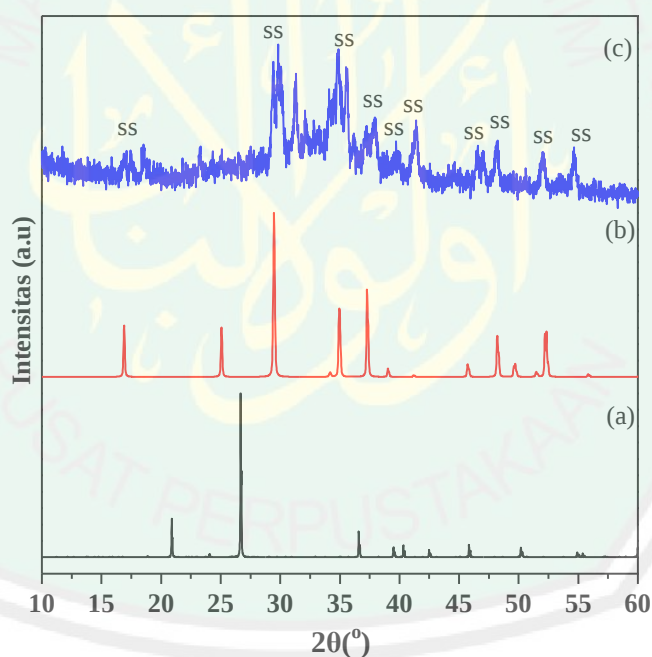
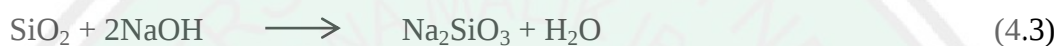


Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X (a) standar kaolin (b) standar kuarsa (c) kaolin alam Blitar (k: kaolin dan q: kuarsa).

4.3 Sintesis Metakaolin dari Kaolin Alam Blitar

Proses perubahan kaolin menjadi metakaolin (metakaolinisasi) merupakan salah satu tahap penting dalam sintesis zeolit NaX dari kaolin. Metakaolin lebih reaktif dari pada kaolin, sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit. Perubahan kaolin menjadi metakaolin dilakukan dengan penambahan NaOH dan proses kalsinasi.

Pola difraksi sinar-X pada kaolin Blitar setelah proses alkali fusi ditampilkan pada Gambar 4.2. Berdasarkan data tersebut menunjukkan bahwa kaolin Blitar setelah proses alkali fusi telah mengalami perubahan fasa menjadi metakaolin dan sodium silikat. Dari data tersebut juga diketahui bahwa kandungan sodium silikat lebih dominan. Hal ini dikarenakan kandungan kuarsa dalam jumlah yang banyak akan bereaksi dengan NaOH membentuk sodium silikat sesuai dengan Persamaan reaksi 4.3 (Pranowo, dkk. 2017).



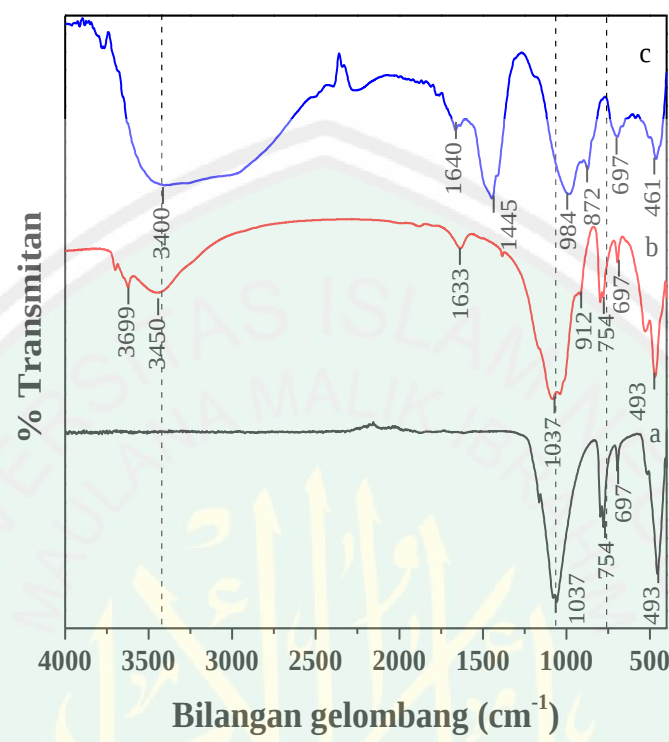
Gambar 4.2 Pola difraksi sinar-X (a) standar kuarsa (b) standar sodium silikat (c) metakaolin dan sodium silikat (ss: sodium silikat).

Spektra IR pada kaolin Blitar dan prekursor dengan rasio berat NaOH/kaolin 2:1 ditampilkan pada Gambar 4.3. Identifikasi modus vibrasi IR sampel dirangkum pada Tabel 4.2. Spektrum IR pada Gambar 4.3 (b)

menunjukkan bahwa modus vibrasi kaolin Blitar didominasi oleh kuarsa yang ditandai dengan kesamaan pola spektrum IR kaolin Blitar dengan spektrum IR standar kuarsa. Modus vibrasi silika bebas dari kuarsa pada Gambar 4.3 (b) teridentifikasi pada bilangan gelombang 754 cm^{-1} , sedangkan kaolin teridentifikasi pada modus vibrasi (i) Al-O-H pada daerah 3699 dan 3450 cm^{-1} , (ii) H-O-H *bending* pada 1633 cm^{-1} , (iii) regangan T-O-T asimetrik tetrahedral pada 1037 cm^{-1} , (iv) regangan Al-OH oktahedral pada 912 cm^{-1} , (v) T-O-T simetrik *bending* pada 694 dan 528 cm^{-1} dan (vi) T-O-T asimetrik *bending* pada 493 cm^{-1} ($T = \text{Si}$ atau Al).

Perubahan struktur kaolin yang telah mengalami proses alkali fusi dapat dilihat pada Gambar 4.3 (c). Pada spektrum kaolin Blitar Gambar 4.3 (c) modus vibrasi 754 cm^{-1} menghilang yang diperkirakan SiO_2 (kuarsa) sudah bertransformasi menjadi sodium silikat. Perubahan koordinasi oktahedral Al-O menjadi koordinasi tetrahedral Al-O ditunjukkan dengan hilangnya modus vibrasi pada 912 cm^{-1} dan munculnya modus vibrasi pada bilangan gelombang 872 cm^{-1} . Hal ini mengindikasikan bahwa pada proses alkali fusi kaolin juga berhasil merubah kaolin menjadi metakaolin.

Proses alkali fusi juga menyebabkan melebarinya serapan dari vibrasi O-H pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} . Hal tersebut disebabkan karena sodium silikat yang terbentuk bersifat higroskopis. Pada spektrum pada Gambar 4.3 (c) teramati spektra baru pada bilangan gelombang 1445 cm^{-1} diperkirakan adanya regangan asimetis C-O pada CO_3^{2-} karena CO_2 bereaksi dengan sodium silikat membentuk Na_2CO_3 sesuai dengan persamaan reaksi 4.5 sebagai berikut (Maia, dkk., 2015).



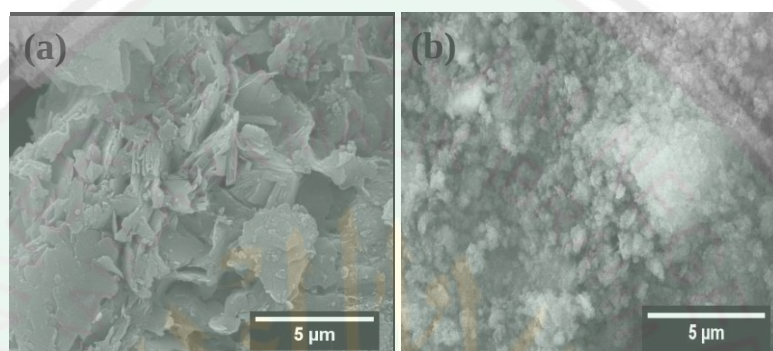
Gambar 4.3. Spektra FTIR (a) standar kuarsa (b) kaolin Blitar (c) metakaolin dan sodium silikat

Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin dan metakaolin

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Keterangan (Jenis Vibrasi)
Kaolin	Metakaolin	
3699	-	Regangan Al-OH antar lapisan*
3450	3400	Regangan O-H*
1633	1640	H-O-H <i>Bending</i> *
-	1445	Regangan C-O asimetrik dari Na ₂ CO ₃
1037	984	Regangan T-O-T asimetrik tetrahedral
912	-	Regangan Al-O (oktahedral)
-	872	Regangan Al-O (tetrahedral)**
754	-	Regangan Si-O bebas (kuarsa)*
694	697	Regangan T-O-T simetrik**
528	520	T-O-T <i>bending</i> simetrik **
468	461	T-O-T <i>bending</i> asimetrik *

*Saikia dan Parthasarathy (2010), **Ekosse (2005) (T : Si atau Al)

Hasil karakterisasi menggunakan SEM diperoleh morfologi dari kaolin yang ditampilkan pada Gambar 4.4 (a). Morfologi dari partikel kaolin berbentuk lempengan yang tersusun berlapis-lapis dan heterogen, sedangkan pada metakaolin pada Gambar 4.3 (b) terjadi perubahan morfologi berupa lapisan dari lempengan kaolin menjadi tidak beraturan akibat proses dehidroksilasi.



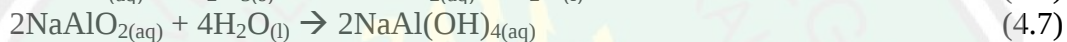
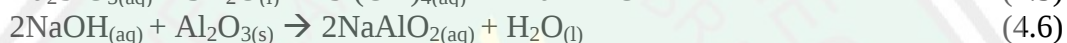
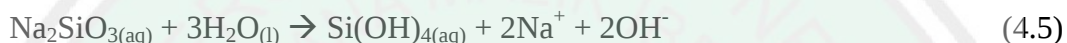
Gambar 4.4. Morfologi SEM (a) kaolin Blitar dan (b) metakaolin pada perbesaran 15.000x

4.3 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaX Menggunakan Metode Hidrotermal

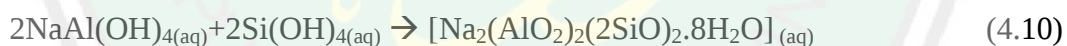
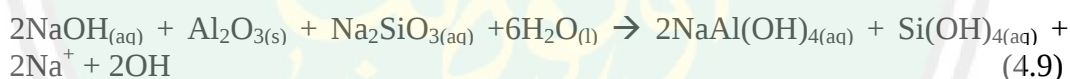
Sintesis zeolit NaX dari kaolin digunakan dengan komposisi molar 10 SiO_2 : $1\text{Al}_2\text{O}_3$: $9,6 \text{Na}_2\text{O}$: $180 \text{H}_2\text{O}$. Berdasarkan analisis kandungan kaolin Blitar menggunakan XRF, perbandingan Si/Al dalam kaolin Blitar yang telah dicuci dengan larutan HCl 1 M adalah 6,22. Oleh karena itu, dilakukan penambahan Al_2O_3 agar rasio Si/Al menjadi 5. Secara umum, reaksi yang terjadi selama sintesis zeolit NaX dapat dilihat pada Persamaan 4.5 - 4.11.

Sodium dari proses alkali fusi pada pembentukan zeolit NaX akan bereaksi dengan air membentuk spesi silikat (Persamaan 4.5) dan NaOH yang berlebih pada sodium silikat akan bereaksi dengan alumina membentuk sodium aluminat

(Persamaan 4.6) yang kemudian membentuk spesi aluminat ($[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$) (Persamaan 4.7). Spesi silikat tersebut juga akan bereaksi dengan spesi aluminat yang ada membentuk polimer alumina silikat karena spesi silikat yang terbentuk bersifat reaktif yang disebabkan adanya pasangan elektron bebas dari atom oksigen (O) sehingga akan bereaksi dengan mengikat spesi silikat lainnya. Secara umum mekanisme reaksi yang terjadi ditampilkan pada persamaan 4.5-4.11 (Peng, dkk., 2014 dan Deleuze, dkk., 2014).

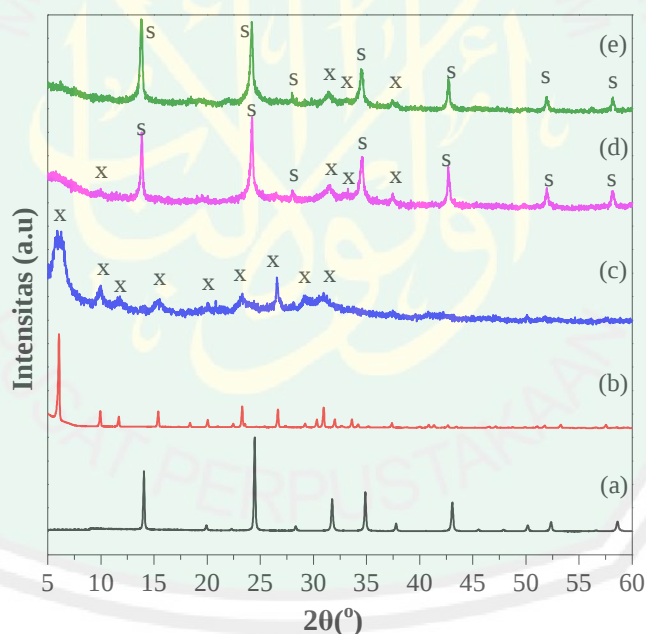


Penjumlahan reaksi pada Persamaan 4.5 dan 4.8



Proses pembentukan kristal zeolit NaX diawali pada waktu pemeraman (*aging*) yang dilakukan selama 10 hari. Proses *aging* berfungsi untuk menghomogenkan reaktan dan meningkatkan proses kristalisasi, sehingga dapat menyempurnakan pertumbuhan kristal zeolit NaX. Aging yang lama akan menghasilkan produk yang lebih seragam disebabkan jumlah silikat yang masuk kedalam polimer alumina silikat akan semakin banyak sehingga jumlah inti yang terbentuk lebih banyak dan seragam (Johnson dan Arsyad, 2014).

Tahapan pembentukan kristal zeolit NaX dilanjutkan dengan proses hidrotermal yang bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk selama proses pemeraman dan juga untuk menyempurnakan pertumbuhan kristal. Kondisi suhu optimum selama proses kristalisasi akan mempengaruhi kristal yang terbentuk. Kristalisasi dilakukan menggunakan reaktor hidrotermal dengan variasi suhu 100, 110 dan 120°C selama 2 jam. Pada tahap pembentukan kristal, pemanasan menyebabkan campuran aluminosilikat mengalami penataan ulang sehingga strukturnya yang terurai menjadi lebih teratur dan dapat terbentuk kristal zeolit.



Gambar 4.5 Pola difraksi sinar-X (a) standar zeolit sodalit, (b) standar zeolit NaX, (c) zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 100 (d) 110 dan (e) 120°C selama 2 jam (x: zeolit NaX dan s: sodalit).

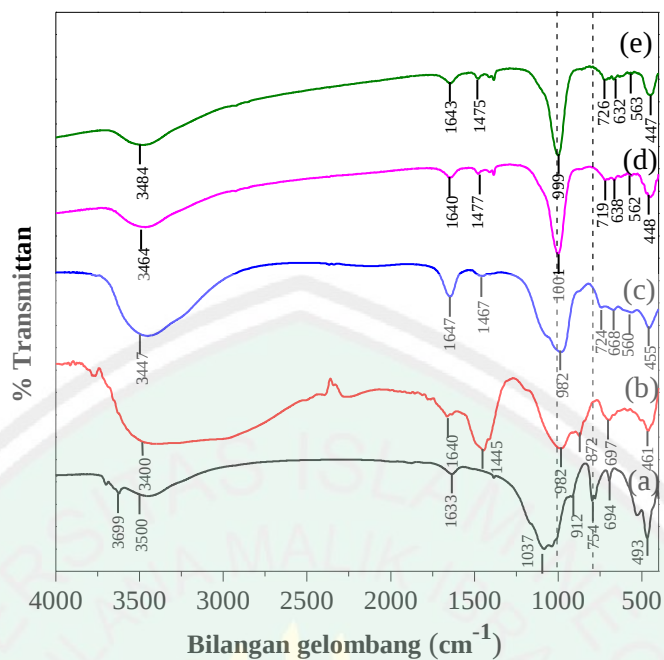
Pola difraksi sinar-X zeolit NaX ditampilkan pada Gambar 4.5. Hasil XRD kemudian dibandingkan dengan difraktogram standar dari *International Zeolite Association* (IZA) diperoleh hasil bahwa pada suhu reaksi hidrotermal

100°C selama 2 jam terbentuk zeolit NaX, akan tetapi memiliki derajat kristalinitas yang rendah (amorf), sedangkan pada suhu hidrotermal 110°C diperoleh zeolit NaX, akan tetapi mulai terbentuk pengotor zeolit sodalit, dan pada suhu 120°C diperoleh zeolit NaX dengan pengotor zeolit sodalit dalam jumlah yang lebih banyak. Hal tersebut dikarenakan semakin tinggi suhu hidrotermal, maka pertumbuhan kristal zeolit sodalit akan semakin tinggi yang disebabkan karena adanya penataan ulang struktur pada fase metastabil dari zeolit NaX menjadi fase stabil dari zeolit sodalit (Molina, 2004 dan Xu Zhang, dkk., 2013).

Tabel 4.3 Interpretasi spektra FTIR zeolit NaX

No	Kaolin	Sodium silikat	Zeolit 100°C	Zeolit 110°C	Zeolit 120°C	Jenis Vibrasi
1	3699	-	-	-	-	Regangan Al-OH (Al oktahedral)
2	3400	3400	3453	3464	3484	Regangan O-H
3	1633	1634	1648	1640	1643	Vibrasi O-H <i>bending</i>
4	-	1445	-	1477	1475	Regangan C-O pada Na ₂ CO ₃
5	1037	-	-	-	-	Regangan T-O-T asimetrik (oktahedral)
6	-	-	1065	-	-	Regangan T-O-T asimetrik eksternal tetrahedral
7	-	984	984	1001	999	Regangan T-O-T asimetri internal tetrahedral
8	912	-	-	-	-	Al-O <i>stretching</i> (Al oktahedral)
9	-	872	-	-	-	Regangan Al-O (tetrahedral)
10	754	-	-	-	-	Vibrasi Si-O bebas (kuarsa)
11	-	-	724	719	726	Regangan simetrik eksternal T-O-T
13	694	697	668	638	632	Regangan T-O-T simetrik internal
14	-	-	560	566	564	Regangan cincin D6R
	528	520	-	-	-	T-O-T <i>bending</i> simetrik
15	468	461	455	448	447	Vibrasi T-O-T <i>bending</i>

Keterangan T : Si atau Al

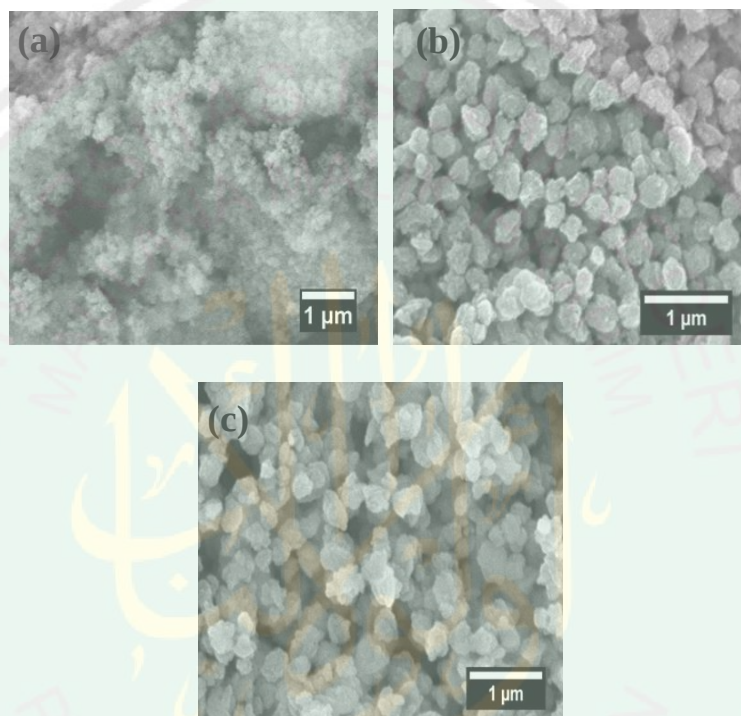


Gambar 4.6 Hasil analisa FTIR (a) Kaolin Bitar (b) Metakaolin (c) Zeolit NaX dengan suhu hidrotermal 100 (d) 110 dan (e) 120°C selama 2 jam

Karakterisasi spektroskopi IR zeolit NaX ditampilkan pada Gambar 4.6. Identifikasi modus vibrasi IR dirangkum pada Tabel 4.3. Spektrum senyawa hasil sintesis diketahui bahwa sudah terbentuk zeolit NaX yang ditandai dengan munculnya modus vibrasi IR pada bilangan gelombang $\approx 724 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan regangan simetrik eksternal *T-O-T*. Pada suhu hidrotermal 100, 110 dan 120°C teridentifikasi modus vibrasi pada bilangan gelombang 984, 1001 dan 999 cm^{-1} yang menunjukkan regangan *T-O-T* asimetri internal tetrahedral pada spektrum zeolit NaX. Selain itu muncul modus vibrasi pada bilangan gelombang 560 (c), 556 (d) dan 561 cm^{-1} (e) menunjukkan daerah *finger print* cincin *D6R* dari zeolit (Auerbach, dkk. 2003).

Perbedaan hasil sintesis zeolit pada suhu hidrotermal 100°C dengan 110 dan 120°C ditunjukkan dengan adanya pelebaran modus vibrasi pada bilangan gelombang 1065 cm^{-1} yang merupakan regangan asimetrik eksternal tetrahedral *T-O-T*. Pada spektrum IR metakaolin dan zeolit NaX ditemukan perbedaan lebar

puncak pada bilangan gelombang 3400, 3447, 3464 dan 3484 cm^{-1} yang menunjukkan semakin tinggi suhu hidrotermal maka gugus $-\text{OH}$ akan semakin berkurang. Serapan zeolit NaX pada daerah 3500-3200 cm^{-1} merupakan regangan O-H (Socrates, 1994).



Gambar 4.7 Hasil morfologi SEM zeolit NaX metode hidrotermal pada suhu (a) 100 (b) 110 dan (c) 120°C selama 2 jam

Hasil karakterisasi SEM diperoleh morfologi dari zeolit NaX yang ditampilkan pada Gambar 4.7. Hasil sintesis zeolit NaX pada suhu hidrotermal 100°C selama 2 jam memiliki morfologi partikel yang tidak beraturan, sedangkan hasil sintesis pada suhu hidrotermal 110 dan 120°C memiliki morfologi partikel dengan distribusi ukuran yang seragam. Ukuran partikel semakin besar dengan kenaikan suhu sintesis. Hal tersebut, sesuai dengan pola difraksi sinar-X zeolit NaX.

Sintesis zeolit NaX dari kaolin Blitar merupakan salah satu usaha manusia untuk berfikir mengenai segala sesuatu yang telah Allah SWT ciptakan, sehingga apa yang telah ada dapat dimaksimalkan potensinya. Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun dalam sintesis zeolit perlu memperhatikan metode untuk menghasilkan produk zeolit yang diinginkan, seperti rasio Si/Al, kebasaan, dan suhu hidrotermal. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surah Al-Furqan (25): 2.

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلُّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya: "Yang kepunyaanNya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagiNya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya." (QS. Al-Furqan: 2).

Kata *قَدَرَ* memiliki arti kadar tertentu yaitu tidak bertambah, tidak berkurang, atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Ayat ini berisi tentang pengaturan Allah SWT serta keseimbangan yang dilakukanNya antar makhluk. Artinya tidak ada satupun ciptaanNya yang tidak sempurna dan sia-sia sebab segala sesuatu memiliki potensi yang sesuai dengan kadar dan ukuran yang cukup (Shihab, 2002). Sintesis zeolit NaX dapat dilakukan dengan berbagai metode, variasi rasio, suhu pemanasan dan lain sebagainya. Hal tersebut merupakan usaha manusia untuk membuat produk yang mirip dengan zeolit alam. Hal ini dibuktikan dengan hasil analisa XRD yang menunjukkan bahwa sintesi zeolit NaX yang telah dilakukan masih belum murni karna masih banyak kandungan pengotor.

BAB V PENUTUP

1. Kesimpulan

1. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD dan FTIR kandungan utama dari kaolin Blitar adalah kuarsa. Hasil analisa XRD dan FTIR menunjukkan bahwa kaolin Blitar dan kuarsa bertransformasi menjadi sodium silikat serta metakaolin. Hasil analisa SEM menunjukkan bahwa lembaran-lembaran kaolin Blitar sudah berubah menjadi metakaolin yang memiliki morfologi yang tidak beraturan.
2. Hasil analisa XRD dan FTIR menunjukkan bahwa sintesis zeolit NaX berhasil dilakukan pada suhu pemanasan 100, 110 dan 120°C. Sintesis pada suhu 100°C menghasilkan zeolit NaX, sedangkan pada suhu 110 dan 120°C menghasilkan zeolit NaX dengan pengotor zeolit sodalit. Hasil analisa SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu hidrotermal, maka keseragaman dan ukuran partikel semakin tinggi.

2. Saran

Perubahan kaolin Blitar yang yang didominasi kuarsa menjadi metakaolin belum sempurna sehingga sintesis zeolite NaX belum maksimal. Oleh karena itu, saran untuk penelitian selanjutnya adalah menggunakan prekursor kaolin yang murni, sehingga transformasi kaolin menjadi metakaolin akan lebih maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullahi, T., Harun, Z., Hafiz, M., dan Othman, D. 2017. A Review on Sustainable Synthesis of Zeolite from Kaolinite Resources Via Hydrothermal Process. *Advanced Powder Technology*: 1-14.
- Aji, S.B., dan Anjar. 2009. The Role of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Additive in Building Ceramic. *Journal of The European Ceramic Society*. 26: 3783-3787
- Alkan, M., Hopa, Ç., Yilmaz, Z., dan 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): 176–184.
- Auerbach, M. Carrado, dan dutta, P. 2003. *Zeolite Science and Technology*. New York: Marcell Dekker. Inc.
- Ayele, L., Pérez-Pariente, J., Chebude, Y., dan Díaz, I. 2016. Conventional Versus Alkali Fusion Synthesis of Zeolite A from Low Grade Kaolin. *Applied Clay Science*. 132–133: 485–490.
- Belaabed, R., Elknidri, H., & Elkhalfaouy, R. 2017. Zeolite Y Synthesis Without Organic Template: The Effect of Synthesis Parameters. *Journal of Materials and Environmental Sciences*. 8 (10): 3550–3555.
- Byrappa, K.. 2011. *Handbook of Hydrothermal Technology a Technology for Crystal Growth and Materials Processing*.
- Cahyani, D. K. D. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY dari Kaolin dengan Variasi Waktu Pemeraman Menggunakan Metode Hidrotermal. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
- 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 Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Chandrasekhar, S., dan Pramada, P. 2008. Kaolin-based Zeolite Y, a Precursor for Coerdierite Ceramics. *Applied Science*. 27: 187-198.
- Chetam, D. A. 1992. *Solid State Compound*. California: Oxford University Press.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Cundy, C. S., dan Cox, P. A. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism. *Microporous and Mesoporous Materials*. 82: 1–78.

- Darmawan, R. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaA dari Kaolin dan Metakaolin Sebagai Adsorben Logam Tembaga (Cu), Besi (Fe), dan Timbal (Pb) pada Limbah Logam Laboratorium. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Uin Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Deleuze, M. A. Goiffon, A. Ibanez, dan E. Philippot. 1995. Solvent influence on kinetics and dissolution mechanism of quartz in concentrated basic media (NaOH, KOH, LiOH). *Solid state chemistry*. 118: 254-260.
- Departemen Agama RI. 2010. *Al-Qur'an dan Tafsirnya (Edisi yang disempurnakan)*. Jakarta: Lentera Abadi.
- Ekosse, G. E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray Diffractometry as Complementary Techniques in Characterizing Clay Size Fraction of Kaolin. *Applied Science and Environmental Management*. 9 (2): 43-48.
- Ewing, G.W. 1985. *Intrumental Methodes of Chemical Analysis*. New York: McGraw Hill Book Company.
- Johnson, E. B. G., & Arshad, S. E. 2014. Hydrothermally Synthesized Zeolites Based on Kaolinite: A review. *Applied Clay Science*. (97–98): 215-221.
- Karmous, Mohamed Salah. 2011. Theoretical Study of Kaolinite Structure; Energy Minimization and Crystal Properties. *World Journal of Nano Science And Engineering*. 1: 62-66.
- Katsir, Ibnu. 2000. *Tafsir Ibnu Katsir Juz 4*. Bandung : Penerbit Sinar Baru Algensindo Bandung.
- Katsir, Ibnu. 2003. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Bogor: Pustaka Imam Syafi,I.
- Kovo, A. S., Hernandez, O., & Holmes, S. M. 2009. Synthesis and Characterization of Zeolite Y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin Using a Novel, Lower Temperature, Metakaolinization Technique. *Journal of Materials Chemistry*. 19 (34): 6207–6212.
- Kovo, A. S. 2014. Effect of Temperature on The Synthesis of Zeolite X From Ahoko Nigerian Kaolin Using Novel Metakaolinization Technique. *Chemical Engineering Communications*. 199 (6): 786-797.
- Liu, X., Yan, Z., & Wang, H. 2003. In-situ Synthesis of NaY Zeolite with Coal-Based Kaolin. *Journal of Natural Gas Chemistry*. 12: 63–70.
- 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.
- Maia, Ana Áurea B., Roberto F. Neves , Rômulo S Angélica Herbert Pöllmann. 2015. Synthesis Of Zeolit sodalite From Brazilian Kaolin Wastes. *Clay Minerals*. 50: 663–675.

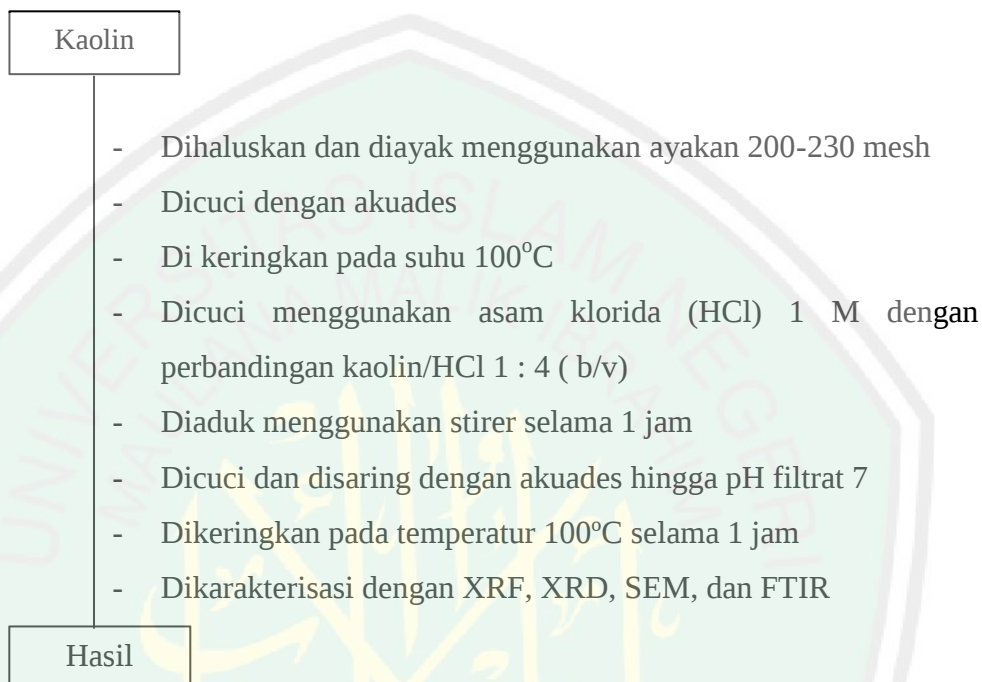
- Moneim, M. A., & Ahmed, E. A. 2015. Synthesis of zeolite from Egyptian Clays : Characterizations and Removal of Heavy Metals. *Geomaterials*. 5: 68–76.
- Molina, A., & Poole, C. 2004. A Comparative Study Using Two Methods to Produce Zeolites from Fly Ash. *Minerals Engineering*. 17: 167–173.
- Morris, Marlene C., Howard F. McMurdie, Eloise H. Evans, Boris Paretzkin, Harry S. Parker, and Nicolas C. Panagiotopoulos. 1981. *Standard X-Ray Diffraction Powder Patterns*. Washington, DC: National Measurement Laboratory National Bureau of Standards.
- Peng Mei Xun, Zheng Hong Wang. 2014. Synthesis, Characterization and Mechanisms of One-part Geopolymeric Cement by Calcining Low-quality Kaolin with Alkali. *Material and Structures*.
- Pranowo, D., Agus, A., Maryam, R., dan Setyabudi, F. 2017. Application of silica extracted from rice husk ash for the encapsulation of AFB 1 antibody as a matrix in immunoaffinity columns. *Jsm Mycotoxins*. 67 (2): 77–83.
- 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. *Petroleum Science*. 7: 403–409.
- Rios, C. A., Williams, C. D., dan Maple, M. J. 2007. Synthesis Zeolite and Zeolotype by Hydrothermal Transformation from Kaolin and Metakaolin. *Bistua*. 5: 15-26.
- Ríos, C. A., Williams, C. D., dan Castellanos, O. M. 2012. Crystallization of Low Silica Na-A and Na-X Zeolites from Transformation of Kaolin and Obsidian by Alkaline Fusion. *Ingenieria 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. *Journal of Modern Physics*. 1: 206-210.
- Schubert, U., dan Housing, E. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of German: Wiley-VCH.
- Sharma, Pankaj, Moon Hee Han, dan Churl-Hee Cho. 2015. Synthesis of Zeolite Nanomolecular Sieves of Different Si/Al Ratios. *Journal of Nanomaterials*: 1-9.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern*. Edisi Keempat. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.

- Sperinck, S., Raiteri, P., Nigel, M., dan Wight, K. 2010. Dehydroxylation of Kaolinite to Metakaolinites-A Molecular Dynamics Study. *Journal of Materials Chemistry*. 21: 2118-2125.
- Sugiarti, M. 2012. Sintesis Hidrotermal dan Karakterisasi Kristal Titanium dioksida (TiO₂). *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- 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. *Thesis*. Thailand: Suranaree University of Technology.
- Wajima, T., Yoshizuka, K., Hirai, T., dan Ikegami, Y. 2008. Synthesis of Zeolite X from Waste Sandstone Cake Using Alkali Fusion Method. *Materials Transactions*. 49 (3): 612–618.
- Zhang, X., Tang, D., Zhang, M., & Yang, R. 2013. Synthesis of NaX zeolite : Influence of Crystallization Time, Temperature and Batch Molar Ratio SiO₂ / Al₂O₃ on the Particulate Properties of Zeolite Crystals. *Powder Technology*. 235: 322–328.

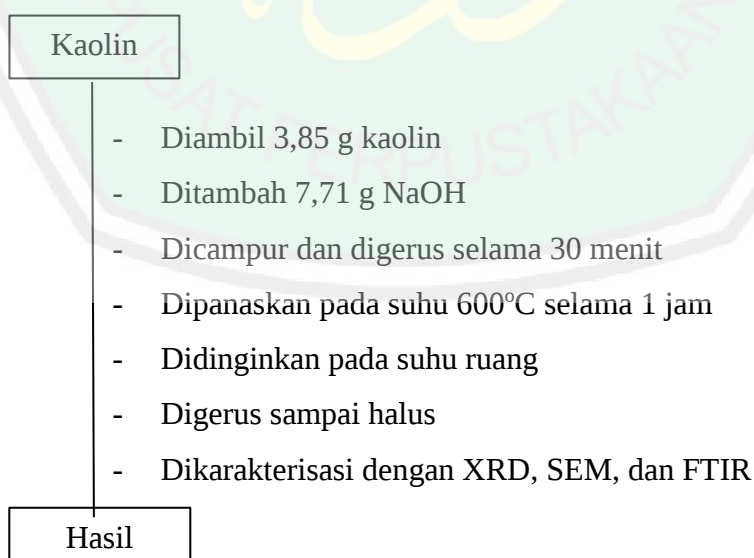
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

1. Preparasi sampel



2. Sintesis metakaolin



3. Sintesis zeolit NaX menggunakan metode hidrotermal\

Metakaolin

- Diambil 9,802 g metakaolin
- Ditambah 0,159 g Al_2O_3
- Ditambah 32,398 ml H_2O
- Didiamkan pada suhu ruang selama 10 hari
- Dipanaskan pada suhu 100°C selama 2 jam pada reaktor hidrotermal
- Didinginkan pada suhu ruang
- Disaring dan dicuci dengan aquades sampai pH 9-10
- Dikeringkan pada suhu 100°C selama 12 jam.
- Dikarakterisasi dengan XRD, SEM, dan FTIR

Hasil

4. Karakterisasi

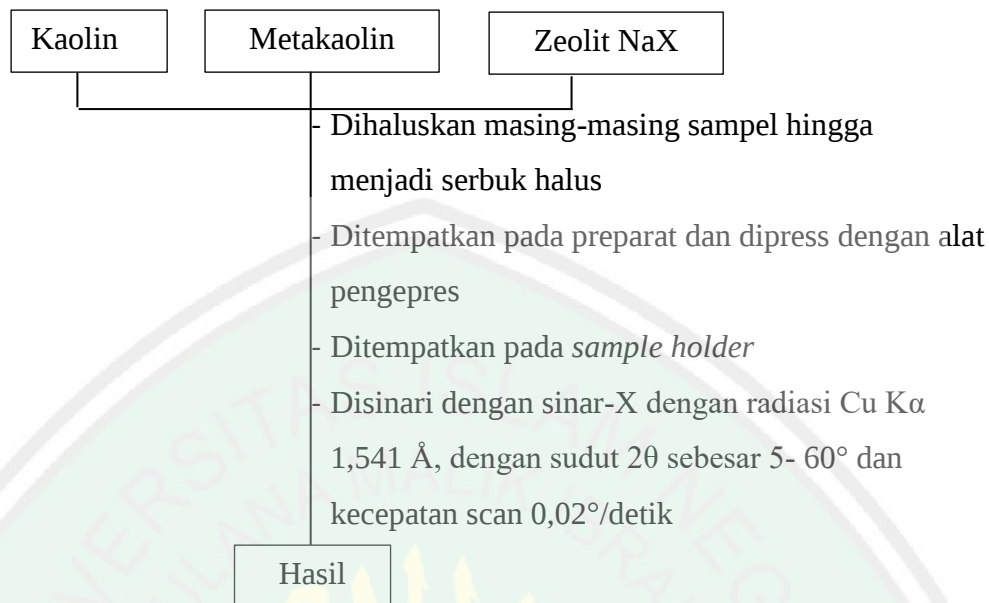
a. Karakterisasi Kaolin dengan XRF

Kaolin

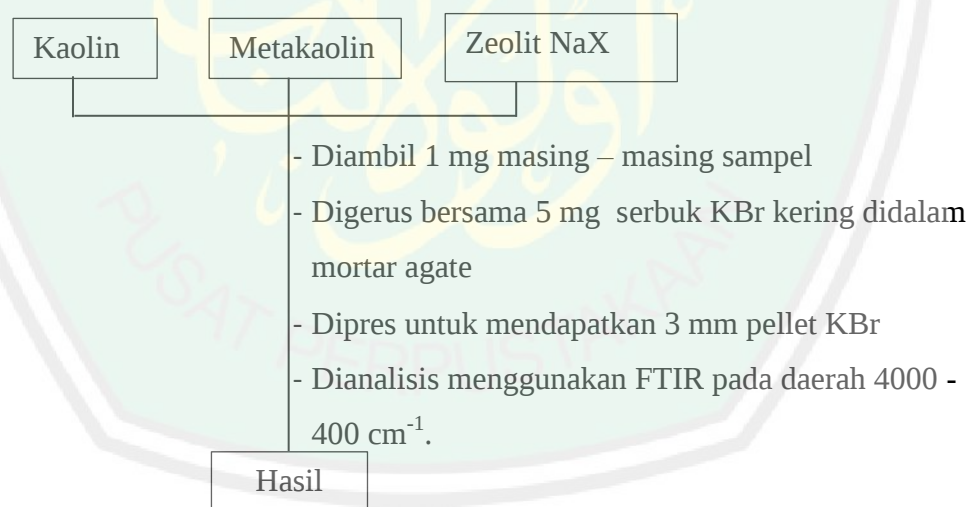
- Dihaluskan hingga menjadi serbuk ≤ 200 mesh
- Diletakkan dalam preparat dan *sample holder*
- Disinari dengan radiasi foton 20 kV dengan arus 128 uA selama 60 detik

Hasil

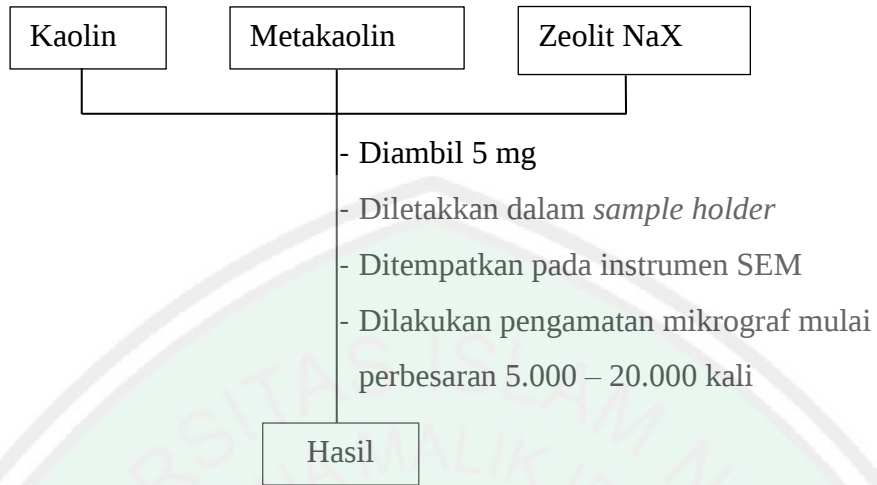
b. Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan XRD



c. Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan Spektroskopi FTIR

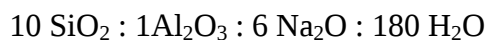


d. Karakterisasi Hasil Sintesis Menggunakan SEM



Lampiran 2. Perhitungan

1. Rasio Molar Zeolit NaX



Rasio Si/Al yang diinginkan = 5

Persen dan rasio Si dan Al pada kaolin Blitar setelah dicuci dengan HCl 1 M

Si = 72,8 %, Al = 11,7 %, sehingga diperoleh rasio Si/Al = 6,22

2. Sintesis Metakaolin

a. Massa kaolin yang ditambahkan

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

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

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

$$\text{Kaolin yang diperlukan} = \frac{100 \%}{72,8 \%} \times 2,8082 \text{ gram} = 3,85 \text{ gram}$$

b. Massa NaOH yang ditambahkan

$$\text{NaOH/kaolin} = 2$$

$$\text{NaOH} = 2 \times 3,85 \text{ gram} = 7,71 \text{ gram}$$

$$\text{Mol NaOH} = \frac{\text{gram NaOH}}{\text{Mr NaOH}} = \frac{7,71 \text{ gram}}{40 \text{ gram/mol}} = 0,192 \text{ mol}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = 0,5 \times \text{mol NaOH} = 0,096 \text{ mol}$$

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

$$\text{Gram Na}_2\text{O} = 0,096 \text{ mol} \times 62 \text{ gram/mol} = 5,97 \text{ gram}$$

$$\text{Metakaolin} = \text{gram Na}_2\text{O} + \text{Kaolin} = 5,952 + 3,85 \text{ gram} = 9,802$$

Jadi massa yang ditambahkan untuk pembuatan metakaolin adalah:

1. Kaolin Blitar = 3,85 gram
2. NaOH = 7,71 gram

3. Sintesis Zeolit NaX

a. Massa Si dan Al dalam 3,85 gram kaolin

$$\text{Berat Si} = \frac{72,8 \%}{100 \%} \times 3,85 \text{ gram} = 2,8 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Si} = \frac{2,8 \text{ gram}}{\text{Ar}} = \frac{2,8 \text{ gram}}{28,082 \text{ gram/mol}} = 0,099 \text{ mol}$$

$$\text{Berat Al} = \frac{11,7 \%}{100 \%} \times 3,85 \text{ gram} = 0,45 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Al} = \frac{0,45 \text{ gram}}{\text{Ar}} = \frac{0,45 \text{ gram}}{26,982 \text{ gram/mol}} = 0,0166 \text{ mol}$$

b. Rasio Si/Al yang diinginkan

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

Mol Al yang dibutuhkan :

$$\frac{\text{Si}}{\text{Al}} = \frac{0,099 \text{ mol}}{\text{mol Al}} = 5$$

$$\text{Mol Al} = 0,0198 \text{ mol}$$

$$\text{Berat Al yang dibutuhkan} : 0,0198 \text{ mol} \times 26,982 \frac{\text{gram}}{\text{mol}} = 0,53 \text{ gram}$$

c. Al₂O₃ yang perlu ditambahkan

Berat Al yang dibutuhkan – Berat Al dalam kaolin

$$0,53 \text{ gram} - 0,45 \text{ gram} = 0,084 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Mr Al}_2\text{O}_3}{2 \times \text{Ar Al}} \times 0,084 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = \frac{101,964 \text{ gram}}{53,96 \text{ mol}} \times 0,084 \text{ gram}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = 0,159 \text{ gram}$$

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



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

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

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

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

$$\text{Misal NaOH : } 99 \%$$

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

f. H₂O yang ditambahkan

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

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

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

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

$$\text{Massa air dalam padatan Al}_2\text{O}_3 = \frac{1\%}{100\%} \times 0,159 \text{ gram} = 0,00159 \text{ gram}$$

Jadi massa H₂O yang ditambahkan :

$$32,4 \text{ gram} - 0,00159 \text{ gram} = 32,398 \text{ gram}$$

Jadi, massa yang dibutuhkan untuk sintesis zeolit NaX:

1. Al₂O₃ 0,159 gram
2. Metakaolin 9,802 gram
3. H₂O 32,398 mL

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

Larutan HCl 1 M (BM = 36,5 g/mol) dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl pekat 32% dalam labu ukur 1000 mL. Perhitungan pengenceran adalah sebagai berikut:

- Dimisalkan terdapat 1000 mL larutan stok HCl 32% dengan densitas 1,19 g/cm³, maka massa dari larutan stok tersebut adalah:

$$\tilde{n} = \frac{m}{v}$$

$$1,19 \text{ g/cm}^3 = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$\text{Massa} = 1,19 \text{ g/cm}^3 \times 1000 \text{ mL}$$

$$\text{Massa} = 1190 \text{ gram}$$

- Penentuan jumlah gram HCl

$$\text{Jumlah gram HCl} = \text{Massa HCl} \times \text{konsentrasi (\% HCl)}$$

$$= 1190 \text{ gram} \times 32\%$$

$$= 380,8 \text{ gram}$$

- Penentuan mol dari larutan stok HCl 32%

$$n = \frac{\text{massa}}{Mr}$$

$$n = \frac{380,8 \text{ gram}}{36,5 \text{ gram/mol}} = 10,432 \text{ mol}$$

- Penentuan konsentrasi larutan stok HCl 32%

$$M \text{ HCl } 32\% = \frac{n}{V}$$

$$M \text{ HCl } 32\% = \frac{10,432 \text{ mol}}{1 \text{ L}} = 10,432 \text{ M}$$

- Pengenceran larutan 1 M

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$10,432 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL}}{10,432 \text{ M}}$$

$$V_1 = 9,585 \text{ mL}$$

Lampiran 4. Data Karakterisasi XRF

4.1. Hasil karakterisasi XRF kaolin setelah pencucian dengan HCl 1M

30-2017 12:06:00

Sample results

Page

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	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

4.2 Hasil karakterisasi XRF kaolin setelah pencucian dengan HCl 1M

3-jan-2018 13:24:16

Sample results

Page

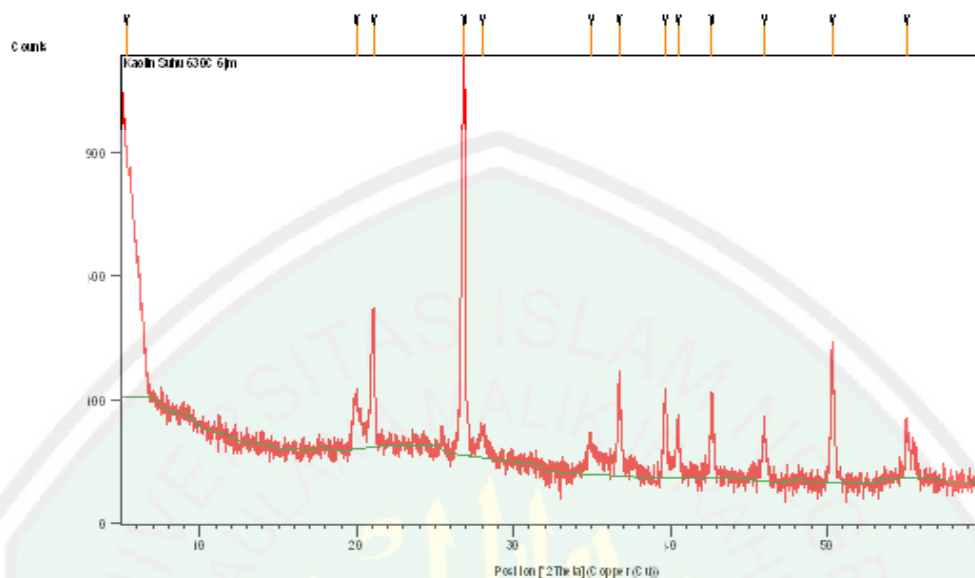
Sample ident													
E 57 (Kaolin purifikasi)													

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	23-jan-2018 11:20:57
Position	6

Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Eu	Yb
Conc	11,7	72,8	1,2	6,35	2,31	3,04	0,092	0,048	0,19	2,03	0,02	0,081	0,05	0,09
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Lampiran 5. Data Karakterisasi XRD

5.1 Hasil XRD kaolin alam Blitar

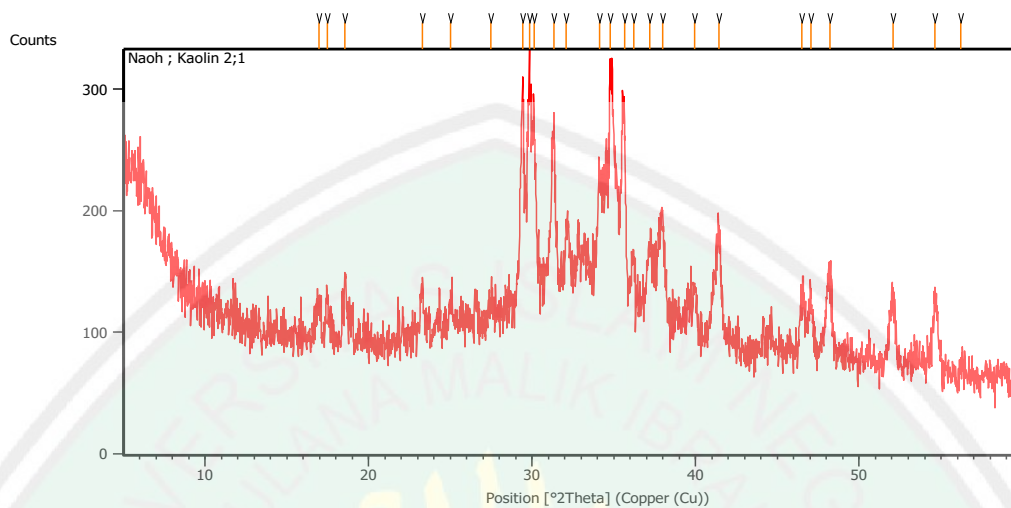


Peak List: (Bookmark 3)

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

5.2 Hasil XRD rasio berat NaOH/Kaolin 2:1 dengan suhu kalsinasi 600°C selama 1 jam

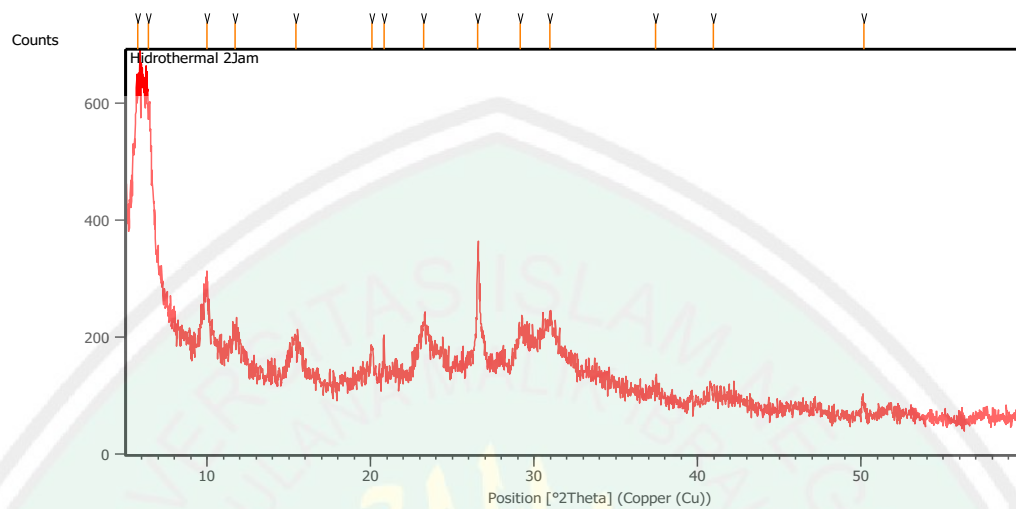
Graphics



Peak List

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

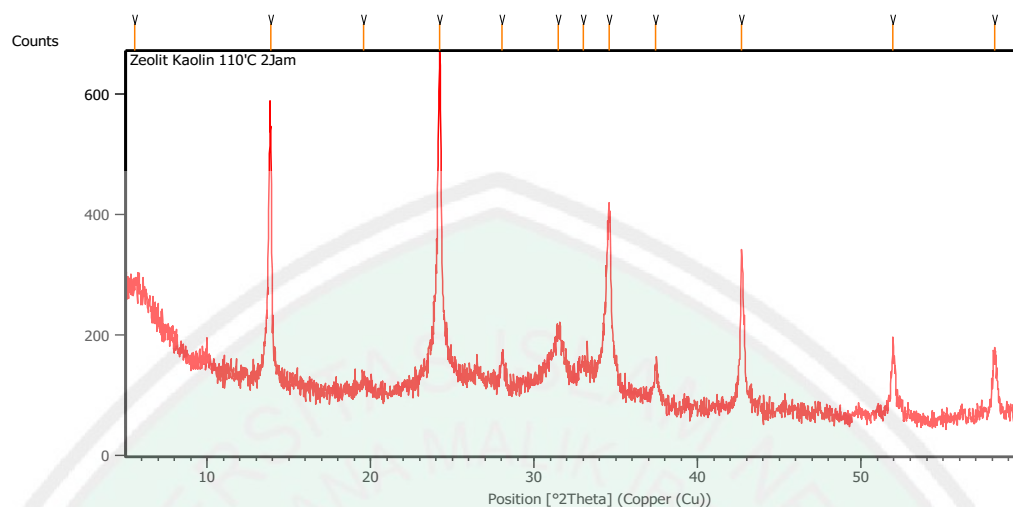
5.3 Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 100°C selama 2 jam



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	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

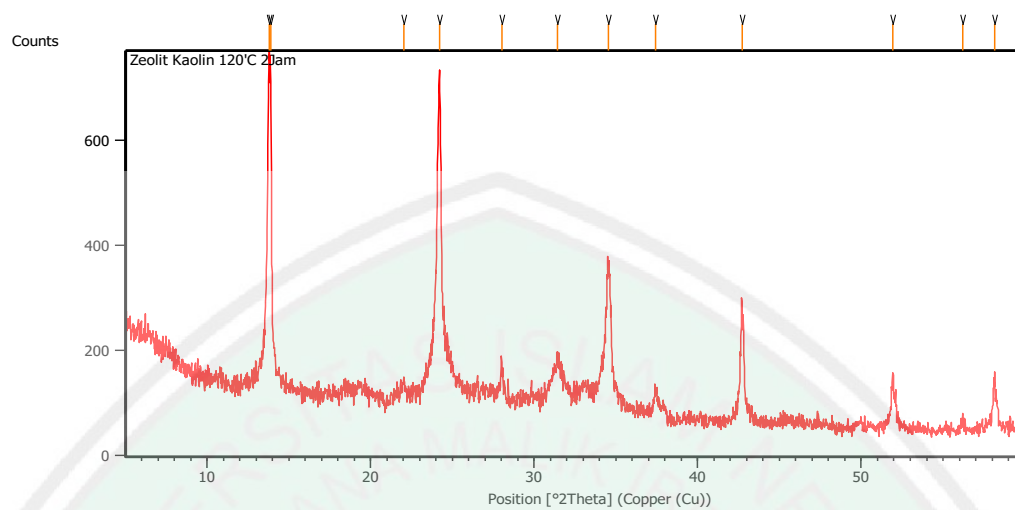
5.4 Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 110°C selama 2 jam



Peak List

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.5709	59.47	0.8029	15.86411	10.86
13.8724	408.77	0.1004	6.38381	74.62
19.5517	14.98	0.8029	4.54041	2.73
24.2378	547.81	0.0836	3.67217	100.00
28.0438	48.16	0.2676	3.18184	8.79
31.4790	85.88	0.3346	2.84202	15.68
33.0188	42.01	0.4015	2.71292	7.67
34.6024	302.03	0.2342	2.59230	55.13
37.4419	60.82	0.1673	2.40198	11.10
42.6851	257.21	0.1004	2.11829	46.95
51.9519	117.07	0.1673	1.76015	21.37
58.1439	95.50	0.2676	1.58659	17.43

5.5 Hasil XRD zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 120°C selama 2 jam



Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.7779	626.42	0.1171	6.42741	100.00
13.8838	576.19	0.0669	6.37860	91.98
22.0101	29.57	0.2007	4.03852	4.72
24.2242	603.21	0.1840	3.67419	96.30
28.0189	58.24	0.1004	3.18461	9.30
31.4011	66.79	0.2676	2.84889	10.66
34.5283	247.59	0.2676	2.59769	39.52
37.4433	46.53	0.1673	2.40189	7.43
42.7372	201.47	0.2007	2.11583	32.16
51.9236	102.51	0.1338	1.76105	16.36
56.2078	14.74	0.2007	1.63656	2.35
58.1538	81.10	0.0836	1.58634	12.95

Lampiran 6. Data Standar XRD Zeolit

6.1 Data Standar XRD Zeolit NaX

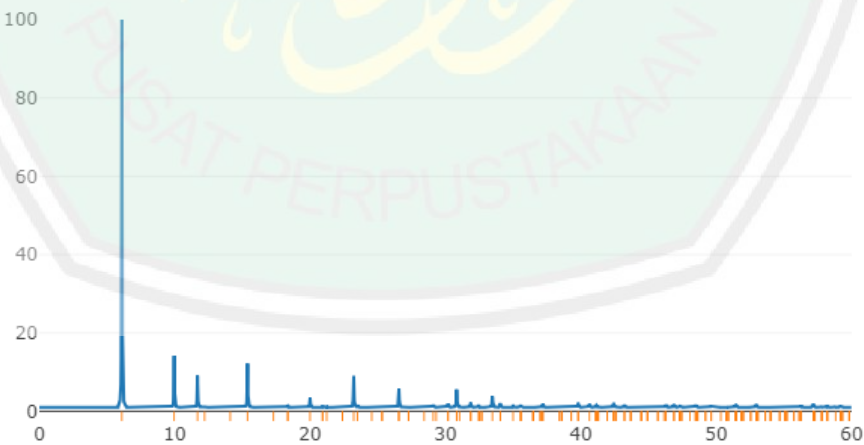
Crystal data:

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



6.2 Data Standar XRD Zeolit sodalit

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_6(\text{H}_2\text{O})_8] [\text{Si}_6\text{Al}_6\text{O}_{24}]$

REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_6(\text{H}_2\text{O})_8] [\text{Si}_6\text{Al}_6\text{O}_{24}]$

CRYSTAL DATA: $P\bar{4}3m$ (No. 218)

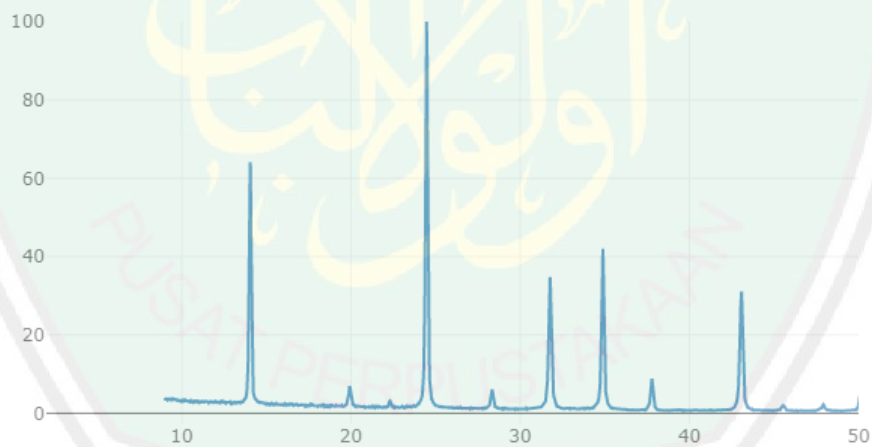
$a = 8.848 \text{ \AA}$ $b = 8.848 \text{ \AA}$ $c = 8.848 \text{ \AA}$

$\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

X-ray Rietveld refinement, $R_{\text{wp}} = 0.091$, $R_F = 0.047$

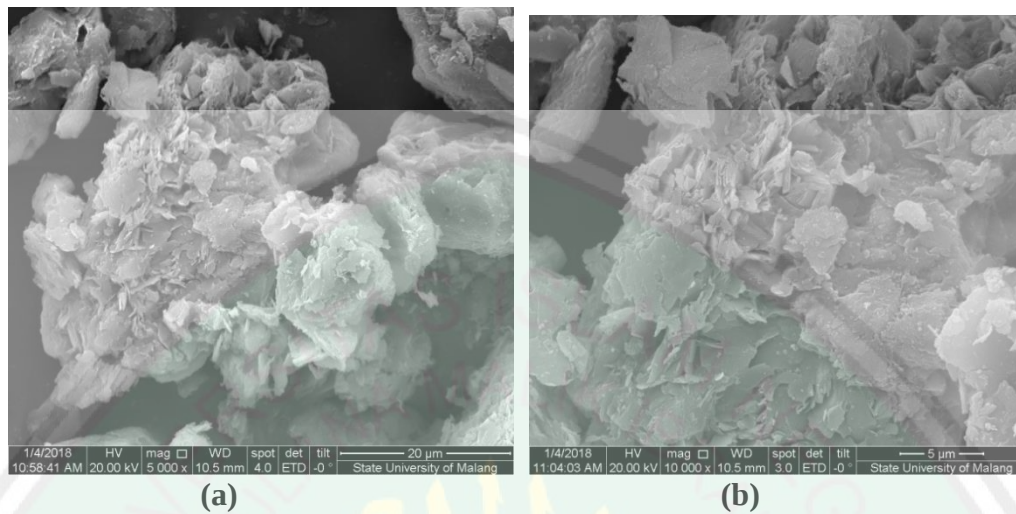
REFERENCE: J. Felsche, S. Luger and Ch. Baerlocher,
Zeolites **6** 367-372 (1986).

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}
1	1	0	14.16	6.256	12	61.8	3	1	0	31.99	2.798	24	94.6	4	1	1	43.39	2.085	24	19.6
2	0	0	20.07	4.424	6	15.1	2	2	2	35.13	2.554	8	75.7	4	2	0	45.86	1.978	24	4.9
2	1	0	22.47	3.957	24	3.6	3	2	1	38.05	2.365	48	13.9	4	2	1	47.06	1.931	48	0.1
2	1	1	24.65	3.612	24	100.0	4	0	0	40.79	2.212	6	2.7	3	3	2	48.24	1.886	24	7.5
2	2	0	28.53	3.128	12	19.6	3	3	0	43.39	2.085	12	15.8							



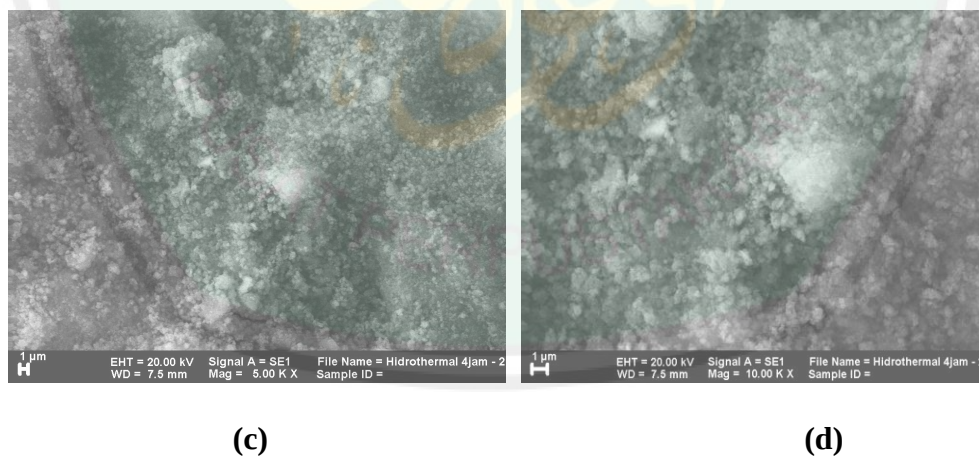
Lampiran 7. Data Karakterisasi SEM

7.1 Data Karakterisasi SEM Kaolin alam Blitar



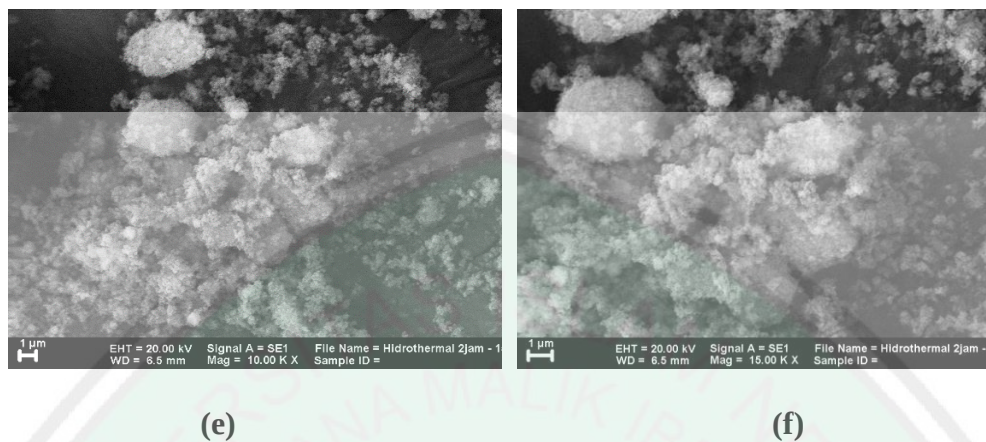
Gambar L.7.1 Hasil SEM kaolin alam Blitar dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x

7.2 Data Karakterisasi SEM rasio berat NaOH/Kaolin 2:1 dengan suhu kalsinasi 600°C selama 1 jam



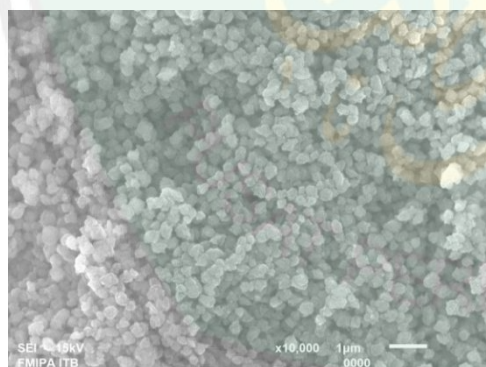
Gambar L.7.2 Hasil SEM metakaolin dengan perbesaran (c) 5.000x dan (d) 10.000x

7.3 Data Karakterisasi SEM zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 100°C selama 2 jam



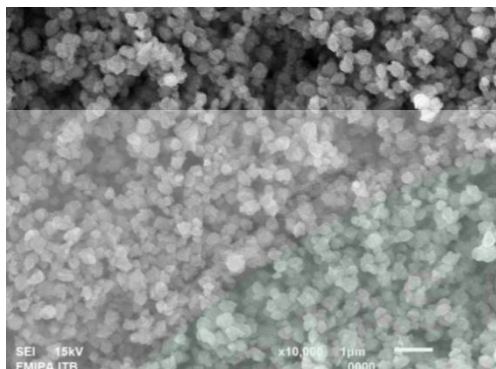
Gambar L.7.3 Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 100°C selama 2 jam dengan perbesaran (e) 10.000x dan (f) 15.000x

7.4 Data Karakterisasi SEM zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 110°C selama 2 jam

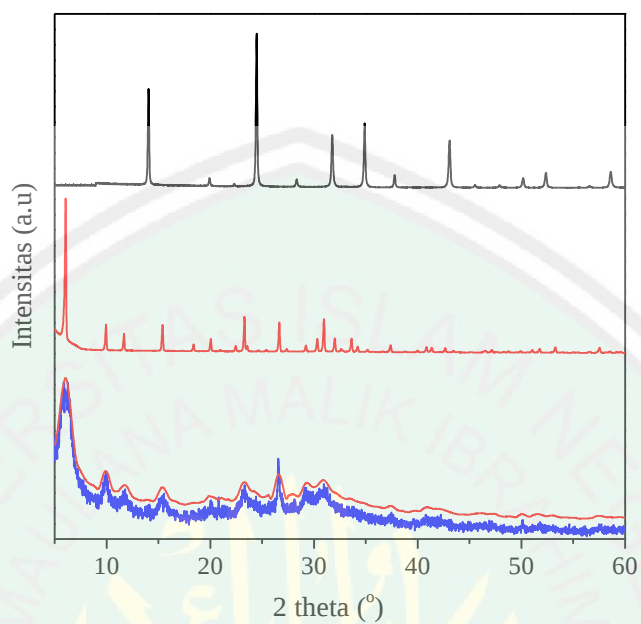


Gambar L.7.4 Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 110°C selama 2 jam dengan perbesaran 10.000x

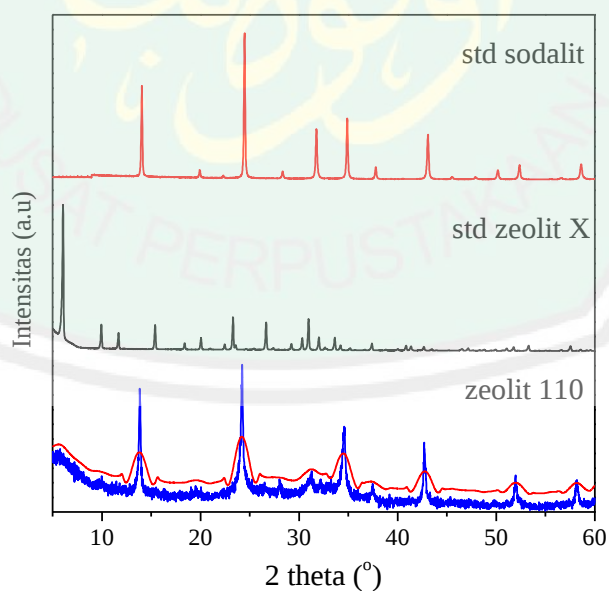
7.5 Data Karakterisasi SEM zeolit NaX hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 120°C selama 2 jam



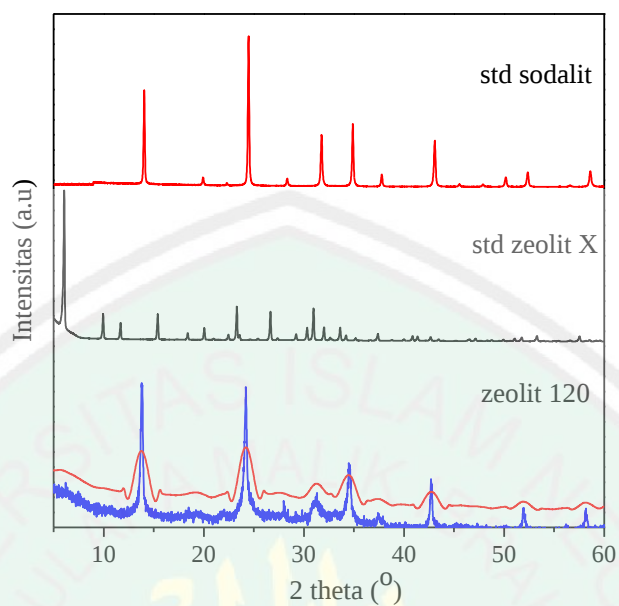
Gambar L.7.5 Hasil SEM zeolit hasil sintesis metode hidrotermal pada suhu pemanasan 120°C selama 2 jam dengan perbesaran 10.000x

Lampiran 8. Hasil Penghalusan XRD Sintesis zeolit NaX

Gambar L.8.1 Pola difraksi sinar-X zeolit NaX suhu sintesis 100°C hasil penghalusan



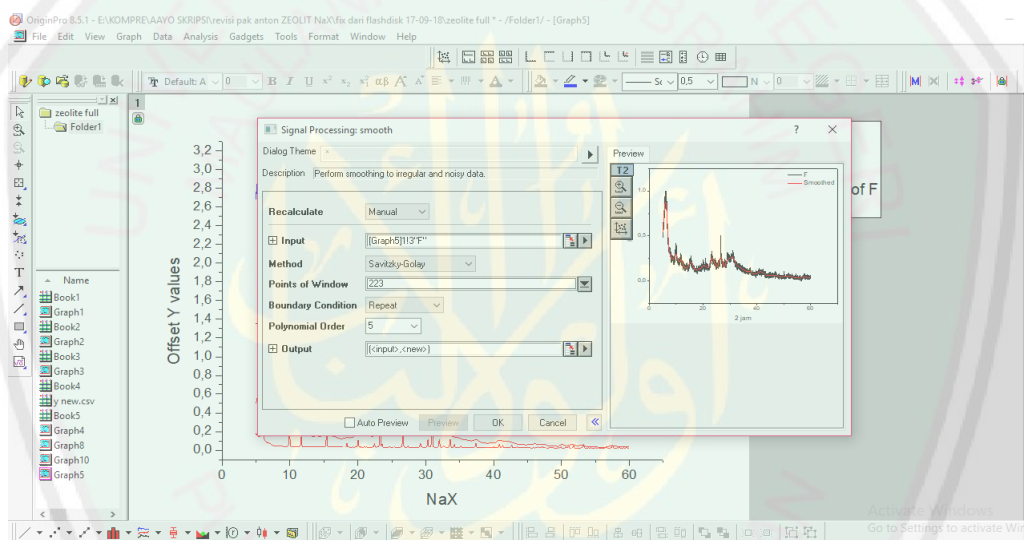
Gambar L.8.2 Pola difraksi sinar-X zeolit NaX suhu sintesis 110°C hasil penghalusan



Gambar L.8.3 Pola difraksi sinar-X zeolit NaX suhu sintesis 120°C hasil penghalusan

Lampiran 10. Langkah Kerja Smoothing Menggunakan Origin

1. Klik difraktogram hasil analisa XRD yang telah di stacking dan yang ingin di smoothing
2. Pilih analysis
3. Pilih signal processing
4. Pilih smooth
5. Pilih dialog sampai muncul gambar berikut.



6. Pilih repeat pada boundary Condition
7. Pilih angka diatas 200 pada point of window
8. Pilih angka 5 pada polinomial order
9. Klik preview
10. Sehingga muncul gambar difraktogram yang telah di smoothing seperti gambar diatas
11. Kemudian klik OK.

