

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT FAUJASIT DARI KAOLIN
DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
VITA ROHMATIN
NIM. 15630020



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT FAUJASIT DARI KAOLIN
DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
VITA ROHMATIN
NIM. 15630020

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
2019**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT FAUJASIT DARI KAOLIN
DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
VITA ROHMATIN
NIM. 15630020

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal 18 Desember 2019

Pembimbing I

Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821101 200901 2 007

Pembimbing II

Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



Elok Kamilah Hayati M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT FAUJASIT DARI KAOLIN
DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
VITA ROHMATIN
NIM. 15630020

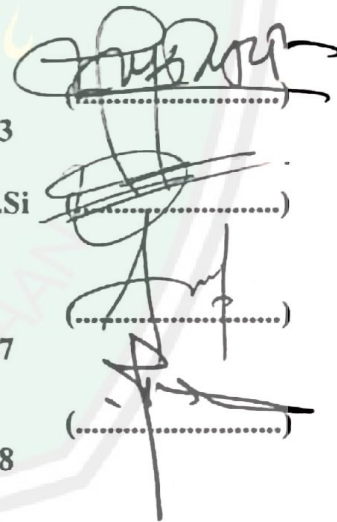
Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal 19 Desember 2019

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

Ketua Penguji : Vina Nurul Istighfarini, M.Si
NIP. LB 63025

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821101 200901 2 007

Anggota Penguji : Dr. H. Ahmad Barizi, M.A
NIP. 19731212 199803 1 008



Mengetahui,
Ketua Jurusan



Elok Kamilah Hayati M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Vita Rohmatin

NIM : 15630020

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi


Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Faujasit dari Kaolin dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Metode Hidrotermal

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, 27 Desember 2019




Vita Rohmatin
NIM. 15630020

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 Nur Khabib dan Ibu Siti Anidah 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.

Bapak dan Ibu Dosen Kimia, khususnya untuk Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Ibu Suci Amalia, M.Sc, dan Bapak Dr. H. Ahmad Barizi, M.A yang telah memotivasi, memberkan 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 2015 khususnya KIMIA-A 2015 yang telah menjadi bagian dari penelitianku. 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 Faujasit Dari Kaolin dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Metode Hidrotermal”** 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, Ibu Suci Amalia, M.Sc, dan Bapak Dr. H. Ahmad Barizi, 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. Bapak Dr. Anton Prasetyo, 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 2015, 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, 10 Desember 2019

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	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Mineral Kaolin dalam Prespektif Islam.....	7
2.2 Karakteristik Kaolin	8
2.3 Karakteristik Zeolit Faujasit	12
2.4 Sintesis Zeolit Faujasit dengan Metode Hidrotermal	16
2.5 Rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ pada Sintesis Zeolit Faujasit	21
BAB III METODE PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.1 Alat	25
3.2.2 Bahan	25
3.3 Rancangan Penelitian	26
3.4 Tahapan Penelitian	26
3.5 Cara Kerja	27
3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin	27
3.5.2 <i>Pre-treatment</i> Kaolin dengan Metode Alkali Fusi	27
3.5.3 Sintesis Zeolit Faujasit	27
3.5.4 Karakterisasi	29
3.5.4.1 Karakterisasi Kaolin dan Produk Hasil Alkali Fusi Menggunakan XRF.....	29
3.5.4.2 Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit Menggunakan XRD.....	29
3.5.4.3 Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan	

Zeolit Faujasit iMenggunakan FTIR	29
3.5.4.4 Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit iMenggunakan SEM	30
3.6 Analisis Data	30
3.6.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin dan Produk Hasil Alkali Fusi Menggunakan XRF	30
3.6.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit Menggunakan XRD	30
3.6.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit Menggunakan FTIR	31
3.6.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit Menggunakan SEM	31
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Kandungan Unsur Kaolin Blitar.....	32
4.2 Perubahan Struktur, Gugus Fungsi, dan Morfologi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi.....	35
4.3 Karakteristik Zeolit Faujasit dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	40
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	
5.1 Kesimpulan	50
5.2 Saran.....	50
DAFTAR PUSTAKA.....	52
LAMPIRAN	57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram Alir.....	57
Lampiran 2	Perhitungan	59
Lampiran 3	Pembuatan Larutan	63
Lampiran 4	Data Karakterisasi XRF.....	65
Lampiran 5	Data Karakterisasi XRD	67
Lampiran 6	Data Standar XRD Zeolit	76
Lampiran 7	Data Karakterisasi SEM	81
Lampiran 8	Analisis Ukuran Kristal Zeolit Faujasit	86



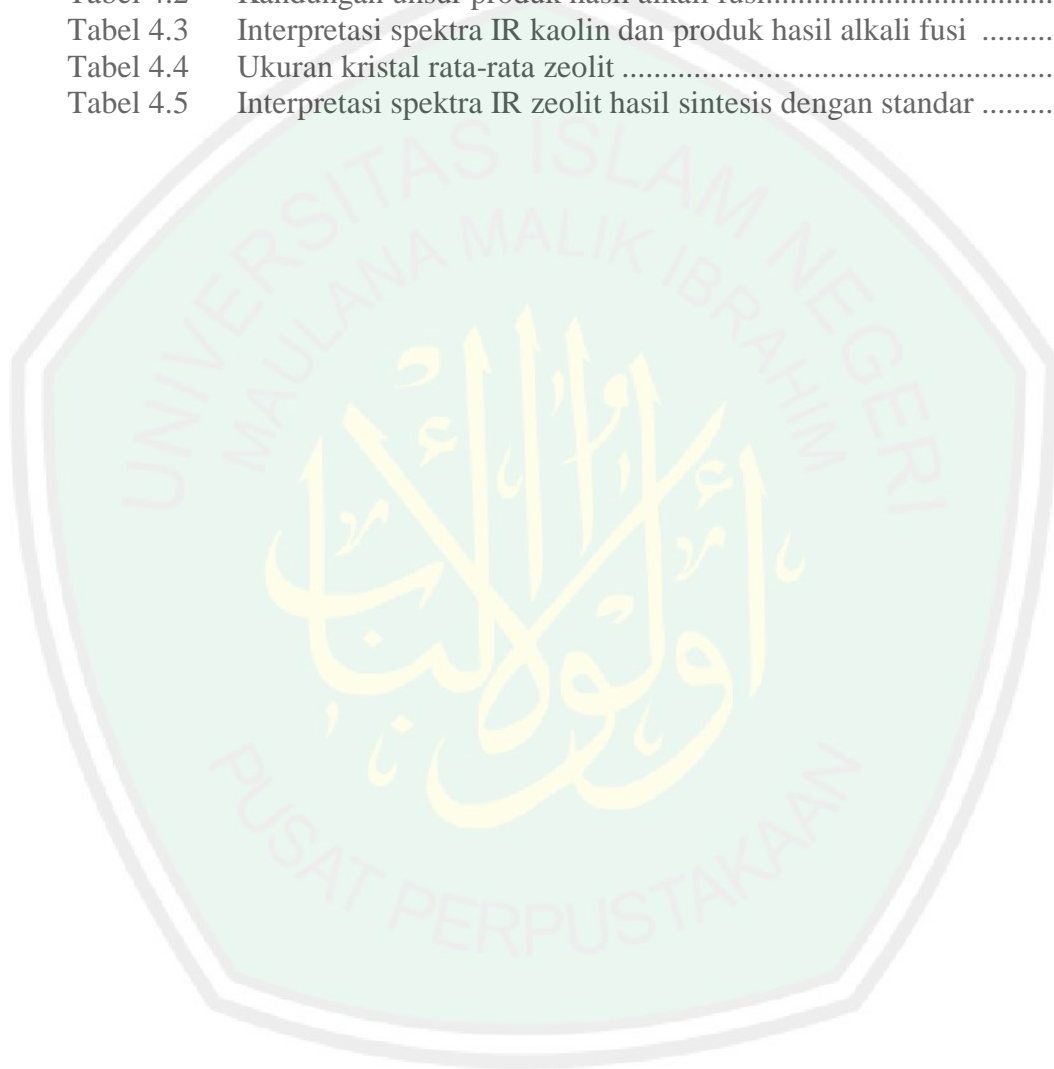
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur: (a) kaolin, dan (b) metakaolin.....	10
Gambar 2.2	Difraktogram metakaolin dengan variasi NaOH: (b) 0,5; (c) 1,5; dan (d) 2,0	11
Gambar 2.3	Morfologi partikel: (a) kaolin, dan (b) metakaolin	11
Gambar 2.4	Spektra IR: (a) kaolin, dan (b) metakaolin.....	12
Gambar 2.5	Pembentukan zeolit berdasarkan SBU.....	13
Gambar 2.6	Struktur kerangka zeolit faujasit	14
Gambar 2.7	Difraktogram zeolit X standar.....	15
Gambar 2.8	Difraktogram zeolit Y standar.....	15
Gambar 2.9	Pembentukan kristal zeolit dengan metode hidrotermal	18
Gambar 2.10	Difraktogram: (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit Y	19
Gambar 2.11	Morfologi partikel: (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit NaY	20
Gambar 2.12	Spektra IR: (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit Y.....	21
Gambar 2.13	Diagram terner sintesis zeolit hidroksi sodalit, A, X, Y, dan P ..	22
Gambar 2.14	Difraktogram zeolit hasil sintesis dengan variasi rasio molar SiO ₂ /Al ₂ O ₃ : (a) 4,3; (b) 4,0; (c) 3,5; (d) 2,9; (e) 2,0; (f) 1,5; (g) 1,0; dan (h) 0,5.....	23
Gambar 2.15	Morfologi partikel zeolit hasil sintesis dengan variasi rasio molar SiO ₂ /Al ₂ O ₃ : (a) 4,0; (b) 3,5; (c) 2,9; (d) 2,0; (e) 1,5; (f) 1,0; dan (g) 0,5	23
Gambar 4.1	Difraktogram standar kaolin: (a) ICSD (30285), (b) JCPDS (12-0447), standar kristobalit (c) JCPDS (82-1408), (d) JCPDS (76-0937), (e) standar piropilit (JCPDS 02-0613), (f) standar kuarsa (RUFF), dan (g) kaolin alam Blitar.....	34
Gambar 4.2	Difraktogram: (a) standar kuarsa (RUFF), (b) standar kaolin (JCPDS 12-0447), (c) standar sodium oksida (JCPDS 06-0500), (d) JCPDS (18-1243), (e) ICSD (74640), (f) JCPDS (38-0020), (g) JCPDS (36-0112), (h) JCPDS (38-0019), dan (i) hasil proses alkali fusi	36
Gambar 4.3	Spektra IR: (a) standar kuarsa, (b) kaolin, dan (c) hasil proses alkali fusi.....	38
Gambar 4.4	Morfologi partikel kaolin Blitar: (a) Perbesaran 5.000x, (b) Perbesaran 30.0000x, metakaolin: (c) perbesaran 5.00x, dan (d) perbesaran 5.000x.....	40
Gambar 4.5	Difraktogram sintesis zeolit tanpa penambahan NaOH: (a) standar sodalit; (b) standar NaP; (c) standar NaA; (d) standar NaY; (e) standar NaX; zeolit variasi rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ (f) 1,5; (g) 3,0; (h) 6,0; dan (i) 9,0.....	41
Gambar 4.6	Difraktogram sintesis zeolit dengan penambahan NaOH: (a) standar sodalit; (b) standar NaP; (c) standar NaA; (d) standar NaY; (e) standar NaX; zeolit variasi rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ (f) 1,5; (g) 3,0; (h) 6,0; dan (i) 9,0.....	42
Gambar 4.7	Spektra IR: (a) kaolin, (b) kaolin setelah alkali fusi, zeolit faujasit variasi rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ tanpa penambahan NaOH (c)	

	3,0 dan (d) 6,0, zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan penambahan NaOH (e) 3,0 dan (f) 6,0.....	46
Gambar 4.8	Morfologi partikel zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: (a) 1,5; (b) 3,0; dan (c) 6,0 pada perbesaran 10.000x.....	46
Gambar 4.9	Morfologi partikel zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: dengan penambahan NaOH (a) 1,5; (b) 3,0; (c) 6,0; dan (c) 9,0 pada perbesaran 10.000x.....	47
Gambar L. 7.1	Morfologi partikel kaolin alam Blitar dengan perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 30.000x	81
Gambar L. 7.2	Morfologi partikel metakaolin dengan perbesaran: (a) 100x, dan (b) 5.000x	81
Gambar L. 7.3	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 tanpa penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	82
Gambar L. 7.4	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 tanpa penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	82
Gambar L. 7.5	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 tanpa penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	83
Gambar L. 7.6	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	83
Gambar L. 7.7	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	84
Gambar L. 7.8	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	84
Gambar L. 7.9	Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 9,0 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x.....	85

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan unsur kaolin Blitar	9
Tabel 3.1	Komposisi molar zeolit faujasit dari kaolin dengan variasi rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ tanpa dan dengan penambahan NaOH.....	28
Tabel 3.2	Komposisi bahan zeolit faujasit dari kaolin dengan variasi rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ tanpa dan dengan penambahan NaOH.....	28
Tabel 4.1	Kandungan unsur kaolin Blitar	32
Tabel 4.2	Kandungan unsur produk hasil alkali fusi.....	35
Tabel 4.3	Interpretasi spektra IR kaolin dan produk hasil alkali fusi	38
Tabel 4.4	Ukuran kristal rata-rata zeolit	44
Tabel 4.5	Interpretasi spektra IR zeolit hasil sintesis dengan standar	45



ABSTRAK

Rohmatin, Vita. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Faujasit dari Kaolin dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Metode Hidrotermal**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A; Konsultan: Vina Nurul Istighfarini, M.Si.

Kata kunci :Kaolin, metakaolin, metode hidrotermal, rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, zeolit faujasit

Sintesis zeolit faujasit menggunakan sumber silika kaolin alam Blitar telah berhasil dilakukan. Kaolin yang nonreaktif terlebih dahulu diubah menjadi reaktif melalui proses alkali fusi. Proses alkali fusi dilakukan dengan rasio berat NaOH/kaolin 2 :1. Sintesis zeolit faujasit dilakukan dengan variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5; 3,0; 6,0; dan 9,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH. Sintesis zeolit melalui proses hidrotermal menggunakan suhu 100°C selama 2 jam. Karakterisasi kaolin, produk hasil alkali fusi dan zeolit faujasit dilakukan dengan XRD, XRF, FTIR dan SEM.

Kaolin alam Blitar mengandung kaolin, pengotor berupa piropilit, kristobalit, serta kuarsa yang tinggi. Setelah proses alkali fusi terbentuk produk sodium silikat dengan pengotor berupa sodium oksida. Sintesis zeolit faujasit dengan penambahan NaOH menghasilkan zeolit faujasit tipe NaX dengan kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan tanpa penambahan NaOH dengan jenis pengotor yang sama yaitu sodalit pada semua rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan zeolit NaA pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ rendah (1,5 dan 3,0) dan zeolit NaY dan NaP pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tinggi (9,0).

Perubahan kaolin menjadi metakaolin pada spektra FTIR ditandai dengan menghilangnya serapan pada daerah 1041 , 912 , dan 797 cm^{-1} pada spektra produk hasil alkali fusi. Spektra zeolit hasil sintesis memiliki serapan pada daerah 988 , 726 , dan 556 cm^{-1} yang merupakan puncak khas zeolit faujasit. Morfologi kaolin berupa lempengan yang berlapis-lapis, sodium silikat berupa partikel *spheric*, sedangkan morfologi zeolit hasil sintesis berupa partikel kubus.

ABSTRACT

Rohmatin, Vita. 2019. **Synthesis of Faujasit Zeolite From Blitar Kaolin with Variation of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Ratio using Hydrothermal.** Thesis. Department of Chemistry Faculty of Science and Technology Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Dr. H. Ahmad Barizi, M.A; Consultant: Vina Nurul Istighfarini, M.Si.

Keywords: Kaolin, Metakaolin, Hydrothermal Method, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Ratio, Faujasite Zeolite

The faujasite zeolite synthesis using Blitar's natural kaolin silica source has been successfully synthesized. Nonreactive kaolin is first converted to reactive through the process of alkaline fusion. The alkali fusion process is carried out with a weight ratio of NaOH/kaolin 2: 1. Synthesis of faujasite zeolite was carried out with variations in the ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1.5; 3.0; 6.0; and 9.0 without addition of NaOH and with addition of NaOH. Synthesis through the hydrothermal process using a temperature of 100°C for 2 hours. Characterization of kaolin, alkaline fusion product and faujasite zeolite was carried out with XRD, XRF, FTIR and SEM.

Blitar's natural kaolin contains kaolin, impurities in the form of pyrophyllites, cristobalites and high quartz. After the alkaline fusion process a sodium silicate product is formed with a number of sodium oxide impurities. Synthesis of faujasite zeolite by addition of NaOH results in faujasite zeolite of NaX type with a higher crystallinity than without the addition of NaOH with the same type of impurities, sodalite in all $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratios and NaA zeolites at lower $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratios (1.5 and 3.0) and NaY and NaP zeolite at a high $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio (9.0).

The change of kaolin to metakaolin in FTIR spectra is characterized by the disappearance of absorption in the regions 1041 , 912 , and 797 cm^{-1} in the alkline fusion product spectra. The synthesized zeolite spectra have absorption at 988 , 726 , and 556 cm^{-1} regions, which are typical peaks of faujasite zeolites. The morphology of kaolin in the form of plates that are layered, sodium silicate in the form of spheric particles, while the morphology of zeolite synthesized are cubic crystal.

الملخص

رحمة، فيتا. ٢٠١٩. توليف وتوصيف الزيوليت فوجست من الكاولين مع تباين $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ باستخدام الطريقة الحرارية المائية. البحث الجامعي. قسم الكيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: سوحي أماليا، الماجستير، المشرف الثاني: د. أحمد باريزي، الماجستير المستشارة: فينا نورول الإستغفري، الماجستير.

الكلمات المفتاحية: الكاولين، ميتا الكاولين، الطريقة الحرارية المائية، نسبة $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ، الزيوليت فوجست.

تم تنفيذ توليف الزيوليت فوجست باستخدام مصدر السيليكا الكاولين الطبيعي من البتار. يتم أولاً تحويل الكاولين غير المتفاعل إلى تفاعلي خلال عملية الانصهار القلوي. تتم عملية الانصهار القلوية بنسبة وزن ٢:١ الكاولين/ NaOH . تم إجراء توليف الزيوليت فوجست مع وجود اختلافات في نسبة $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ١.٥؛ ٣؛ ٦؛ و ٩ بدون إضافة NaOH ومع إضافة NaOH . مواقع الزيوليت من خلال عملية الحرارية المائية باستخدام درجة حرارة ١٠٠ درجة مئوية لمدة ٢ ساعة. تم تنفيذ توصيف الكاولين والميتا كاولين والزيوليت فوجست باستخدام XRD و XRF و FTIR و SEM.

يحتوي الكاولين الطبيعي البتار على مستويات عالية من الكاولين، وشوائب في شكل البيروليت، والكريستاليت والكوارتز. بعد عملية الانصهار القلوية، يتم تشكيل منتج سيليكات الصوديوم وكذلك كمية صغيرة من الميتا كاولين مع عدد من شوائب أكسيد الصوديوم. ينتج عن توليف الزيوليت فوجست بإضافة NaOH وجود الزيوليت فوجست من نوع NaX مع تبلور أعلى من دون إضافة NaOH مع نفس النوع من الشوائب، سوداليت في جميع نسب $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ والزيوليت NaA عند انخفاض $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ والزيوليت NaY و NaP بنسبة $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ عالية (٩).

يتميز تغيير الكاولين إلى ميتا الكاولين في أطيف FTIR باختفاء الامتصاص في المناطق ١٠٤١ و ٩١٢ و ٧٩٧ سم^{-١} في طيف ميتا الكاولين. يتمتع أطيف الزيوليت المصنَّع بامتصاص في مناطق ٩٨٨ و ٧٢٦ و ٥٥٦ سم^{-١}، والتي تعد قممًا نموذجية لعناصر الزيوليت فوجست. مورفولوجيا الكاولين في شكل لوحات ذات طبقات، سيليكات الصوديوم في شكل جزيئات كروية وميتا كاولين غير منتظم، في حين أن مورفولوجيا الزيوليت توليفها تغيرات في بلورات المكعب.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) merupakan suatu mineral lempung dengan komposisi utama berupa alumina dan silika. Struktur kaolin berupa kristal berlapis 1:1 yang terdiri dari lembar alumina oktahedral dan lembar silika tetrahedral sebagai unit dasar penyusunnya. Potensi dan cadangan kaolin tersebar di beberapa wilayah di Indonesia, diantaranya yaitu Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, Pulau Bangka dan Belitung, Pulau Sumatera khususnya Sumatera Utara, Pulau Jawa, dan Sulawesi Utara (Ma, dkk., 2014 dan Sari, dkk., 2016).

Pemanfaatan kaolin sangat luas, akan tetapi kaolin mempunyai Kapasitas Tukar Kation (KTK) relatif rendah (3-5 meq/100 g) serta luas permukaan yang relatif kecil, yaitu kurang dari 20 m^2/g (Konta, 1995), sehingga kaolin dalam pemanfaatannya tidak dapat maksimal. Sementara itu, Sljivic, dkk. (2009) menyatakan bahwa luas permukaan zeolit (23 m^2/g) lebih besar dari luas permukaan lempung (8 m^2/g). Zeolit mempunyai struktur tiga dimensi yang berperan penting dalam penyaringan molekul (Nugraha dan Umi, 2017), sehingga zeolit memiliki kemampuan adsorpsi dan kapasitas tukar ion lebih besar daripada kaolin oleh sebab itu dalam penelitian ini dilakukan sintesis zeolit dari kaolin.

Kaolin merupakan salah satu bahan yang ideal untuk sintesis zeolit karena warnanya yang putih menunjukkan bahwa kaolin kaya akan silika dan alumina (Bailey, 1963). 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
جُدُدٌ بَيَضٌ وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ

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

Ayat ini menjelaskan tentang bukti kekuasaan Allah berupa pemandangan yang bermacam-macam bentuk dan warnanya. Keanekaragaman itu terjadi tidak hanya pada buah-buahan, melainkan juga gunung-gunung yang memiliki jalur dan garis-garis dengan warna yang berbeda-beda. Kalimat *وَمِنَ الْجِبَالِ جُدُدٌ* menunjukkan perbedaan garis-garis warna gunung-gunung tersebut disebabkan karena adanya kandungan penyusun yang berbeda (Shihab, 2002). Kata *بَيَضٌ* memiliki arti warna putih yang menunjukkan kandungan utamanya berupa silika-alumina dan seterusnya. Kata *وَحُمْرٌ* memiliki arti warna merah yang menunjukkan bahwa kandungan mineral tersebut didominasi dengan adanya logam besi (Fe). Kata *سُدُودٌ* 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, sehingga kaolin alam Blitar dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam sintesis zeolit faujasit.

Sebelum digunakan sebagai *raw material* untuk sintesis zeolit, kaolin perlu diubah menjadi metakaolin yang lebih reaktif (Rahayu, dkk., 2018). Metakaolin dapat dibuat dengan metode konvensional dan alkali fusi. Metode alkali fusi banyak dipilih karena lebih efektif serta dapat menghasilkan metakaolin yang

lebih baik daripada metode konvensional (Ayele, dkk., 2016). Perubahan kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan suhu 200°C selama 4 jam dilaporkan menghasilkan metakaolin fasa amorf (Ma, dkk., 2014). Metakaolin fasa amorf juga berhasil disintesis oleh Rios, dkk. (2012) dengan suhu kalsinasi 600°C selama 1 jam.

Zeolit sintetis mempunyai sifat fisik dan kimia yang relatif sama dengan zeolit alam, karena secara umum zeolit dapat menyerap, menukar ion dan menjadi katalis. Zeolit sintesis antara lain, zeolit A, X, Y, P, hidroksi sodalit, dan lain-lain (Trivana, dkk., 2015). Diantara beberapa jenis zeolit tersebut, zeolit faujasit merupakan jenis zeolit yang telah banyak disintesis menggunakan bahan baku kaolin alam. Menurut Qiang, dkk. (2010) kaolin merupakan material yang ideal untuk sintesis zeolit faujasit karena kandungan SiO₂ dan Al₂O₃ kaolin hampir sama.

Zeolit faujasit (FAU) mempunyai rumus umum $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{10}\cdot 6(\text{H}_2\text{O})_7$ dengan massa jenis 1,92 serta kation dominan berupa Ca dan Na (Hay, 1966 dan Gates, 1991). Zeolit faujasit terdiri dari zeolit X yang kaya aluminium dengan rasio Si/Al 1-1,5 dan zeolit Y yang kaya silika dengan rasio Si/Al 2-5 (Maula, dkk., 2015). Zeolit X termasuk salah zeolit yang memiliki banyak kegunaan, terutama sebagai kation *exchange*, adsorben, *molecular sieve*, katalis, juga diaplikasikan pada pemurnian dan pemisahan gas maupun komponen organik (Wajima, dkk., 2018). Zeolit Y merupakan salah satu zeolit yang memiliki aktivitas katalik dan stabilitas termal tinggi yang biasanya digunakan sebagai *Fluid Catalytic Cracking* (FCC) dan *hydrocracking* (Salahudeen dan Abdulkarim, 2016).

Sintesis zeolit faujasit banyak dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Metode hidrotermal adalah salah satu metode sintesis yang dibantu oleh adanya air ataupun *mineralizer* pada suhu dan tekanan tinggi untuk melarutkan dan mengkristalkan suatu senyawa yang tidak dapat larut pada kondisi biasa. Sintesis menggunakan metode ini biasanya dilakukan pada suhu dibawah 100°C dan tekanan 1 bar (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Kelebihan menggunakan metode hidrotermal adalah dapat dilakukan pada temperatur rendah, menghasilkan produk yang homogen serta dapat menjaga kemurnian bahan karena sampel dimasukkan kedalam teflon dan bejana baja (reaktor hidrotermal) yang tertutup rapat sehingga menjaga kontaminasi dari luar (Sugiarti, 2013).

Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kemurnian serta tipe zeolit yang dihasilkan pada tahap sintesis yaitu rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Qiang, dkk. (2010) berhasil mensintesis zeolit faujasit (FAU) tipe Y dari kaolin dengan kristalinitas terbaik pada rentang rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0-7,0. Sintesis zeolit faujasit (FAU) tipe X disintesis oleh Wang, dkk. (2012) dari bauksit dan diperoleh zeolit X murni pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4,8. Zhang, dkk. (2013) juga mensintesis zeolit X menghasilkan zeolit X murni pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5; 2,0; 2,9; dan 3,5.

Rasio komposisi pada sintesis zeolit sangat berpengaruh terhadap zeolit yang terbentuk. Selain faktor rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, faktor alkalinitas atau kebasaaan juga merupakan salah satu parameter penting untuk mengontrol proses kristalisasi zeolit. Kebasaan dalam sintesis zeolit ditentukan oleh penambahan NaOH, sehingga dalam penelitian ini dilakukan sintesis zeolit faujasit menggunakan variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1,5; 3,0; 6,0; dan 9,0) tanpa penambahan NaOH dan dengan

penambahan NaOH. Perubahan kaolin menjadi metakaolin yang lebih reaktif menggunakan metode alkali fusi. Karakterisasi yang dilakukan yaitu *X-ray fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan silikon (Si) dan aluminium (Al), *fourier transform infra-red* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus fungsi, *X-ray diffraction* (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kemurnian serta fasa yang terbentuk, dan *scanning electron microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi serta ukuran partikel.

1.1 Rumusan Masalah

1. Apakah dihasilkan zeolit X pada sintesis zeolit faujasit rasio 1,5 dan 3,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH?
2. Apakah dihasilkan zeolit Y pada sintesis zeolit faujasit rasio 6,0 dan 9,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH?
3. Bagaimana hasil karakterisasi zeolit faujasit hasil sintesis tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH dari kaolin menggunakan FTIR, SEM, dan XRD (ukuran kristal)?

1.2 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui apakah dihasilkan zeolit X pada sintesis zeolit faujasit rasio 1,5 dan 3,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH.
2. Untuk mengetahui apakah dihasilkan zeolit Y pada sintesis zeolit faujasit rasio 6,0 dan 9,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH.
3. Untuk mengetahui bagaimana hasil karakterisasi zeolit faujasit hasil sintesis tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH dari kaolin dengan

variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5; 3,0; 6,0 dan 9,0 menggunakan FTIR, SEM, XRD (ukuran kristal).

1.3 Batasan Masalah

1. Kaolin yang digunakan adalah kaolin dari Blitar.
2. Variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ kaolin yang digunakan sebagai bahan sintesis zeolit adalah 1,5; 3,0; 6,0 dan 9,0.
3. Sintesis zeolit dilakukan tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH.
4. Karakteristik kaolin dan produk hasil alkali fusi dianalisis menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM.
5. Karakteristik zeolit faujasit dianalisis menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada sintesis zeolit faujasit tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH serta dapat mengetahui karakteristik zeolit faujasit yang terbentuk dari kaolin.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Mineral Kaolin dalam Perspektif Islam

Allah berfirman dalam al-Qur'an surat Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۗ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۗ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka”

Menurut Shihab (2002) dalam *Tafsir al-Misbah*, melalui ayat ini Allah menunjukkan kepada manusia bahwa segala yang ada di langit dan di bumi serta yang ada diantara keduanya seperti udara, bebatuan, tanah, mineral, dan lain-lain semuanya diciptakaan tanpa sia-sia melainkan memiliki hikmah atau maanfaat masing-masing. Demikian halnya lempung kaolin, yang merupakan salah satu jenis mineral alam yang diciptakan dengan berbagai manfaat di dalamnya. Sesungguhnya yang demikian adalah salah satu tanda-tanda kekuasaan yang telah Allah perlihatkan kepada manusia, namun hal tersebut hanya dapat dicermati dan diperhatikan oleh orang-orang yang berpikir terhadap penciptaan Allah sebagaimana penjelasan al-Qur'an tentang insan *Ulul Albab* dalam surat ali 'Imran ayat 190 yang berbunyi:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَالاخْتِلافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَبْصَارِ

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

Penggalan ayat terakhir *لَا يُدْرِكُهُ لَآئِيَاتِ لَوْلَا لِي الْأَلْبَابِ* mempunyai makna *tadzakkur* (mengingat) dan *tafakkur* (berfikir) yaitu mengetahui, memahami dan menghayati, bahwa dibalik fenomena alam dan segala sesuatu yang ada di dalamnya menunjukkan adanya Allah sebagai sang pencipta. Adanya aturan-aturan yang dibuatnya serta karunia dan berbagai manfaat yang terdapat di dalamnya (alam semesta) (Nata, 2002). Ayat diatas menunjukkan kepada manusia agar merenungkan segala ciptaan-Nya, salah satunya yaitu dengan memanfaatkan kaolin untuk bahan sintesis zeolit.

2.2 Karakteristik Kaolin

Kaolin merupakan mineral golongan tanah liat (lempung) dengan kualitas tinggi dan kandungan besi rendah serta mempunyai warna putih atau kekuning-kuningan. Kaolin mempunyai kandungan terbesar berupa kaolinit ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$), kaolin terbentuk melalui proses pelapukan dan proses hidrotermal alterasi pada batuan beku dengan kandungan felspartik dan mika tinggi (Nugraha dan Umi, 2017; Sari, dkk., 2016; dan Subagjo, dkk., 2015).

Selain kaolinit sebagai kandungan utamanya, di dalam kaolin juga terdapat logam-logam oksida lain seperti Fe_2O_3 , TiO_2 , CaO , MgO , K_2O dan Na_2O sebagai pengotor yang terdapat dalam jumlah kecil (Sari, dkk., 2016). Kandungan unsur-unsur dalam mineral kaolin dapat diketahui melalui XRF, hasil analisa XRF kaolin Blitar ditampilkan pada Tabel 2.1 (Cahyani, 2017).

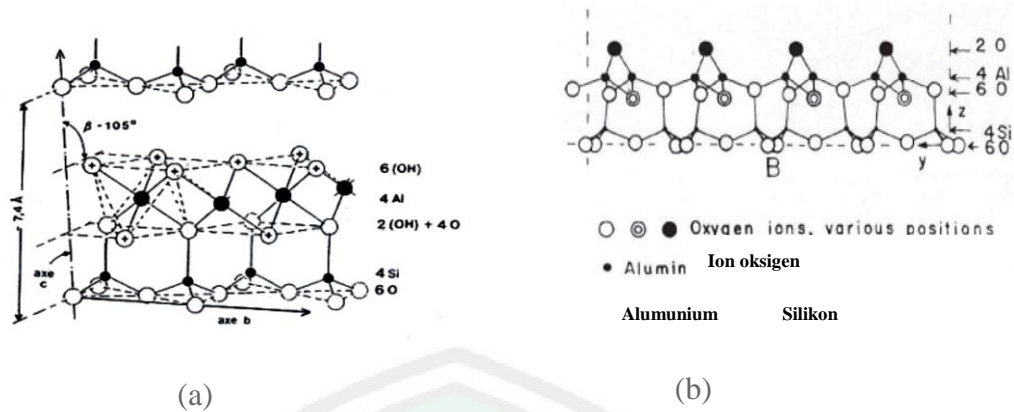
Tabel 2.1 Kandungan unsur kaolin Blitar

Senyawa	Si	Al	K	Ca	Ti	V	Mn	Fe	Ni	Cu	Eu
Kadar(%)	65,4	12	8	2,66	3,68	0,08	0,22	8,61	0,19	0,12	0,11

Sumber : Cahyani, (2017).

Struktur kristal kaolin merupakan lapisan 1:1 yang terdiri dari lembar silika tetrahedral dan lembar alumina oktahedral sebagai unit dasar penyusunnya. Lembar oktahedral dan tetrahedral dihubungkan melalui ikatan hidrogen antara oksigen dari silika dan oksigen hidroksil dari alumina dengan ketebalan tiap lapisan sekitar 0,72 nm seperti pada Gambar 2.1 (a). Ikatan hidrogen yang terbentuk tersebut sangat kuat menyebabkan kaolin tidak mengembang ketika terhidrat dan luas permukaannya kecil yaitu tidak lebih dari 20 m²/g.

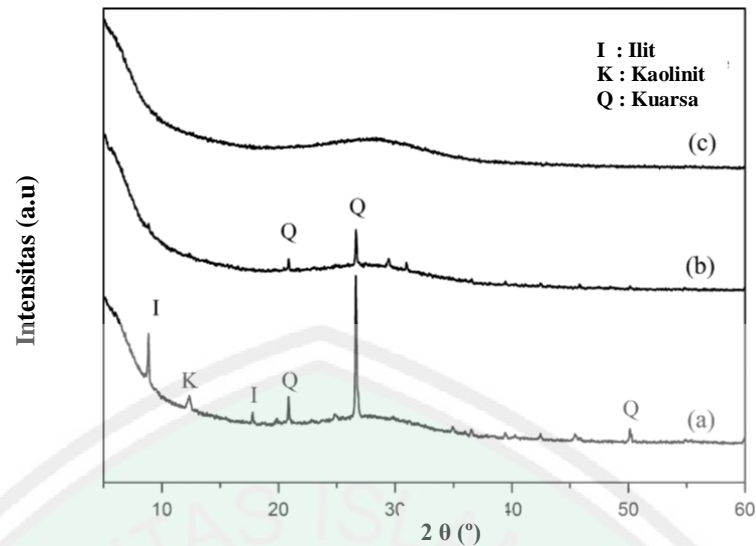
Sebelum dijadikan sebagai bahan utama untuk sintesis zeolit, pada kaolin perlu dilakukan pencucian (*leaching*) serta aktivasi kaolin menjadi metakaolin. Pencucian kaolin dilakukan untuk mengurangi oksida-oksida logam. Belver, dkk. (2002) mereaksikan asam klorida (HCl) dan kaolin, menurutnya asam dapat meningkatkan kandungan silika (SiO₂) dan menurunkan kandungan alumina (Al₂O₃) pada kaolin. Sintesis zeolit dari kaolin yang diubah menjadi metakaolin mempunyai kristalinitas yang lebih tinggi jika dibandingkan dengan zeolit yang disintesis dari kaolin (Darmawan, 2017). Aktivasi kaolin menjadi metakaolin dapat dilakukan dengan metode konvensional atau metode alkali fusi, menurut Ayele, dkk. (2016) metode alkali fusi lebih efisien digunakan untuk merubah kaolin menjadi metakaolin serta menghasilkan metakaolin yang lebih murni. Perubahan struktur kaolin menjadi metakaolin ditunjukkan pada Gambar 2.1.



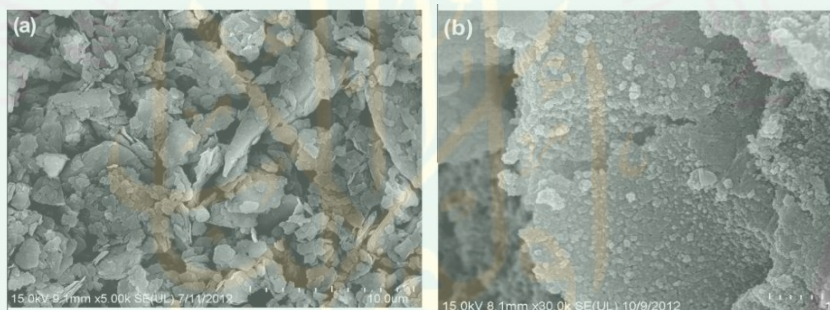
Gambar 2.1 Struktur: (a) kaolin, dan (b) metakaolin (Vagra, 2007)

Proses alkali fusi dilakukan dengan menggerus kaolin dan NaOH diikuti dengan pemanasan pada suhu tinggi, banyaknya NaOH yang ditambahkan pada proses alkali fusi mempengaruhi metakaolin yang terbentuk. Ma, dkk. (2014) melaporkan bahwa pada rasio NaOH/kaolin 2 berhasil merubah kaolin menjadi metakaolin dengan fasa *amorf*, hal tersebut ditunjukkan pada hasil difraktogram kaolin dan metakaolin (Gambar 2.2).

Senyawa dengan struktur kristal akan memunculkan puncak difraksi pada daerah $2\theta(^{\circ})$ tertentu. Secara teoritis kaolin mempunyai puncak spesifik $2\theta(^{\circ})$: 12, 19-21, 25, 35-39, 55 dan 62. Berdasarkan Gambar 2.2 terlihat adanya puncak kaolinit, ilit, dan kuarsa, sedangkan hasil alkali fusi variasi NaOH/kaolin 0,5; 1,5 dan 2,0 menunjukkan bahwa puncak kaolinit, ilit dan kuarsa turun seiring dengan bertambahnya NaOH. Rasio NaOH/kaolin 1,5 terlihat puncak kaolinit dan ilit hilang, sementara pada rasio NaOH/kaolin 2,0 puncak kuarsa juga menghilang. Hal tersebut menunjukkan terjadi perubahan kaolin menjadi fasa *amorf* metakaolin.



Gambar 2.2 Difraktogram metakaolin dengan variasi NaOH: (a) 0,5; (b) 1,5; dan (c) 2,0 (Ma, dkk., 2014)

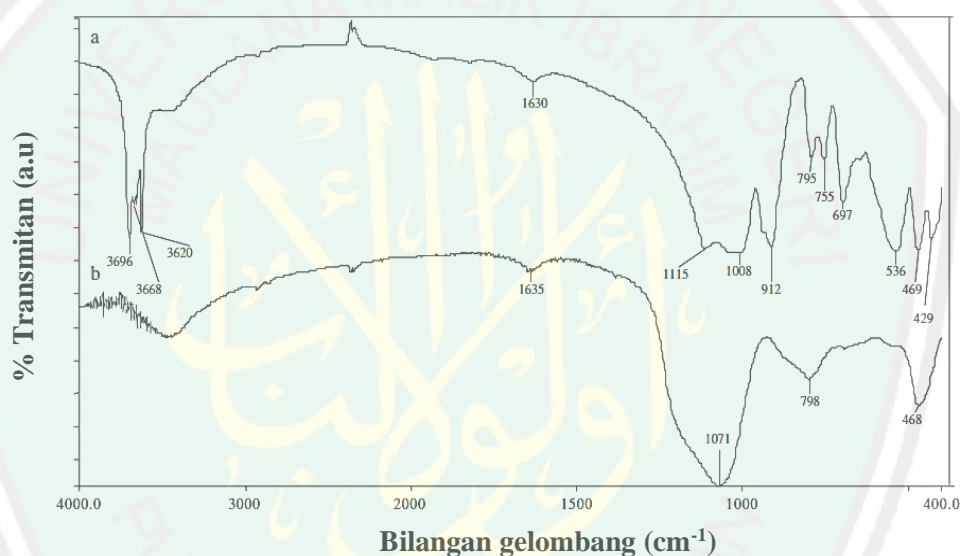


Gambar 2.3 Morfologi partikel: (a) kaolin, dan (b) metakaolin (Ma, dkk., 2014)

Karakteristik kaolin dan metakaolin, juga dapat diamati morfologinya melalui karakterisasi menggunakan SEM. Hasil dari analisa menggunakan SEM menunjukkan bahwa bentuk dasar partikel kaolin adalah pipih berlembar-lembar seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3 (a). Proses alkali fusi mengakibatkan struktur kaolin yang berlapis-lapis berubah menjadi tidak beraturan Gambar 2.3 (b).

Selain SEM dan XRD perubahan kaolin dan metakaolin juga dapat dilihat melalui spektra inframerah. Kaolin teoritis memiliki pita serapan inframerah

yaitu: regangan Al-O-H pada 3670-3656 cm^{-1} , regangan OH pada 3645 cm^{-1} , regangan Si-O lempung 1035-103 dan 1019-1005 cm^{-1} , tekukan OH pada 918-909, 800-784 cm^{-1} , regangan Si-O kuarsa pada 700-686 cm^{-1} , regangan Si-O-Al pada 542-535 cm^{-1} dan tekukan Si-O-Si pada 475-468 cm^{-1} . Metakaolin memiliki puncak pada 1100, 800 dan 470 cm^{-1} , puncak tersebut merupakan serapan dari vibrasi tetrahedral *sheet*, silika bebas, dan *bending* struktur. Spektra inframerah dari kaolin dan metakaolin ditampilkan pada Gambar 2.4.



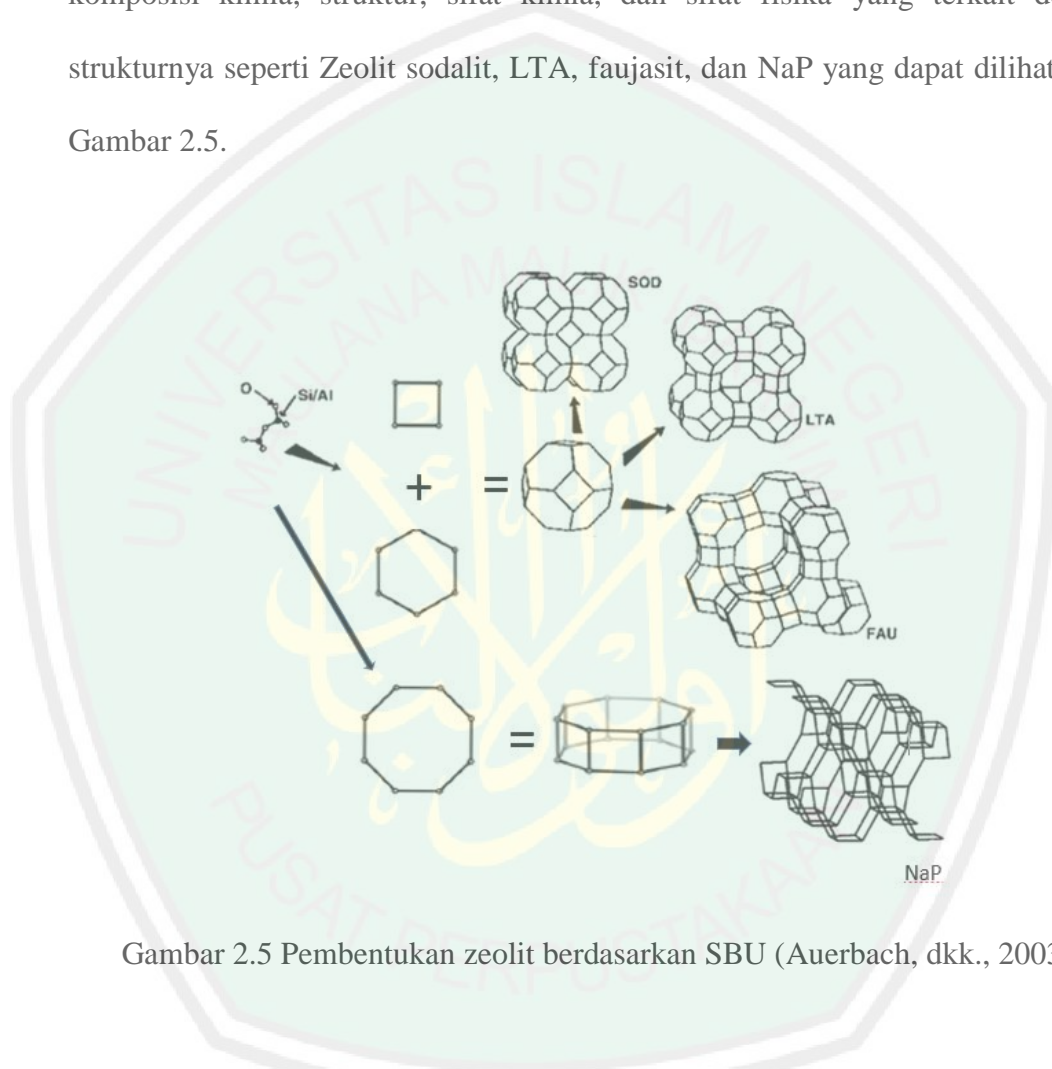
Gambar 2.4 Spektra IR: (a) kaolin, dan (b) metakaolin (Alkan, dkk.,2005)

2.3 Karakteristik Zeolit Faujasit

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat terhidrat yang mempunyai kerangka tiga dimensi serta pori yang sesuai dengan ukuran molekulnya. Kerangka zeolit tersusun dari unit-unit $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ tetrahedral dan atom oksigen sebagai penghubungnya, sehingga menghasilkan jaringan tetrahedral tiga dimensi terbuka dan berongga yang teratur. Rongga-rongga tersebut dapat diisi

dengan ion logam alkali maupun alkali tanah sebagai kation penyeimbang dalam kerangka zeolit, serta molekul air yang dapat bergerak bebas (Chetam, 1992 dan Kiti, 2012).

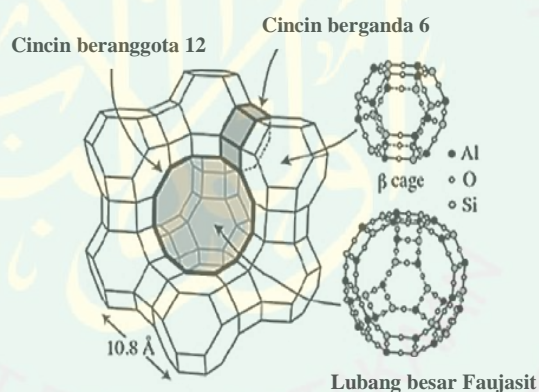
Zeolit mempunyai banyak jenis yang dapat dibedakan berdasarkan komposisi kimia, struktur, sifat kimia, dan sifat fisika yang terkait dengan strukturnya seperti Zeolit sodalit, LTA, faujasit, dan NaP yang dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Pembentukan zeolit berdasarkan SBU (Auerbach, dkk., 2003)

Salah satu dari banyak zeolit yang ada, zeolit faujasit merupakan zeolit yang banyak ditemui. Zeolit faujasit terdiri dari zeolit X (kaya alumina) dan zeolit Y (kaya silika). Zeolit X mempunyai rasio Si/Al sekitar 1,0-1,5 dengan rumus kimia $\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106}] \cdot 264\text{H}_2\text{O}$ (Thammavong, 2003), sedangkan zeolit faujasit Y merupakan zeolit yang mempunyai rasio Si/Al 1,5-3,0 dengan rumus

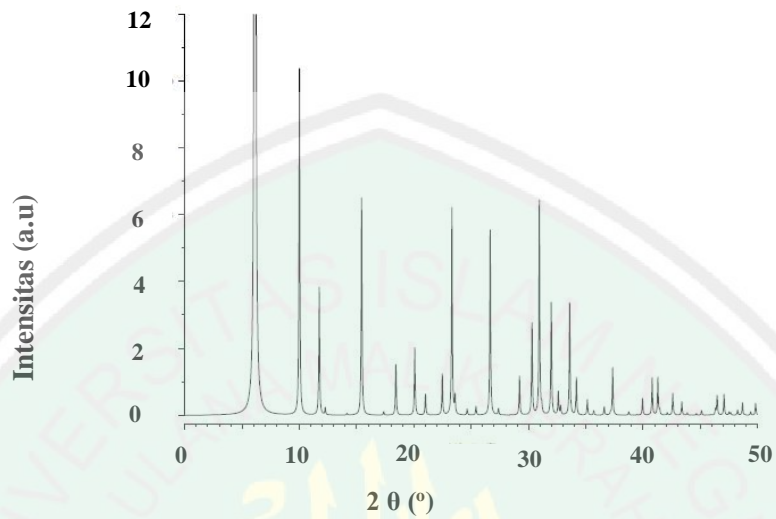
kimia $\text{Na}_{56}(\text{AlO}_2)_{56}(\text{SiO}_2)_{136} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Hwang, dkk., 2008). Zeolit X dan zeolit Y terdiri dari unit sodalit (β -cage) yang tersusun dari cincin enam dan cincin 4 yang bergabung membentuk oktahedral terpacung, sebanyak 6 buah sodalit dihubungkan oleh cincin berganda 6 sehingga terbentuk tumpukan tetrahedral. Tumpukan ini membentuk lubang besar (*supercage*) yang mempunyai diameter 13\AA . *Supercage* dapat terbentuk dari 4 kristal tetrahedral yang tersebar, masing-masing kristal tetrahedral tersebut mempunyai 12 cincin oksigen dengan diameter $7,4\text{\AA}$. Lubang-lubang (*supercage*) yang saling bersambung (12) akan membentuk pori-pori besar zeolit. Zeolit Y mempunyai space group $Fd3m$ sedangkan zeolit X mempunyai space group $Fd3$ (Szostak, 1989). Struktur zeolit faujasit ditunjukkan pada Gambar 2.6.



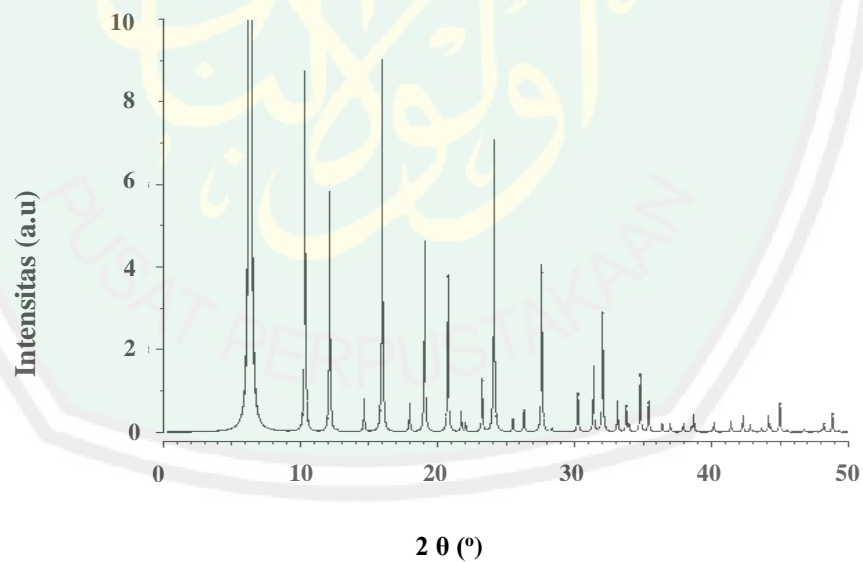
Gambar 2.6 Struktur kerangka zeolit faujasit (Johnson, dkk., 2014)

Kemurnian zeolit faujasit dapat diuji menggunakan metode difraksi sinar-X, yang akan dihasilkan data berupa pola difraksi yang dapat digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan seperti parameter kisi, tipe struktur, dan ukuran kristal (Goldberg, dkk., 2004). Zeolit X standar mempunyai difraktogram seperti pada Gambar 2.8 dengan puncak-puncak tertinggi pada sudut

$2\theta(^{\circ}) = 6,1; 10,7; 16; 27; \text{ dan } 34,08$ (Georgiev, dkk., 2013 dan Manurung, dkk., 2012).



Gambar 2.7 Difraktogram zeolit X standar (Treacy dan Higgins, 2001)



Gambar 2.8 Difraktogram zeolit Y standar (Treacy dan Higgins, 2001)

Zeolit Y mempunyai difraktogram yang berbeda dengan zeolit X, difraktogram standar zeolit NaY adalah seperti pada Gambar 2.8. Puncak spesifik zeolit Y yang paling spesifik adalah puncak yang muncul pada $2\theta(^{\circ}) = 6,33; 10,34; 12,14; 15,97; 19,07; 20,77; 24,13; 27,60$ dan $32,04$ dengan intensitas yang cukup tinggi.

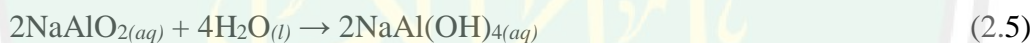
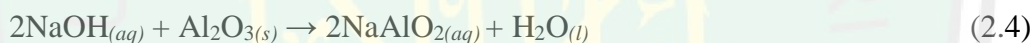
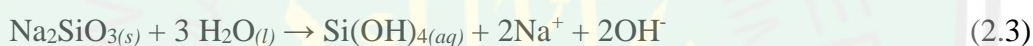
2.4 Sintesis Zeolit Faujasit dengan Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan salah satu metode sintesis padatan yang menggunakan panas dan air. Metode ini dikenal dengan metode yang menggunakan air sebagai pelarut di atas titik didihnya, serta harus dilakukan pada sistem tertutup yang bertujuan untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan. Kondisi hidrotermal terdapat secara ilmiah dan beberapa mineral seperti zeolit alam terbentuk melalui proses ini (Ismagilov, 2012).

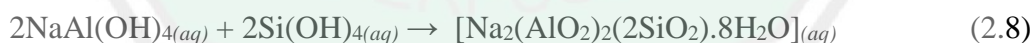
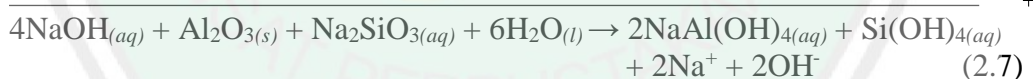
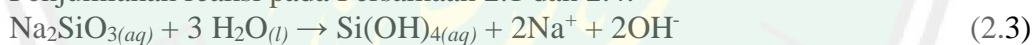
Metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, yaitu (Lee, dkk., 1991):

1. Suhu yang digunakan untuk terjadinya reaksi relatif rendah.
2. preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi yang tidak seperti biasanya dapat distabilkan dengan menaikkan suhu dan tekanan.
3. Pada kondisi *super-heated water*, dapat melarutkan oksida logam yang sulit larut, apabila pada suhu dan tekanan tersebut tidak dapat larut, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut.
4. Partikel yang dihasilkan mempunyai kristalinitas tinggi.

Zeolit faujasit terbentuk dari kaolin yang diubah menjadi metakaolin yang lebih reaktif dengan penambahan basa seperti NaOH. Larutan basa menyebabkan struktur metakaolin tidak stabil. NaOH dalam sintesis zeolit selain berfungsi sebagai reagen, juga berfungsi sebagai *mineralizer* dan materi pendukung atau *metalizer*, karena pada struktur zeolit bermuatan negatif pada ion alumunium sehingga dibutuhkan kation-kation untuk menetralkannya. *mineralizer* yang digunakan untuk SiO₂ adalah NaOH, KOH, Na₂CO₃ atau NaF (Scubert dan Housing, 2000). Reaksi yang terjadi saat pembuatan zeolit faujasit sodium silikat sebagai *mineralizer* sekaligus bahan baku utamanya dapat dilihat pada persamaan 2.3-2.9.

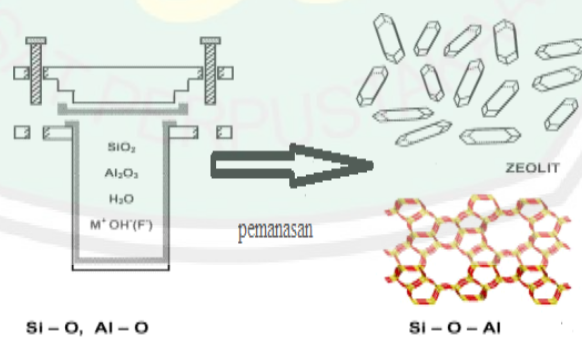


Penjumlahan reaksi pada Persamaan 2.1 dan 2.4:



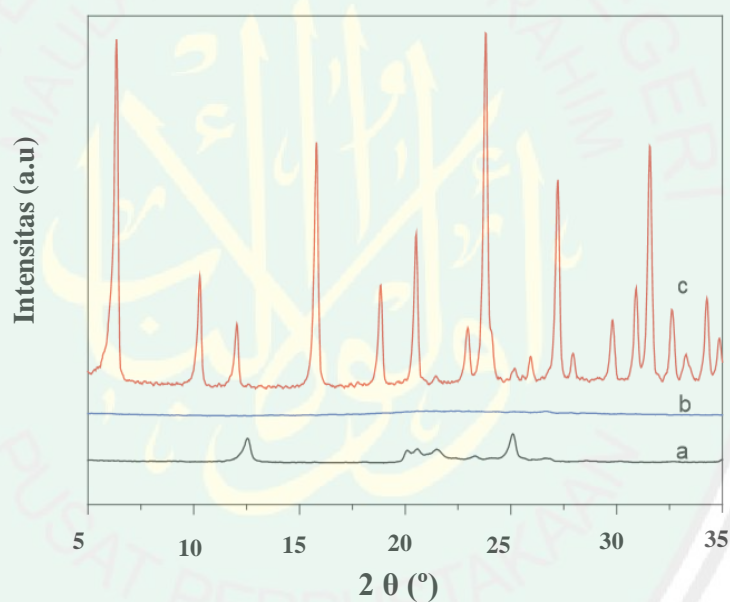
Sodium silikat hasil reaksi dari kaolin dan NaOH dengan air membentuk spesi silikat (persamaan 2.3) dan NaOH yang ditambahkan saat sintesis serta sisa NaOH pada sodium silikat ketika ditambah dengan alumina membentuk spesi sodium aluminat (persamaan 2.4) kemudian menjadi spesi aluminat [Al(OH)₄]⁻

(persamaan 2.5). Spesi silikat yang terbentuk memiliki atom Si dengan keelektronegatifan yang lebih besar (1,90) daripada atom Al (1,61) pada spesi aluminat serta pasangan elektron bebas yang berasal dari atom oksigen sehingga bersifat sangat reaktif. Spesi silikat tersebut mudah bereaksi dengan spesies aluminat membentuk aluminosilikat ($[\text{Na}_2(\text{AlO}_2)_2(2\text{SiO}_2) \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$) yang terjadi saat proses *aging*. Proses *aging* berfungsi untuk menghomogenkan reaktan sehingga reaksi dapat maksimal. Selain itu, proses *aging* yang lama akan menghasilkan produk dengan ukuran kristal yang seragam, hal ini disebabkan jumlah silikat yang masuk ke dalam polimer aluminosilikat semakin banyak sehingga inti yang terbentuk lebih seragam (Johnson dan Arsyad, 2014). Tahap pembentukan kristal zeolit dilanjutkan pada proses kristalisasi yang bertujuan untuk menyempurnakan dan menyeragamkan pertumbuhan kristal zeolit yang terbentuk selama proses *aging*. Proses kristalisasi menyebabkan campuran aluminosilikat mengalami penataan ulang sehingga strukturnya lebih teratur dan terbentuk kristal $(\text{Na}_2[(\text{AlO}_2)_2(2\text{SiO}_2) \cdot 8\text{H}_2\text{O}])$ (persamaan 2.9).



Gambar 2.9 Pembentukan kristal zeolit dengan metode hidrotermal (Cundy dan Cox, 2005)

Menurut Cundy dan Cox, (2005), kristal zeolit terbentuk melalui tiga tahap, yaitu padatan *amorf*, larutan, dan kristal. Fasa padatan *amorf* adalah fasa dimana larutan yang dibuat dari campuran reaktan masih bersifat sangat jenuh. Fase larutan merupakan fase dimana reaktan-reaktan larut dalam *mineralizer* sehingga reaktan-reaktan dapat bereaksi dan membentuk *framework* zeolit sesuai dengan perbandingan Si/Al reaktan. Kemudian, fasa kristal merupakan fasa dimana produk zeolit telah terbentuk karena pengaruh suhu dan tekanan. Tahap pembentukan zeolit dengan metode hidrotermal ditampilkan pada Gambar 2.9.

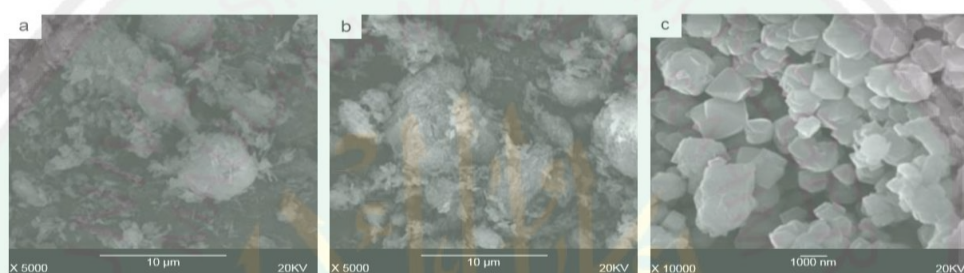


Gambar 2.10 Difraktogram: (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit Y (Qiang, dkk., 2010)

Zeolit faujasit tipe Y dengan metode hidrotermal berhasil disintesis oleh Qiang, dkk. (2010) pada suhu 120°C selama 28 jam menghasilkan zeolit Y dengan pola XRD sebagaimana Gambar 2.10. Pola XRD pada gambar 2.10 (a) menunjukkan bahwa terdapat puncak $2\theta(^{\circ}) = 12,5; 19,8; 21,9; \text{ dan } 25,2$ yang

merupakan karakteristik puncak kaolinit, pada Gambar 2.10 (b) terlihat pola *amorf* yang mengindikasikan terjadinya perubahan kaolin menjadi metakaolin. Sedangkan pada Gambar 2.10 (c) menunjukkan pola XRD yang identik dengan literatur pola XRD zeolit Y (Treacy dan Higgins, 2007).

Perubahan kaolin menjadi metakaolin dan metakaolin menjadi zeolit NaY juga dapat diamati morfologinya melalui analisa menggunakan SEM, hasil analisa ditampilkan pada Gambar 2.11.

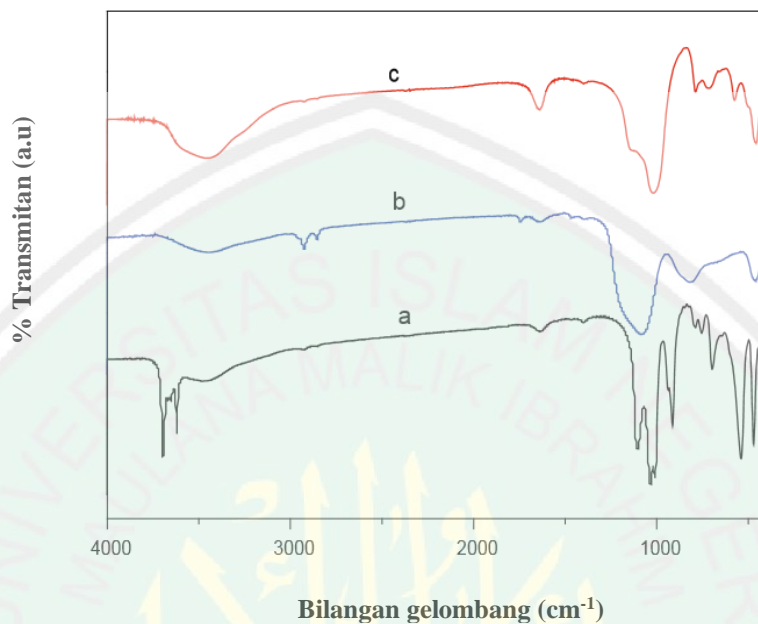


Gambar 2.11 Morfologi partikel: (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit NaY (Qiang, dkk., 2010)

Berdasarkan Gambar 2.11 hasil SEM kaolin dan metakaolin teramati tumpukan-tumpukan lempengan besar, sedangkan pada zeolit NaY teramati morfologi kristal kubik dengan diameter 700-800 nm. Untuk memperkuat data XRD dan SEM pada sintesis zeolit NaY juga digunakan spektroskopi inframerah dengan hasil pada Gambar 2.12.

Berdasarkan spektra kaolin tersebut, dapat diamati bahwa pada kaolin teramati 10 karakteristik serapan kaolin pada $1400-400\text{ cm}^{-1}$, pada metakaolin teramati serapan 1100 , 800 dan 470 cm^{-1} yang merupakan vibrasi lembar tetrahedral, silika bebas dan tekukan struktural sedangkan pada zeolit Y teramati reganagn asimetri (1144 dan 1130 cm^{-1}) dan asimetri (789 dan 719 cm^{-1}) *T-O-T*

dari sampel NaY hasil sintesis muncul pada bilangan gelombang lebih tinggi yaitu 1130, 1005, 784 dan 714 cm^{-1} .

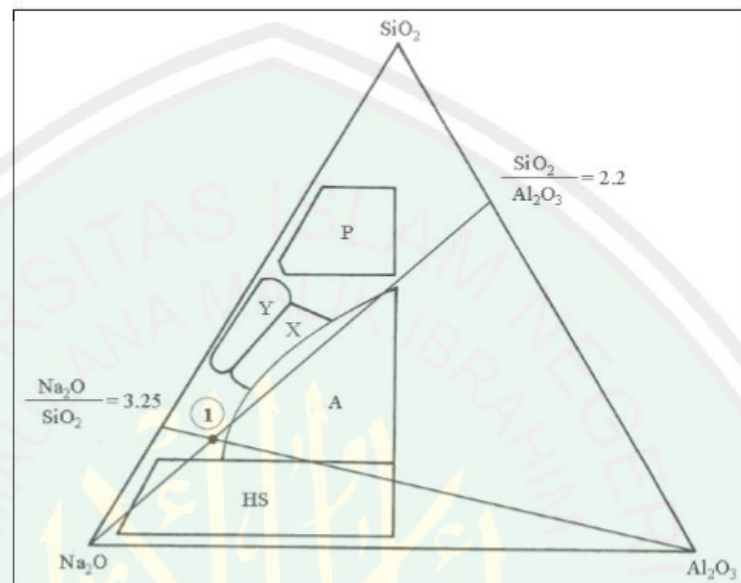


Gambar 2.12 Spektra IR: (a) kaolin, (b) metakaolin, dan (c) zeolit Y (Qiang, dkk., 2010)

2.5 Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada Sintesis Zeolit Faujasit

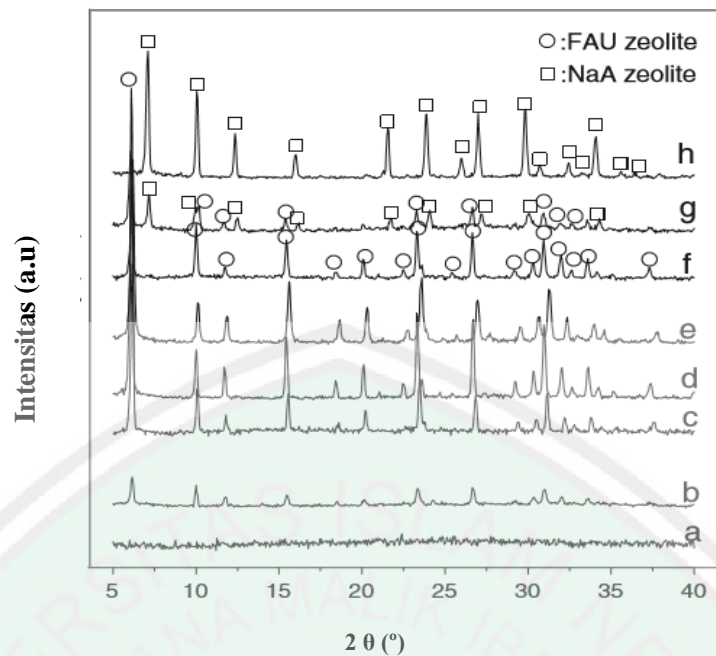
Rasio molar silika dan alumina dalam sintesis zeolit sangat berpengaruh terhadap terbentuknya zeolit faujasit. Seperti yang dapat kita lihat pada diagram terner sintesis zeolit hidroksi sodalit, A, X, Y dan P (Gambar 2.13), dimana zeolit X cenderung terbentuk pada rasio Si/Al rendah dan zeolit Y cenderung terbentuk pada rasio tinggi. Sementara hidroksi sodalit dan zeolit A terbentuk pada rasio Si/Al dibawah zeolit X dan zeolit P terbentuk pada rasio Si/Al diatas zeolit Y. Menurut Abdulkareem dan Salahudeen, (2016) zeolit X mempunyai rasio Si/Al < 1,5, sedangkan zeolit Y mempunyai rasio Si/Al \geq 1,5. Sintesis zeolit faujasit tipe X maupun tipe Y dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari sumber silika yang

berbeda akan mempengaruhi tipe zeolit yang dihasilkan serta kemurniannya (Qiang, dkk., 2010; Zahro' 2014; Candamano, dkk., 2008; Wang, dkk., 2012; Zhang, dkk., 2013; dan Arnelli, dkk., 2018).

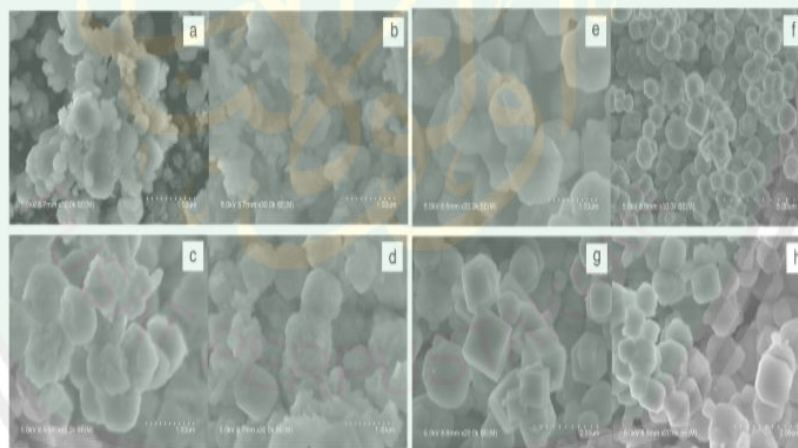


Gambar 2.13 Diagram terner sintesis zeolit hidroksi sodalit, A, X, Y dan P (Garcia, dkk., 2013)

Zhang, dkk. (2013) mensintesis zeolit X dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,9; 3,5; 4,0 dan 4,3. Berdasarkan Gambar 2.14 dapat diamati bahwa zeolit X murni dihasilkan pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5-3,5. Pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ lebih tinggi (4,5) dihasilkan produk dengan fasa *amorf*, sementara pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang lebih rendah (1,0) dihasilkan campuran zeolit X dan A, zeolit A murni dihasilkan pada rasio 0,5.



Gambar 2.14 Difraktogram zeolit hasil sintesis dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: (a) 4,3, (b) 4,0, (c) 3,5, (d) 2,9, (e) 2,0, (f) 1,5, (g) 1,0, dan (h) 0,5 (Zhang, dkk., 2013)



Gambar 2.15 Morfologi partikel zeolit hasil sintesis dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: (a) 4,0; (b) 3,5; (c) 2,9; (d) 2,0; (e) 1,5; (f) 1,0; dan (g) 0,5 (Zhang, dkk., 2013)

Hasil analisa XRD tersebut, diperkuat dengan hasil SEM pada Gambar 2.15 yang terlihat bahwa sampel zeolit FAU pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,5$;

2,0; 2,9; 3,5; dan 4,0 dalam kumpulan kristal dengan ukuran 100 sampai 120 nm, namun dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1,0$ terlihat adanya campuran zeolit X dan A berupa partikel oktahedral partikel.



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Februari - September 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik dan Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya, dan Laboratorium Sentral dan Material Maju Universitas Negeri Malang.

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), *hot plate*, oven (*Fisher Scientific*), mortar dan alu, botol semprot, pH universal, *aluminium foil*, ayakan 200 mesh, kertas saring, reaktor hidrotermal, tanur (Heraeus tipe M 110), XRD (Philip tipe X pert MPD), XRF (PAN *analytical* tipe Minipal 4), SEM (HITACHI FLEXSEM 1000), dan FTIR (Varian tipe FT 1000).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah kaolin Blitar, akuades, natrium hidroksida (NaOH, 99%, Sigma-Aldrich), asam klorida 1 M (HCl), aluminium oksida (Al_2O_3) (Marck), dan perak nitrat (AgNO_3).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH pada sintesis zeolit faujasit dari kaolin. Kaolin yang nonreaktif diubah menjadi lebih reaktif dengan cara mencampur NaOH dan kaolin 2:1 (*b/b*) lalu digerus dan dilanjutkan dengan kalsinasi selama 600°C selama 1 jam. Karakterisasi kaolin dan produk hasil alkali fusi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM. Sintesis zeolit faujasit dilakukan dengan menggunakan bahan baku berupa produk hasil alkali fusi, selanjutnya kaolin dicampur dengan Al_2O_3 sesuai dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5; 3,0; 6,0 dan 9,0 dan NaOH (sintesis dengan penambahan NaOH), kemudian distirer selama 2 jam dan dilakukan pemeraman selama 10 hari. Kristalisasi dilakukan dalam reaktor hidrotermal menggunakan suhu 100°C selama 2 jam. Hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Preparasi sampel kaolin
2. *Pre-treatment* kaolin dengan metode alkali fusi
3. Karakterisasi kaolin dan produk alkali fusi menggunakan XRD, XRF, FTIR, dan SEM
4. Sintesis zeolit faujasit dari hasil alkali fusi
5. Karakterisasi zeolit faujasit hasil sintesis menggunakan XRD, FTIR, dan SEM
6. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin

Kaolin dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200 mesh, kemudian direndam dan dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan tanah pada permukaan kaolin (Ismail, dkk., 2013), selanjutnya kaolin dicuci menggunakan HCl 1 M. Sebanyak 10 gram kaolin dan 20 mL HCl 1 M diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam untuk mengurangi kandungan logamnya, kemudian kaolin dicuci dan disaring dengan akuades hingga pH 7 dan dikeringkan pada suhu 100°C. Selanjutnya, kaolin dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR dan SEM.

3.5.2 Pre-treatment Kaolin dengan Metode Alkali Fusi

Metakaolin disintesis menggunakan metode alkali fusi, 5 g kaolin dan 10 g NaOH dicampur dan digerus 30 menit dan dikalsinasi pada suhu 600°C selama 1 jam. Hasil sintesis metakaolin digerus lagi sampai menjadi serbuk, kemudian dikarakterisasi ulang dengan XRD, XRF, FTIR, dan SEM untuk mengetahui perubahan kaolin setelah proses alkali fusi.

3.5.3 Sintesis Zeolit Faujasit

Sintesis zeolit dimulai dengan mencampurkan sebanyak 2,93 gram produk hasil alkali fusi dengan Al₂O₃ dan H₂O dan NaOH sesuai Tabel 3.2. Campuran kemudian diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam sampai homogen, selanjutnya dilakukan pemeraman selama 10 hari pada suhu ruang dan campuran dipindahkan ke dalam reaktor hidrotermal. Kristalisasi dilakukan pada suhu 100°C selama 2 jam. Kristal zeolit yang terbentuk disaring menggunakan corong

dan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat 9-10, kemudian padatan zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam. Produk sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM. Komposisi molar zeolit faujasit yang akan disintesis dirangkum pada Tabel 3.1. Berdasarkan perhitungan komposisi molar pada Tabel 3.1 maka dapat dihitung jumlah prekursor yang dirangkum pada Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Komposisi molar sintesis zeolit faujasit dengan variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH.

Rasio	Komposisi Molar Sintesis Zeolit Faujasit	Simbol
1,5	3 SiO_2 : 0,15 Al_2O_3 : 0,02 Na_2O : 180,6 H_2O	TN-1,5
3,0	3 SiO_2 : 0,1 Al_2O_3 : 0,02 Na_2O : 180,6 H_2O	TN-3,0
6,0	3 SiO_2 : 0,05 Al_2O_3 : 0,02 Na_2O : 180,6 H_2O	TN-6,0
9,0	3 SiO_2 : 0,034 Al_2O_3 : 0,02 Na_2O : 180,6 H_2O	TN-9,0
1,5	3 SiO_2 : 0,15 Al_2O_3 : 1 Na_2O : 180,6 H_2O	N-1,5
3,0	3 SiO_2 : 0,1 Al_2O_3 : 1 Na_2O : 180,6 H_2O	N-3,0
6,0	3 SiO_2 : 0,05 Al_2O_3 : 1 Na_2O : 180,6 H_2O	N-6,0
9,0	3 SiO_2 : 0,034 Al_2O_3 : 1 Na_2O : 180,6 H_2O	N-9,0

Tabel 3.2 Komposisi bahan sintesis zeolit faujasit dengan variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH.

Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	SiO_2 (gr)	Al_2O_3 (gr)	H_2O (mL)	NaOH (gr)
1,5	2,93	6,11	32,5	-
3,0	2,93	3,06	32,5	-
6,0	2,93	1,52	32,5	-
9,0	2,93	1,01	32,5	-
1,5	2,93	6,11	32,5	0,79
3,0	2,93	3,06	32,5	0,79
6,0	2,93	1,52	32,5	0,79
9,0	2,93	1,01	32,5	0,79

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Karakterisasi Kaolin dan Produk Hasil Alkali Fusi Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

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

3.5.4.2 Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus kemudian ditempatkan pada preparat dan ditekan, selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α sebesar 1,541 Å dengan sudut 2θ : 5-60° dan kecepatan *scan* 3°/menit.

3.5.4.3 Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

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

3.5.4.4 Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Karakterisasi SEM dilakukan pada sampel kaolin, produk hasil alkali fusi, dan zeolit faujasit hasil sintesis. Diambil 5 mg sampel dan diletakkan dalam *sample holder*. *Sample holder* selanjutnya ditempatkan pada instrumen SEM dan dilakukan pengamatan mikrografinya mulai perbesaran 5.000-25.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin dan Produk Hasil Alkali Fusi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Data yang diperoleh dari hasil karakterisasi menggunakan XRF adalah tabel dan difraktogram. Puncak yang muncul pada difraktogram tersebut menunjukkan unsur yang terkandung dalam kaolin dan produk hasil alkali fusi. Tinggi puncak menunjukkan banyaknya unsur yang terkandung dalam kaolin dan produk hasil alkali fusi, untuk mempermudah pemahaman data difraktogram hasil analisis XRF, maka juga akan disajikan dalam bentuk tabel sehingga persentase kadar Si dan Al lebih jelas. Berdasarkan data persentase Si dan Al, maka rasio molar Si/Al dalam kaolin dan produk hasil alkali fusi dapat dihitung.

3.6.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Data hasil karakterisasi kaolin, produk hasil alkali fusi, dan zeolit faujasit berupa difraktogram. Pembentukan struktur zeolit faujasit ditentukan oleh munculnya puncak pada 2θ spesifik pada difraktogram. Selanjutnya puncak-puncak yang muncul pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk

mengetahui terbentuknya kristal zeolit faujasit. Kemudian, dari variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ditentukan pembentukan struktur serta kemurnian zeolit faujasit yang terbaik. Ukuran kristal zeolit dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

$$D = (K \lambda) / (\beta \cos \theta) \quad (3.1)$$

Dengan D adalah ukuran kristal (nm), K adalah konstanta (0,9), λ = panjang gelombang radiasi (nm), β adalah lebar setengah puncak atau *full width at half maximum* (FWHM, rad) θ = sudut difraksi.

3.6.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Data hasil karakterisasi kaolin, produk hasil alkali fusi dan zeolit faujasit 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.

3.6.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin, Produk Hasil Alkali Fusi, dan Zeolit Faujasit menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Data hasil karakterisasi kaolin, produk hasil alkali fusi, dan zeolit faujasit menggunakan SEM adalah berupa gambar morfologi partikel dari kaolin, produk hasil alkali fusi, dan zeolit faujasit hasil sintesis. Morfologi partikel kaolin, produk hasil alkali fusi dan zeolit faujasit dianalisa dengan cara dibandingkan dengan referensi.

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

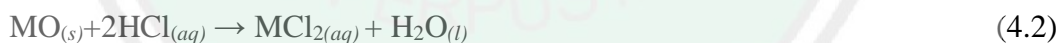
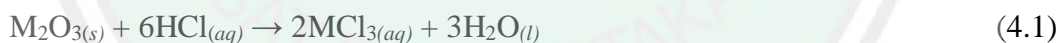
4.1 Kandungan Unsur Kaolin Alam Blitar

Kaolin dalam penelitian ini digunakan sebagai bahan dasar untuk sintesis zeolit faujasit. Kaolin yang berasal dari alam umumnya mengandung pengotor fisik dan pengotor logam. Pengotor fisik berupa tanah dapat dihilangkan dengan pencucian menggunakan akuades, sedangkan pengotor logam dapat dikurangi melalui proses purifikasi atau pencucian menggunakan HCl 1M. Perubahan persentase kandungan unsur logam pada kaolin Blitar sebelum dan sesudah pencucian menggunakan HCl 1 M dapat diketahui dari hasil analisis menggunakan XRF seperti pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kandungan mineral kaolin

Unsur	Konsentrasi (%) sebelum dicuci dengan HCl 1M	Konsentrasi (%) setelah dicuci dengan HCl 1M
Si	41,0	51,6
Al	7,5	7,9
K	4,22	4,75
Ti	1,2	1,32
V	0,04	0,05
Cr	0,052	0,057
Mn	1,63	1,99
Fe	13,8	15,8
Sr	0,68	0,61
Zn	0,02	0,03
Yb	-	0,06
Ni	-	0,04
Cu	0,12	0,12
Eu	0,2	0,2
Re	0,2	0,2
Ca	29,2	15,3
Ba	0,1	-

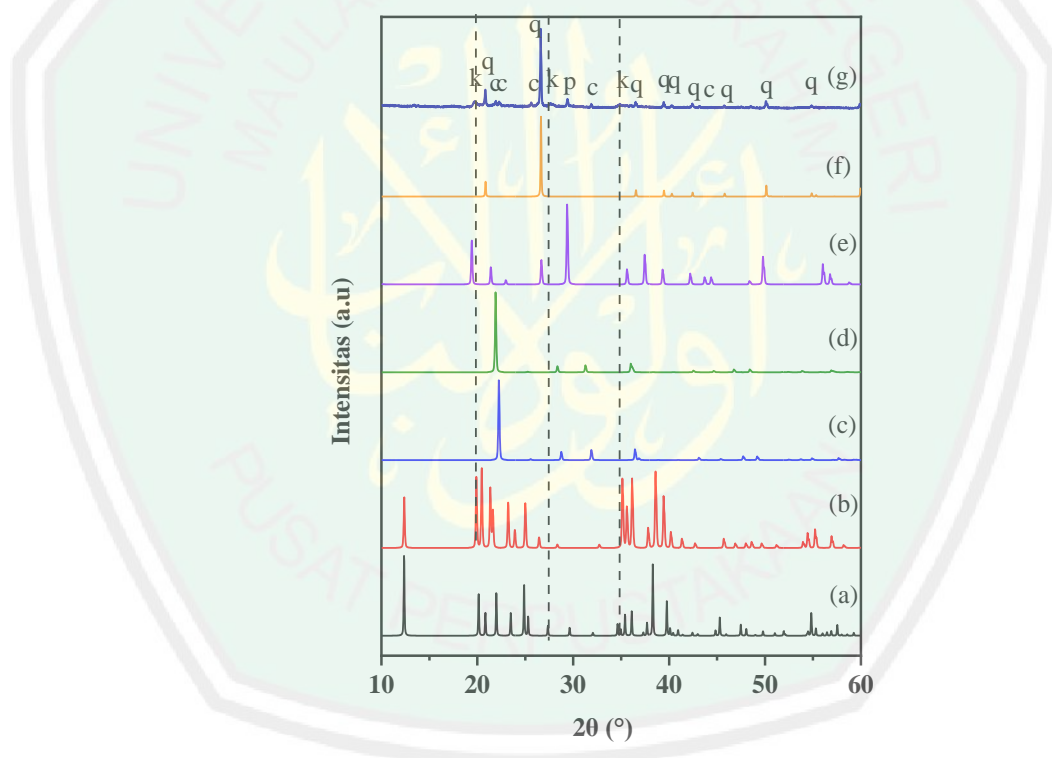
Berdasarkan Tabel 4.1 dapat dilihat bahwa persentase Si/Al mengalami peningkatan setelah dilakukan pencucian dengan HCl 1M dari 5,54 menjadi 6,53. Persentase silika (Si) mengalami peningkatan karena tidak reaktif terhadap asam pada suhu ruang maupun suhu tinggi (Cotton dan Wilkinson, 1989). Beberapa logam transisi mengalami peningkatan persentase disebabkan karena relatif stabil, sehingga sulit larut dalam asam klorida dan asam sulfat encer (Svehla, 1979). Berdasarkan Tabel 4.1 diketahui bahwa pencucian kaolin menggunakan asam (HCl 1 M) tidak menyebabkan penurunan logam-logam secara signifikan, hanya beberapa logam yang bersifat larut dalam asam yang mengalami penurunan persentase. Logam-logam yang bersifat amfoter atau dapat larut dalam keadaan asam dan basa seperti CaO mampu diikat oleh HCl sehingga mengalami penurunan persentase. Sebagian besar logam tidak mengalami penurunan karena berfungsi sebagai kation penyeimbang dalam struktur kaolin alam yang rigid sehingga tidak mudah dihilangkan meskipun dengan pencucian menggunakan asam. Reaksi antara logam dengan HCl secara umum ditampilkan pada persamaan 4.1 dan 4.2.



Pencucian kaolin dengan HCl 1 M mengakibatkan adanya pengotor berupa anion Cl^- yang masih tersisa dalam sampel kaolin. Keberadaan anion Cl^- dapat mengganggu perubahan struktur kaolin saat proses alkali fusi, sehingga anion Cl^- harus dihilangkan dengan pencucian menggunakan aquades hingga pH filtrat

kaolin netral. Pengujian sampel kaolin yang masih mengandung ion Cl^- dilakukan dengan menambah larutan AgNO_3 .

Kaolin alam Blitar sebelum digunakan sebagai prekursor dalam sintesis zeolit faujasit 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 alam Blitar merupakan prekursor sintesis dengan kategori *low grade* karena mempunyai beberapa puncak pengotor berupa kuarsa yang tinggi serta mineral lain yaitu kristobalit dan piropilit.



Gambar 4.1 Difraktogram: standar kaolin (a) ICSD (30285) dan (b) JCPDS (12-0447) standar kristobalit (c) JCPDS (82-1408), (d) JCPDS (76-0937), (e) standar piropilit (JCPDS 02-0613), (f) standar kuarsa (RUFF), dan (g) kaolin alam Blitar (*k*: kaolin, *c*: kristobalit, *q*: kuarsa, dan *p*: piropilit)

4.2 Perubahan Struktur, Gugus Fungsi dan Morfologi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi

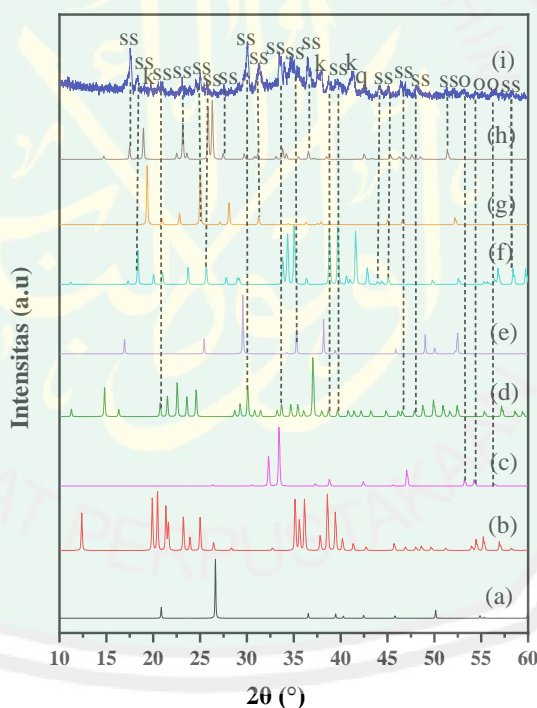
Proses alkali fusi pada kaolin digunakan untuk merubah kaolin yang nonreaktif, sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit. Proses alkali fusi dilakukan dengan menggerus kaolin dan NaOH dengan rasio berat NaOH/kaolin 2 diikuti dengan pemanasan pada suhu tinggi. Produk hasil alkali fusi dianalisis menggunakan XRF vakum dan helium. Hasil analisis ditampilkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Kandungan unsur produk hasil alkali fusi

Unsur	Konsentrasi (%) XRF vakum	Konsentrasi (%) XRF helium
Si	28,7	21,3
Al	3,6	-
Fe	32,2	-
Cu	0,7	-
Eu	0,3	-
Sr	2,3	-
Yb	0,6	-
Ni	0,3	-
K	4,56	3,39
Ca	18,7	15,7
Ti	1,8	1,2
P	2,2	1,4
Na	-	19
Br	-	4,5
Zr	-	0,5
Mn	3,2	21
V	0,1	1,1
Cr	0,32	3,0
Ba	0,4	7,9

Berdasarkan Tabel 4.2 di atas diketahui bahwa terdapat perbedaan persentase unsur-unsur dalam produk hasil alkali fusi yang dianalisis menggunakan XRF vakum dan helium. Hal tersebut dikarenakan pada XRF

vakum sumber sinar, sampel dan sistem deteksi dipasang di ruang vakum, sehingga udara akan menyerap radiasi, terutama radiasi dari unsur-unsur berukuran kecil seperti Na akibatnya *fluorescence* dari unsur tersebut tidak dapat terbaca pada hasil XRF, sebaliknya pada XRF helium radiasi dari unsur-unsur berukuran kecil akan terbaca karena tidak ada radiasi yang terserap oleh helium. Munculnya unsur Na pada hasil analisis menggunakan XRF helium sebesar 19% serta naiknya persentase logam-logam lainnya menyebabkan logam Si, Ca, Ti dan P mengalami penurunan persentase, sementara beberapa logam seperti Al menjadi tidak terbaca, karena persentasenya yang terlalu kecil.

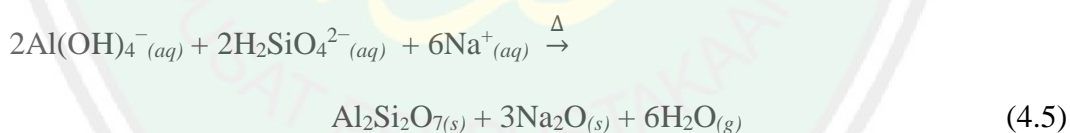
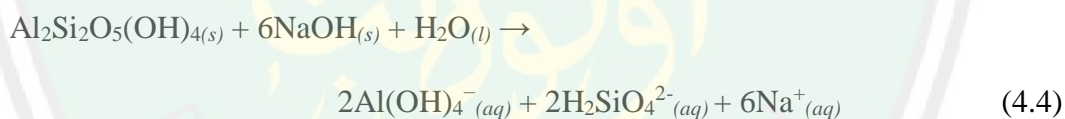


Gambar 4.2 Difraktogram: (a) standar kuarsa (RUFF), (b) standar kaolin (JCPDS 12-0447), (c) standar sodium oksida (JCPDS 06-0500), standar sodium silikat (d) JCPDS (18-1243), (e) ICSD (74640), (f) JCPDS (38-0020), (g) JCPDS (36-0112), (h) JCPDS (38-0019), dan (i) hasil proses alkali fusi (q = kuarsa, k = kaolin, ss =sodium silikat, o : sodium oksida)

Perubahan struktur kaolin setelah proses alkali fusi dianalisis menggunakan XRD. Hasil analisis ditampilkan pada Gambar 4.2 dan menunjukkan bahwa setelah proses alkali fusi puncak-puncak kuarsa dan mulai berkurang dan terbentuk fasa baru yaitu sodium silikat dengan pengotor berupa sodium oksida Gambar 4.2 (i). Sodium silikat terbentuk dari reaksi kuarsa pada kaolin dengan NaOH pada proses alkali fusi seperti pada persamaan 4.3 (Pranowo, dkk. 2017).

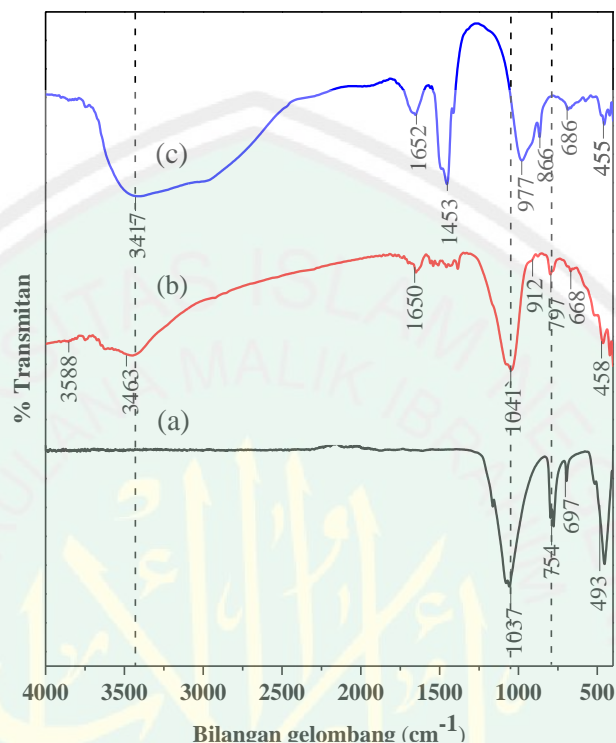


Menurut Zhou, dkk. (2014) penambahan basa pada pemanasan kaolin menyebabkan adanya *dissolusi* kaolin dengan melepaskan Si dan Al (persamaan 4.4). Reaksi juga diikuti dengan pemanasan sehingga terbentuk campuran metakaolin dan natrium oksida (persamaan 4.5).



Perubahan gugus fungsi dan vibrasi molekul dari kaolin akibat proses alkali fusi dapat diketahui melalui analisa menggunakan FTIR yang ditampilkan pada Gambar 4.3 Identifikasi modus vibrasi FTIR sampel dirangkum pada Tabel 4.3. Pada Gambar 4.3 (a) dan (b) terlihat spektra standar kuarsa sama dengan sampel kaolin Blitar. Serapan vibrasi silika bebas dari kuarsa ditunjukkan pada

bilangan gelombang 797 cm^{-1} , hal tersebut menunjukkan adanya kesesuaian hasil analisis data FTIR dengan hasil analisis XRD.



Gambar 4.3 Spektra IR: (a) standar kuarsa, (b) kaolin, dan (c) hasil proses alkali fusi

Tabel 4.3 Interpretasi spektra IR kaolin dan produk hasil alkali fusi

Kaolin	Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Keterangan (Jenis Vibrasi)
	Sodium silikat ref (***)	Metakaolin	
3588	-	-	Regangan Al-OH antar lapisan*
3463	3436	3417	Regangan O-H*
1650	1634	1652	Tekukan H-O-H*
-	1425	1453	Regangan C-O asimetrik dari Na_2CO_3 ***
1041	1045	977	Regangan T-O-T asimetrik tetrahedral***
912	-	-	Regangan Al-O (oktahedral)***
-	-	866	Regangan Al-O (tetrahedral)**
797	-	-	Regangan Si-O bebas (kuarsa)*
668	-	686	Regangan T-O-T simetrik**
458	465	455	Tekukan T-O-T asimetrik *

*Saikia dan Parthasarathy (2010), **Ekosse (2005), ***Carrasco, dkk. (2017)

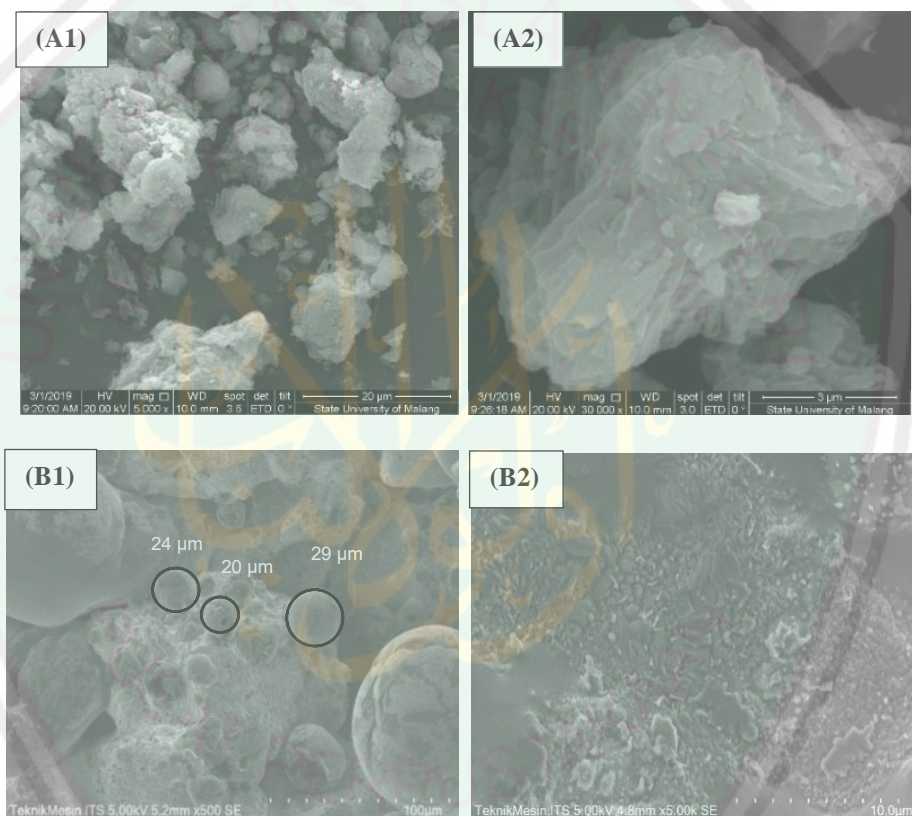
Perubahan struktur kaolin menjadi struktur metakaolin proses alkali fusi dapat dilihat pada Gambar 4.2 (c). Perubahan struktur tersebut menyebabkan hilangnya serapan pada 912 cm^{-1} yang merupakan regangan Al-O oktahedral dan munculnya serapan pada 866 cm^{-1} yang merupakan regangan Al-O tetrahedral, hal tersebut menunjukkan bahwa pada proses alkali fusi kaolin tidak hanya bertransformasi menjadi sodium silikat tetapi juga metakaolin. Perubahan tersebut tidak teramati pada analisa menggunakan XRD karena metakaolin hanya menghasilkan difraktogram yang *amorf*. Selain itu pemanasan pada kaolin saat proses alkali fusi menyebabkan terjadinya pelepasan molekul H_2O pada kaolin ditandai dengan hilangnya serapan 3588 cm^{-1} yang merupakan vibrasi ulur lapisan bagian dalam OH serta hilangnya silika bebas (kuarsa) yang ditandai dengan hilangnya serapan pada bilangan gelombang 797 cm^{-1} .

Penambahan NaOH yang mempunyai sifat higroskopis pada proses alkali fusi menyebabkan terbentuknya metakaolin yang juga higroskopis sehingga menyebabkan melebarnya serapan dari vibrasi O-H pada bilangan gelombang 3417 cm^{-1} . Interaksi antara sodium silikat yang terbentuk dengan CO_2 di udara memunculkan spektra baru pada bilangan gelombang 1453 cm^{-1} yang diperkirakan adanya regangan asimetis C-O pada CO_3^{2-} dari Na_2CO_3 sesuai dengan persamaan reaksi 4.5 sebagai berikut (Maia, dkk., 2015).



Perubahan morfologi kaolin setelah proses alkali fusi dapat dilihat melalui analisis menggunakan SEM yang ditampilkan pada Gambar 4.4. berdasarkan gambar tersebut diketahui bahwa kaolin alam (Gambar 4.4 A2) memiliki

morfologi berupa lempengan yang tersusun berlapis-lapis, sementara setelah proses alkali fusi (Gambar 4.4 B1) terjadi perubahan bentuk partikel menjadi *spheric* (sodium silikat) dengan ukuran partikel 24-29 μm , sedangkan metakaolin dengan bentuk partikel tak beraturan teramati pada perbesaran 5.000x (Gambar 4.4 B2) teramati Hal tersebut menunjukkan adanya kesesuaian hasil analisis SEM dengan hasil analisis XRD.

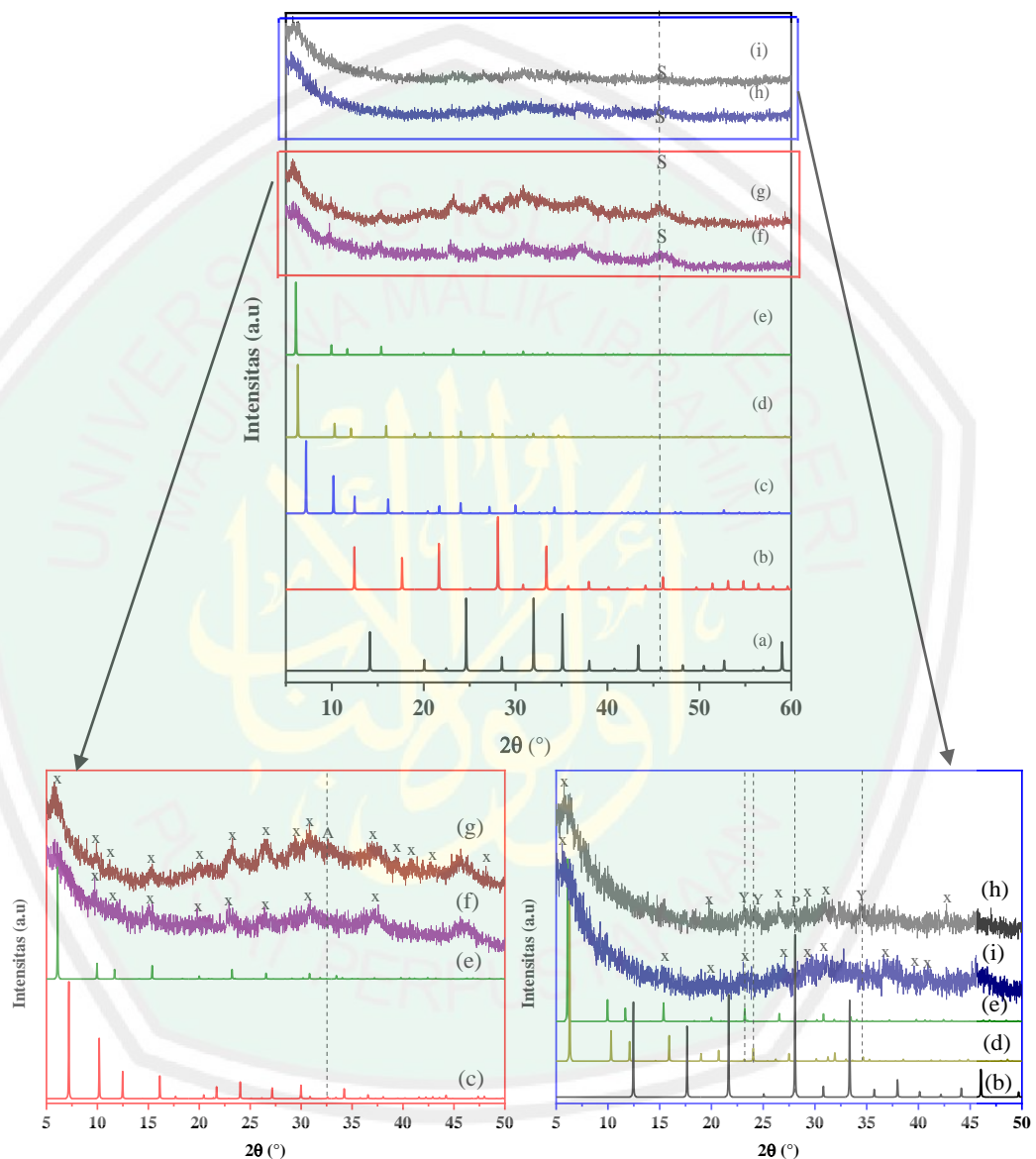


Gambar 4.4. Morfologi partikel kaolin Blitar: (A1) Perbesaran 5.000x (A2) Perbesaran 30.000x, metakaolin: (B1) perbesaran 5.00x, dan (B2) perbesaran 5.000x

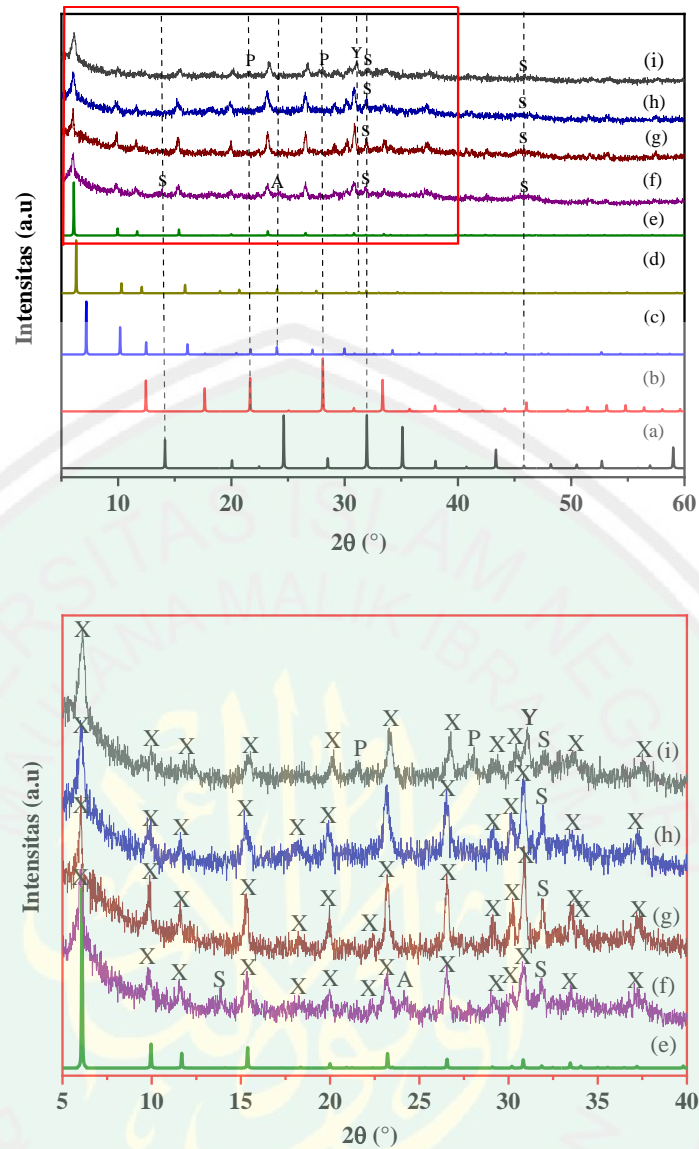
4.3 Karakteristik Zeolit Faujasit dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Sintesis zeolit faujasit dari produk alkali fusi dilakukan menggunakan metode hidrotermal dengan variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5; 3,0; 6,0; dan 9,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH. Difraktogram sintesis zeolit

faujasit dengan variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5; 3,0; 6,0; dan 9,0 tanpa penambahan NaOH dibandingkan dengan difraktogram standar dari *International Zeolite Association (IZA)* ditampilkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Difraktogram sintesis tanpa penambahan NaOH: (a) standar sodalit; (b) standar NaP; (c) standar NaA; (d) standar NaY; (e) standar NaX; zeolit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$: (f) 1,5; (g) 3,0; (h) 6,0; dan (i) 9,0 (X= zeolit NaX, Y= zeolit NaY, P= zeolit NaP, A= zeolit NaA, S= sodalit)



Gambar 4.6 Difraktogram sintesis zeolit variasi rasio SiO₂/Al₂O₃ dengan penambahan NaOH: (a) standar sodalite; (b) standar NaP; (c) standar NaA; (d) standar NaY; (e) standar NaX; zeolit variasi rasio SiO₂/Al₂O₃: (f) 1,5 ; (g) 3,0; (h) 6,0; dan (i) 9,0 (X= zeolit NaX, Y= zeolit NaY, P= zeolit NaP, A= zeolit NaA, S= sodalite)

Hasil sintesis dianalisis menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fasa kristal dan mengetahui jenis mineral yang terbentuk. Berdasarkan difraktogram hasil sintesis zeolit dengan variasi rasio SiO₂/Al₂O₃ tanpa penambahan NaOH menunjukkan bahwa zeolit faujasit tipe X terbentuk pada semua rasio SiO₂/Al₂O₃

dengan berbagai jenis pengotor, sementara zeolit faujasit tipe Y mulai terbentuk pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 9,0 sebagai campuran zeolit X dan dengan pengotor zeolit P. Keberadaan pengotor berupa sodalit pada semua rasio disebabkan karena sodalit merupakan fasa paling stabil dari fasa faujasit, sementara munculnya pengotor berupa zeolit A dan P dipengaruhi oleh besarnya rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan. Howell, dkk. (1965) menyatakan bahwa pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,75-2 akan terbentuk zeolit A, sehingga keberadaan zeolit A pada hasil sintesis rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 dimungkinkan karena rasio tersebut berdekatan dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ untuk sintesis zeolit A. Menurut Sharma, dkk. (2013) jika rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada saat sintesis sebesar 5-11 akan menghasilkan produk berupa zeolit P, sehingga keberadaan zeolit P pada hasil sintesis rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 9,0 dimungkinkan karena rasio tersebut berdekatan dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ untuk sintesis zeolit P.

Sintesis zeolit faujasit menggunakan variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan penambahan NaOH ditunjukkan pada Gambar 4.6. Berdasarkan hasil difraktogram tersebut diketahui bahwa sintesis zeolit faujasit dengan penambahan NaOH menghasilkan zeolit faujasit tipe NaX dengan kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan tanpa penambahan NaOH dengan jenis pengotor yang sama yaitu sodalit pada semua rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan zeolit NaA pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ rendah dan zeolit NaY dan NaP pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tinggi. Menurut Trocheza, dkk. (2015) hal tersebut dikarenakan dengan penambahan NaOH artinya kondisi kebasaaan pada saat sintesis semakin tinggi, kandungan alkali yang tinggi akan membantu pelarutan alumina dan silika untuk membentuk polimer aluminosilikat

(persamaan 4.10). Selain itu NaOH juga berfungsi sebagai agen pengarah struktur (*hard template*) pada proses kristalisasi.

Hasil analisis menggunakan XRD juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal zeolit menggunakan perhitungan Debye-Scherrer. Berdasarkan hasil perhitungan Debye-Scherrer pada Tabel 4.4 zeolit yang dihasilkan dari sintesis dengan penambahan NaOH memiliki ukuran rata-rata kristal yang lebih besar dibandingkan zeolit hasil sintesis tanpa penambahan NaOH.

Tabel 4.4 Ukuran rata-rata kristal zeolit

Zeolit	Ukuran rata-rata (nm)
Rasio TN-1,5	13,02
Rasio TN-3,0	15,27
Rasio TN-6,0	9,68
Rasio TN-9,0	14,43
Rasio N-1,5	43,50
Rasio N-3,0	78,82
Rasio N-6,0	40,85
Rasio N-9,0	35,58

TN: Tanpa penambahan NaOH, N: dengan penambahan NaOH

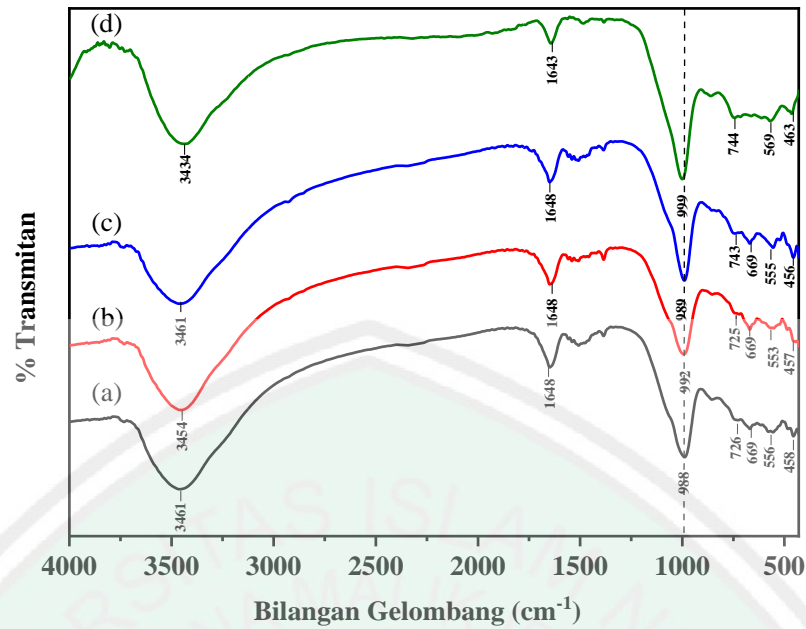
Zeolit NaX hasil sintesis selanjutnya dianalisa menggunakan FTIR untuk mengetahui vibrasi antar molekul dari kerangka zeolit. Setelah sodium silikat diubah menjadi zeolit muncul serapan zeolit NaX pada daerah $3500-3200\text{ cm}^{-1}$ merupakan regangan O-H (Socrates, 1994). Serapan lain muncul pada bilangan gelombang $1250-950\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan regangan asimetris internal *T-O-T*, bilangan gelombang $1150-1050\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan regangan asimetrik eksternal tetrahedral *T-O-T*, bilangan gelombang $720-650\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan regangan simetris internal *T-O-T*, bilangan gelombang $820-720\text{ cm}^{-1}$ yang

merupakan regangan simetris eksternal *T-O-T* dan 650-500 cm^{-1} yang merupakan regangan cincin D6 ganda (Auerbach, dkk. 2003).

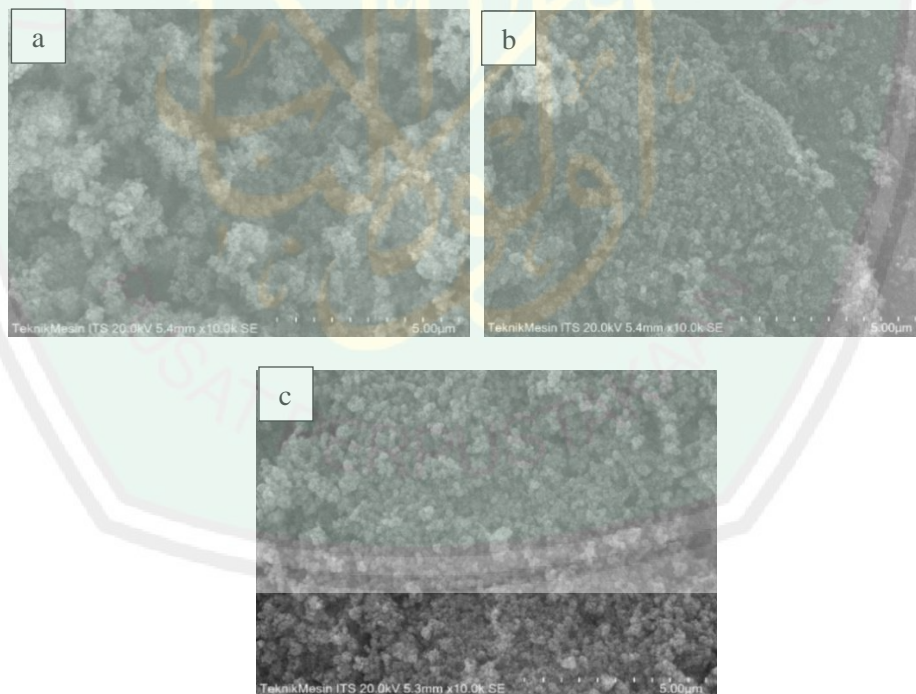
Perbedaan hasil sintesis zeolit dengan variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ditunjukkan pada serapan regangan *T-O-T* asimetrik internal tetrahedral, dimana pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang rendah maka bilangan gelombang akan bergeser ke angka yang lebih kecil, pada Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa bilangan gelombang pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 (tanpa penambahan NaOH) sebesar 992 cm^{-1} kemudian bergeser menjadi 988 cm^{-1} pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 (tanpa penambahan NaOH). Hal tersebut juga terjadi pada sintesis zeolit dengan penambahan NaOH dimana bilangan gelombang bergeser dari 999 cm^{-1} ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0) menjadi 998 cm^{-1} (rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0). Pergeseran gelombang ke angka yang lebih kecil tersebut disebabkan karena meningkatnya jumlah alumina pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ rendah (Trocheza, dkk., 2015).

Tabel 4.5 Interpretasi hasil IR zeolit hasil sintesis dengan standar

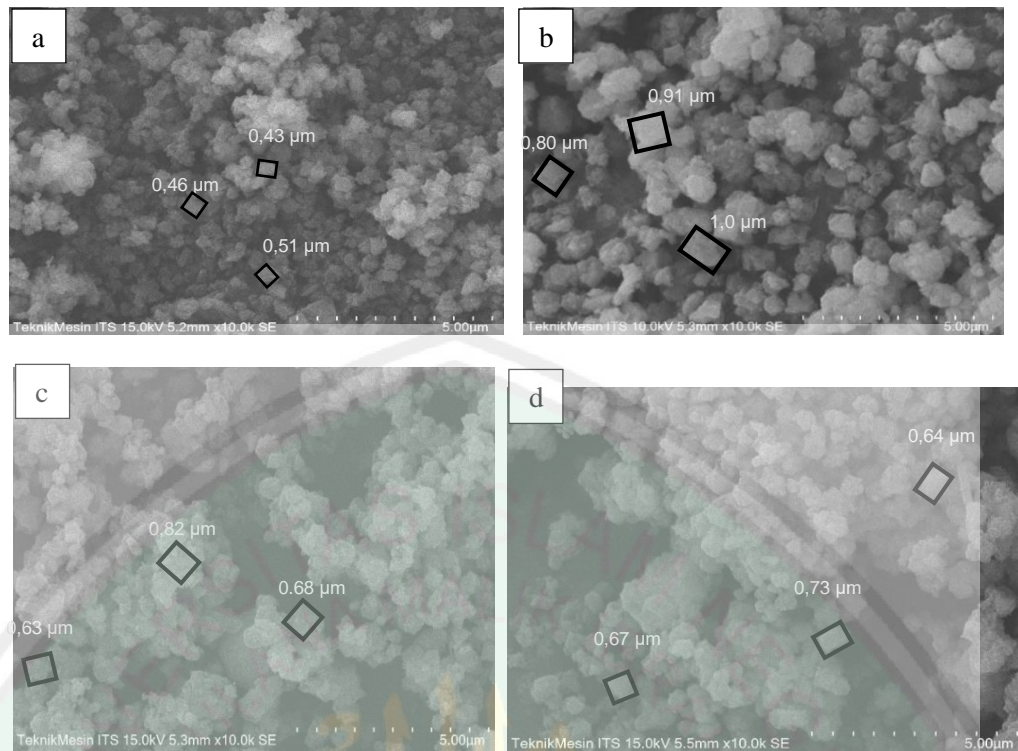
Bilangan gelombang (cm^{-1})				Jenis Vibrasi
TN-3,0	TN-6,0	N-3,0	N-6,0	
3461	3454	3461	3434	Regangan O-H
1648	1648	1649	1643	Tekukan O-H
988	992	998	999	Regangan <i>T-O-T</i> asimetrik internal tetrahedral
726	725	743	744	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik eksternal
669	669	669	-	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik internal
556	553	555	569	Regangan <i>D6R</i>
456	457	465	463	Tekukan <i>T-O-T</i>



Gambar 4.7 Spektra IR zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tanpa penambahan NaOH: (a) 3,0 dan (b) 6,0, zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan penambahan NaOH (c) 3,0 dan (d) 6,0



Gambar 4.8 Morfologi partikel zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tanpa penambahan NaOH: (a) 1,5; (b) 3,0; dan (c) 6,0 pada perbesaran 10.000x



Gambar 4.9 Morfologi partikel zeolit faujasit variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan penambahan NaOH: (a) 1,5; (b) 3,0; (c) 6,0; dan (d) 9,0 pada perbesaran 10.000x

Hasil karakterisasi menggunakan SEM diperoleh morfologi dari zeolit faujasit dengan variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Zeolit NaX yang memiliki kerangka struktur faujasit umumnya diindikasikan memiliki morfologi seperti kubus (*cubic like*) (Panek, dkk., 2014). Berdasarkan Gambar 4.8 zeolit yang dihasilkan dari sintesis tanpa penambahan NaOH memiliki morfologi *irregular* berupa kristal yang belum sempurna pada semua variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Sementara pada Gambar 4.9 terlihat morfologi zeolit yang dihasilkan dari sintesis dengan penambahan NaOH memiliki bentuk seperti kubus meskipun tidak seragam karena mengandung pengotor. Sintesis zeolit dengan penambahan NaOH rasio memiliki ukuran yang lebih besar dibandingkan dengan zeolit tanpa penambahan NaOH. Hal tersebut sesuai dengan hasil ukuran kristal zeolit menggunakan perhitungan

Debye-Scherrer pada Tabel 4.3, dimana ukuran kristal zeolit dengan penambahan NaOH memiliki ukuran kristal lebih besar dibandingkan ukuran kristal zeolit tanpa penambahan NaOH. Ukuran kristal yang besar menyebabkan pertumbuhan partikel yang besar (Jafari, dkk., 2013).

Hasil dari penelitian tentang sintesis zeolit faujasit dengan variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ini menunjukkan bahwa zeolit yang dihasilkan masih memiliki pengotor dan dari dua jenis zeolit faujasit yang diharapkan (NaX dan NaY) menjadi produk sintesis dalam penelitian ini hanya zeolit NaX yang mendominasi. Hal ini dapat disebabkan oleh belum optimalnya metode maupun parameter sintesis yang digunakan. Tidak dihasilkannya zeolit NaX dan NaY yang murni dalam penelitian ini telah Allah SWT jelaskan dalam surat al-Qamar ayat 49 bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah memiliki ukuran tertentu. Begitu halnya dengan sintesis zeolit faujasit ini, untuk menghasilkan produk yang murni maka harus diperhatikan segala ukuran baik rasio NaOH/kaolin, rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ serta ukuran kebasaaan yang digunakan.

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ (٤٩) وَمَا أَمْرُنَا إِلَّا وَاحِدَةٌ كَلَمْحٍ بِالْبَصَرِ (٥٠)

Artinya: “*Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran.*”

Surah al-Qamar ayat 49 memiliki arti “*Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran,*” hal tersebut mencakup seluruh makhluk dan seluruh alam, baik alam atas maupun alam bawah, hanya Allah yang menciptakannya. Allah menciptakan berdasarkan ketentuan yang telah terdahulu berdasarkan ilmuNya dan sesuai catatan penaNya berdasar waktu dan ukuran

yang ditetapkan dan seluruh sifat yang tercakup dalam segala hal dan yang demikian itu mudah bagi Allah. Oleh karena itulah, Allah Subhaanahu wa Ta'aala berfirman di ayat selanjutnya, “*Dan perintah Kami hanyalah (dengan) satu perkataan seperti kejapan mata.*” Sebagaimana uraian tersebut, hasil dari penelitian sintesis zeolit faujasit yang tidak murni merupakan suatu kehendak Allah yang membuat peneliti agar lebih memikirkan dan memahami metode yang digunakan. Namun meskipun hasil penelitian masih mempunyai pengotor, zeolit NaX hasil sintesis dari kaolin masih dapat dimanfaatkan misalnya sebagai adsorben, katalis, dan lain-lain, sehingga ada hikmah yang diperoleh dari penelitian ini.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Sintesis zeolit faujasit pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 dan 3,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH menghasilkan zeolit faujasit tipe NaX dengan jenis pengotor yang sama yaitu sodalit dan zeolit NaA pada rasio 3,0 tanpa penambahan NaOH dan rasio 1,5 dengan penambahan NaOH.
2. Sintesis zeolit faujasit pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 dan 9,0 tanpa penambahan NaOH dan dengan penambahan NaOH menghasilkan zeolit faujasit tipe NaX dengan jenis pengotor yang sama yaitu sodalit, sementara zeolit NaY mulai terbentuk pada rasio 9,0 dengan pengotor zeolit NaP.
3. Hasil karakterisasi menggunakan FTIR menunjukkan bahwa zeolit hasil sintesis memiliki serapan khas zeolit faujasit pada daerah 988, 726, dan 556 cm^{-1} . Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan bahwa morfologi zeolit hasil sintesis tanpa penambahan NaOH berupa partikel *irregular*, sementara zeolit hasil sintesis dengan penambahan NaOH berupa partikel kubus dengan ukuran partikel dan kristal yang lebih besar dibandingkan hasil sintesis tanpa penambahan NaOH.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan kajian metode preparasi kaolin untuk menurunkan kandungan logam-logam secara signifikan dalam kaolin.

2. Produk hasil alkali fusi dalam penelitian ini masih mengandung kaolin, kuarsa , dan pengotor berupa sodium oksida, sehingga perlu dilakukan kajian variasi waktu dan suhu kalsinasi pada proses alkali fusi.
3. Sintesis yang dilakukan menghasilkan zeolit NaX dengan pengotor sodalit pada semua rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan zeolit NaA pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ rendah (1,5 dan 3,0) dan zeolit NaY dan NaP pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tinggi (9,0), sehingga diperlukan analisa lanjutan pada metode dan komposisi sintesis secara tepat untuk menghasilkan zeolit NaX yang murni serta pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang lebih tinggi untuk menghasilkan zeolit NaY.



DAFTAR PUSTAKA

- 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.
- Arnelli., Afifah, N., Rizki, N., Windarti, T., dan Astuti, Y. 2018. Synthesis of Zeolite from Sugar Cane as Detergent Builder: Variation of Si/Al Ratio and Hydrothermal Time. *Kimia Sains dan Aplikasi*, 21 (1): 24-28.
- 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.
- Belver, C., Munoz, M., dan Vicence, A. 2002. Chemical Activation of a Kaolinite Under Acid and Alkaline Conditions. *Chemistry of Materials*, 14: 2033-2043.
- Byrappa, K., dan Yoshimura, M. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology a Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. New Jersey: Noyes Piblication.
- Cahyawati, M. 2017. *Skripsi*. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Nay Dari Kaolin Dengan Variasi Suhu Kristalisasi Menggunakan Metode Hidrotermal. UIN Malang.
- Candamono, F., Patrizia, F., Fortunato, C., Janos, B.N dan Rosario A. 2008. Optimation of by Zeolite Y Synthesis Using Industrial Reagents Seeding Technique. Di dalam: *4th International FEZA Conference*; Italia: Elvisier B.V. Halaman: 237-240.
- Carrasco, M. T., Palomo, J. G., dan Puertas, F. 2013. Sodium Silicate Solution from Dissolution of Glass Wastes Statical Analysis. *Material De Constucssion*. 64 (314):1-14.
- Chetam, D. A. 1992. *Solid State Compound*. Oxford: Oxford University Press.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Cundy, C. S, dan Cox, P. A. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites : Precursor, Intermediates, and Reaction Mechanism. *Microporous and Mesoporous Materials*, 82: 1-78.

- Ekosse, G.E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray Diffractometry as Complementary Techniques in characterizing Clay size fraction of Kaolin. *Journal of Applied Science and Environmental Management*, 9(2): 43-48.
- Flanigen, M., Bekkum, H, E, and Jansen, J.C. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*. Amsterdam: Elsevier.
- Gates, B. C., 1992. *Catalitic Chemistry*. Singapura: John Wiley and Sons Inc.
- Georgiev, D. Bogdanov, B. Markovska, I. and Hristov, Y. 2013. A Study on the Synthesis and Structure of Zeolite NaX. *Journal Chemical Technology and Metalurgy*, 48: 168-173.
- Goldberg, A.B., Deitel, H.M., dan Deitel, P.J. 2004. *Internet & World Wide Web How to Program Third Edition*. New Jersey: Prentice Hall.
- Hay, R. L., 1966. *Zeolites and Zeolitic Reaction in Sedimentary Rock*. California: University of California.
- Hwang, C.L., dan Chandra, S. 2008. The Use of Rice Husk Ash in Concrete. *Waste Materials Used in Concrete Manufacturing*. New Jersey: Noyes Publications.
- Ismagilov, Z.R., Shikina, N.V., Mazurkova, N.A., Tsikoza, L.T., Tuzikov, F.V., Ushakov, V.A., Ishchenko, A.V., Rudina, N.A., Korneev, D.V., dan Ryabchikova, E.I. 2012. Synthesis of Nanoscale TiO₂ and Study of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The Scientific World Journal*, 498345-498359.
- Jafari, M., Kazemimoghadam, M., Nouri, A., dan Mohammadi, T. 2013. Investigation on Hydrothermal Synthesis Parameters in Preparation of Nanoparticles of LTA Zeolite with The Aid of TMAOH. *Applied Clay Science*. 97-98: 215-221.
- Johnson, E. B. G dan Arshad, E. 2014. Hydrothermally Synthesized Zeolites Based on Kaolinite: A Review. *Applied Clay Science*, 97-98: 215-221.
- Kiti, E. V. 2012. Synthesis of Zeolites and Their Application to the Desalination of Seawater. *Tesis*. Kumasi: Kwame Nkrumah University of Science and Technology Kumasi.
- Konta J., Clay, Man. 1995. Clay Raw Materials in The Service of Man. *Applied Clay Science*, 10 (4): 275-335.
- Lee, J. D. 1991. *Concise Inorganic Chemistry*. London: Chapman and Hall.

- Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C., dan Li, D. 2013. 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.
- Manurung, T.W., Sunardi., Irawati, U. 2011. Kajian Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Karakter Zeolit Sintetik dari Kaolin Lokal Kalimantan Selatan. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 5: 76-83.
- Masoudian, S.K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolit X From Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*, 8 (1) 54-60.
- Maula, F., Abdul, H., dan Subacer. 2015. Zeolit dari Sekam Padi sebagai Absorban Karbon Monoksida Kendaraan Bermotor. *Jurnal Sains dan Pendidikan Fisika*, 11 (3): 259-265.
- Nata, A. 2002. *Tafsir Ayat-ayat Pendidikan*, Terjemah Tafsir al-Ayah al-Tarbawiy. Jakarta: Raja Grafindo Persada.
- Nugraha dan Umi. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Material Komposit Kaolin-ZVI (Zero Valent Iron) serta Uji Aplikasinya sebagai Adsorben Kation Cr (VI). *Kimia Valensi*, 3 (1): 59-70.
- Panek, R., Wdowin, M., dan Franus, W. 2014. *The Use of Scanning Electron Microscopy to Identify Zeolite Minerals*. Poland: Springer International Publishing Switzerland.
- 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, 77–83.
- Qiang, L, Zhang, Y., Chao, Z., Gao, W. Dan Cui L. 2010. Influence Of Synthesis Parameters on Cristallinity And Si/Al Ratio Of NaY Zeolite Synthesized From Kaolin. *Petroleum Science*, 7: 403-409.
- Qiang, L., Yimg, Z., Zhijun, C., Wei, G., dan Lishan, C. 2010. Influence of Synthesis Parameters on The Crystallinity and Si/Al ratio of NaY Zeolite Synthetized From Kaolin. *Petroleum Science*, 7: 403-407.
- Rahayu, E.S., Subagjo, Tjokorde, W., dan Melia, L.G. 2018. Sintesis Zeolit Y Dari Kaolin Terbenefisiasi. *Jurnal Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung*.

- Rios, C. A., Williams, C. D., dan Maple, M. J. 2007. Synthesis Zeolites and Zeotype by Hydrothermal Transformation of Kaolinite and Metakaolinite. *Bistua*, 5: 15-26.
- 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.
- Sari, I. W., Muhsin dan Hesti W. 2016. Pengaruh Metode Aktivasi Pada Kemampuan Kaolin Sebagai Adsorben Besi (Fe) Air Sumur Garuda. *Konversi*, 5 (2): 1-5.
- Schubert, U., dan Housing, E. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of German: Wiley-VCH.
- Shihab, M.Q. 2009. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sljvic, M., Smicikles, I., Pejanovic, L., dan Plecas, I. 2009. Comparative Study of Cu^{2+} Adsorption in a Zeolite, a Clay, and Diatomite from Serbia. *Applied Clay Science*. 23: 601-614.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.
- Subagjo, Rahayu, S.R., Samadhi, T.W., dan Gunawan, M.L. 2015. Synthesis of NaY Zeolite Using Mixed Calcined Kaolins. *Journal Engineering Technology Science*, 47 (6): 633-639.
- Sugiarti, M. 2012. Sintesis Hidrotermal dan Karakterisasi Titanium Dioksida (TiO_2). *Skripsi*. Bogor: Institut Teknologi Bogor.
- Svehla. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima Bagian Satu*. Buku Text. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Szostak, R. 1989. Molecular Sieves Principles Of Synthesis And Identification. *Van Nostrand Reinhold Catalysis Series*, Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Thammavong, S. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Thesis*. Laos: Suranaree University of Technology.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Amsterdam: Elseiver.
- Trivana, L., Sri, S., dan Eti, R. 2015. Sintesis Zeolit dan Komposit Zeolit/ TiO_2 dari Kaolin serta Uji Adsorpsi-Fotodegerasi Biru Metilena. *Jurnal Penelitian Kimia*, 11 (2): 147-162.

- Trochez, J.J., R, Mejía de Gutiérreza., J, Riveraa., dan S, A. Bernalb. Synthesis of Geopolymer from Spent FCC: Effect of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ and $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ Molar Ratios. *Materiales de Construcción*. 65 : 1-11.
- Varga, G. 2007. The Structures of Kaolinite and Metakaolinite. *Journal of Silicate Based and Composite Materials*, 1 (59): 6-9.
- 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.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y. and Meng, C. 2013. Synthesis Of Zeolite X From Lowgrade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 88: 1350-1357.
- Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur Kristalin Hematit yang Disubstitusi Ion Mangan dan Ion Titanium. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.
- Zahro', A. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu Variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode Sol-Gel Hidrotermal. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Zhang, X., Yang, S., Tang, D., dan Yang, R. 2013. Synthesis of NaX Zeolite: Influence of Crystallization Time, Temperatur and Bacth Molar Ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ on The Particulate Properties of Zeolite Crystals. *Powder Technology*, 235: 322-328.

LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja

1. Preparasi Kaolin

Kaolin

- dihaluskan dan diayak dengan ayakan 200 mesh
- dicuci dengan akuades dengan rasio *solid liquid* 1:2 (b/v)
- dicuci dengan asam klorida (HCl) 1 M dengan rasio 1:1(b/v)
- diaduk dengan stirrer selama 1 jam
- dicuci dan disaring dengan akuades hingga pH filtrat 7
- dikeringkan pada suhu 100°C
- dikarakterisasi dengan XRF, XRD, FTIR dan SEM

Hasil

2. Pre-treatment kaolin dengan alkali fusi

Kaolin

NaOH

- diambil 5 gram kaolin
- diambil 10 gram
- dicampur
- digerus selama 30 menit
- dikalsinasi pada suhu 600°C selama 1 jam
- dikarakterisasi dengan XRD, XRF, FTIR dan SEM

Hasil

3. Sintesis Zeolit Faujasit

Metakaolin

- diambil 2,93 gram produk hasil alkali fusi
- ditambahkan perkusor dengan jumlah seperti yang ditampilkan pada Tabel 3.2
- diaduk dengan *magnetic stirrer*
- dilakukan pemeraman selama 10 hari
- dilakukan kristalisasi hidrotermal pada 100°C selama 2 jam
- dilakukan penyaringan dan pencucian dengan akuades sampai pH filtrat 9-10
- dikeringkan dalam oven pada 100°C selama 2 jam
- dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

1. Rasio molar Si/Al kaolin

$$\text{Rasio Si/Al} = 5,45$$

$$\begin{aligned} \text{Hasil XRF metakaolin : Si} &= 28,7 \% \\ &= 3,6 \% \end{aligned}$$

2. Sintesis metakaolin

a. Massa kaolin

$$\text{Kaolin yang diperlukan} = 5 \text{ gram}$$

b. Massa NaOH yang ditambahkan

$$\text{NaOH/kaolin (b/b)} = 2$$

$$\text{NaOH} = 2 \times 5 = 10 \text{ gram}$$

3. Sintesis zeolit faujasit

$$3 \text{ SiO}_2 : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 0,002 \text{ Na}_2\text{O} : 180,6 \text{ H}_2\text{O} \text{ (tanpa penambahan NaOH)}$$

$$3 \text{ SiO}_2 : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 1,0 \text{ Na}_2\text{O} : 180,6 \text{ H}_2\text{O} \text{ (dengan penambahan NaOH)}$$

a. SiO₂

$$3 \text{ mol SiO}_2 = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$$

$$\text{Gram} = 3 \text{ mol} \times 60,082 \text{ gram/mol} = 180,25 \text{ gram}$$

$$\text{Gram Si} = \frac{\text{Ar Si}}{\text{Mr SiO}_2} \times 180,25 \text{ gram}$$

$$= \frac{28,082}{60,082} \times 180,25 \text{ gram} = 84,25 \text{ gram}$$

$$\text{Metakaolin yang dibutuhkan} = \frac{100 \%}{28,7 \%} \times 84,25 \text{ gram}$$

$$= 293,55 \left(\frac{1}{100}\right) = 2,93 \text{ gram}$$

b. Al_2O_3

Berat Al_2O_3 dalam kaolin

$$\text{Berat Al} = \frac{3,6\%}{100\%} \times 2,93 \text{ gram}$$

$$= 0,105 \text{ gram}$$

$$\text{Berat Al}_2\text{O}_3 = \frac{\text{Mr Al}_2\text{O}_3}{\text{Ar Al}} \times 0,105 \text{ gram}$$

$$= \frac{101,964}{53,96} \times 0,105 \text{ gram}$$

$$= 0,2 \text{ gram}$$

Berat Al_2O_3 yang dibutuhkan

$$\text{➤ SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1,5) = \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3$$

$$= 6 \text{ mol} \times 101,964 \text{ gram/mol} = 611,78 \text{ gram}$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang ditambahkan} = \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang dibutuhkan} - \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ dalam kaolin}$$

$$= 611,78 \text{ gram} - 0,2 \text{ gram}$$

$$= 611,58 (1/100) = 6,11 \text{ gram}$$

$$\text{➤ SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (3,0) = \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3$$

$$= 3 \text{ mol} \times 101,964 \text{ gram/mol} = 305,89 \text{ gram}$$

$$\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang ditambahkan} = \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang dibutuhkan} - \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ dalam kaolin}$$

$$= 305,89 \text{ gram} - 0,2 \text{ gram}$$

$$= 305,69 (1/100) = 3,06 \text{ gram}$$

$$\text{➤ SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (6,0) = \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3$$

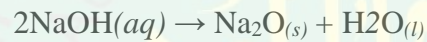
$$= 1,5 \text{ mol} \times 101,964 \text{ gram/mol} = 152,95 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang ditambahkan} &= \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang dibutuhkan} - \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ dalam kaolin} \\
 &= 152,95 \text{ gram} - 0,2 \text{ gram} \\
 &= 152,75 (1/100) = 1,52 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{➤ SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (9,0) &= \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr Al}_2\text{O}_3 \\
 &= 1 \text{ mol} \times 101,964 \text{ gram/mol} = 101,96 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang ditambahkan} &= \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ yang dibutuhkan} - \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ dalam kaolin} \\
 &= 101,96 \text{ gram} - 0,2 \text{ gram} \\
 &= 101,76 (1/100) = 1,01 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

c. NaOH (sintesis dengan penambahan NaOH)



$$\begin{aligned}
 \text{Gram Na} &= \frac{19\%}{100\%} \times 2,93 \text{ gram} \\
 &= 0,56 \text{ gram}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Gram NaO}_2 &= \frac{\text{Mr NaO}_2}{\text{Ar Na}} \\
 &= \frac{62 \text{ gram}}{23 \text{ gr/mol}} \times 0,56 \\
 &= 1,51
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol NaO}_2 &= \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \\
 &= \frac{1,51 \text{ gram}}{62 \text{ gr/mol}} \\
 &= 0,02
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol NaO}_2 \text{ yang dibutuhkan} &= 1 \text{ mol} - 0,02 \text{ mol} \\
 &= 0,98
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Mol NaOH} &= 2 \times \text{mol NaO}_2 \\
 &= 2 \times 0,98
 \end{aligned}$$

$$= 1,96$$

$$\text{Gram NaOH} = 1,96 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol}$$

$$= 78,40 \text{ gram}$$

$$\text{NaOH } 99 \% = \frac{100 \%}{99 \%} \times 78,4 \text{ gram}$$

$$= 79,19 (1/100) = 0,79 \text{ gram}$$

d. H₂O

$$180,6 \text{ mol H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$$

$$\text{Gram} = \text{mol} \times 18 \text{ gram/mol} = 3250,8 \text{ gram}$$

$$\text{- Massa air dalam Al}_2\text{O}_3 = \frac{1 \%}{100 \%} \times 6,109 \text{ gram}$$

$$= 0,06 \text{ gram}$$

$$\text{H}_2\text{O yang ditambahkan} = \text{H}_2\text{O yang ditambahkan} - \text{H}_2\text{O dalam Al}_2\text{O}_3$$

$$= 3250,8 - 0,06$$

$$= 3250,7 (1/100)$$

$$= 3250,7 \text{ gram} = 32,50 \text{ mL}$$

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

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

Konsentrasi HCl dalam Molar :

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

$$\rho = 1,19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}}$$

$$\frac{100 \text{ gram}}{1,19 \text{ gram}} = \frac{x}{1 \text{ mL}}$$

$$100 \text{ gram} = 1,19 \frac{\text{gram}}{\text{mL}} \times x$$

$$x = \frac{100 \text{ g}}{1,19 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} = 84,03 \text{ mL} = 0,08403 \text{ L}$$

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

$$n = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} = \frac{37 \text{ gram}}{36,5 \frac{\text{gram}}{\text{mol}}} = 1,01 \text{ mol}$$

$$M = \frac{1,01 \text{ mol}}{0,08403 \text{ L}} = 12,063 \text{ M}$$

Pengenceran HCl: $M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

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

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

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



Lampiran 4. Data Karakterisasi XRF

1. Hasil karakterisasi XRF kaolin alam Blitar

25-feb-2019 11:33:47

Sample results

Page 1

Sample ident	
E 223	

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	25-feb-2019 11:22:40
Position	6

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Cu	Zn	Sr	Ba	Eu
Conc	7,5	41,0	4,22	29,2	1,2	0,04	0,052	1,63	13,8	0,12	0,02	0,68	0,1	0,2
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Re
Conc	0,2
Unit	%

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

25-feb-2019 11:34:15

Sample results

Page 1

Sample ident	
E 224	

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	25-feb-2019 11:24:41
Position	7

Compound	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Sr	Eu
Conc	7,9	51,6	4,75	15,3	1,32	0,05	0,057	1,99	15,8	0,04	0,12	0,03	0,61	0,2
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Yb	Re
Conc	0,06	0,2
Unit	%	%

3. Hasil karakterisasi XRF setelah alkali fusi

18-apr-2019 13:28:40

Sample results

Page 1

Sample ident	
E 443	

Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	18-apr-2019 10:11:04
Position	1

Compound	Al	Si	P	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Sr	Ba	Eu	Yb
Conc	3,6	28,7	2,2	4,56	18,7	1,8	0,1	0,32	3,2	32,2	0,3	0,70	2,3	0,4	0,3	0,6
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

4. Hasil karakterisasi XRF Helium setelah alkali fusi

29-apr-2019 10:21:33

Sample results

Page 1

Sample ident	
E 443	HELIUM

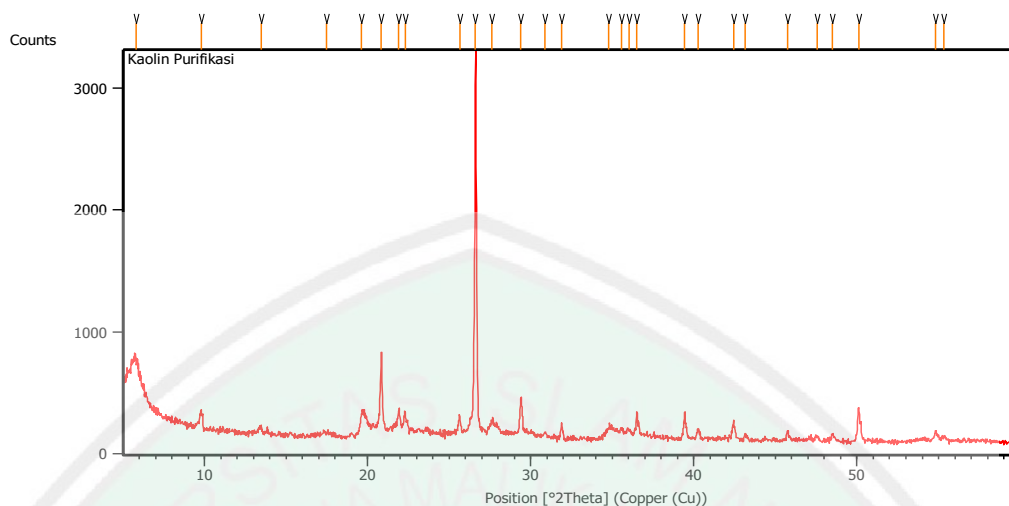
Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	29-apr-2019 08:43:21
Position	5

Compound	Na	Si	P	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Br	Zr	Ba
Conc	19	21,3	1,4	3,39	15,7	1,2	1,1	3,0	21	4,8	0,5	7,9
Unit	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%



Lampiran 5. Data Karakterisasi XRD

1. Hasil XRD kaolin alam Blitar

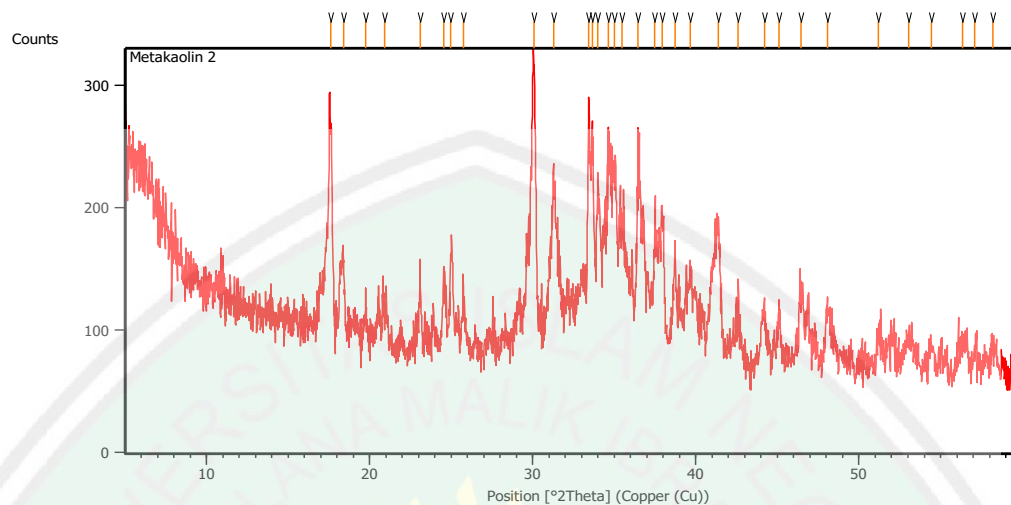


Peak List: (*Bookmark 3*)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.8030	473.26	0.4015	15.23008	15.00
9.7811	147.21	0.1004	9.04297	4.67
13.4696	68.28	0.2007	6.57384	2.16
17.4941	27.35	0.8029	5.06955	0.87
19.6247	179.10	0.2342	4.52370	5.68
20.8383	674.18	0.0836	4.26290	21.37
21.9135	173.35	0.1004	4.05611	5.49
22.2893	168.66	0.0836	3.98856	5.35
25.6383	153.28	0.0836	3.47465	4.86
26.6104	3154.93	0.1004	3.34989	100.00
27.6239	113.15	0.2007	3.22924	3.59
29.3933	323.90	0.0669	3.03876	10.27
30.8660	46.24	0.1338	2.89704	1.47
31.8764	119.34	0.0669	2.80749	3.78
34.7945	98.18	0.3346	2.57843	3.11
35.5551	87.46	0.1673	2.52499	2.77
36.0046	77.87	0.2007	2.49449	2.47
36.5135	229.95	0.0669	2.46089	7.29
39.4318	225.31	0.0836	2.28523	7.14
40.2373	86.79	0.2007	2.24132	2.75
42.4453	128.79	0.1673	2.12970	4.08
43.1424	57.93	0.1338	2.09689	1.84
45.7625	85.41	0.1004	1.98275	2.71
47.5487	43.31	0.2007	1.91235	1.37
48.4981	67.38	0.1004	1.87711	2.14
50.1042	282.44	0.1004	1.82064	8.95
54.8233	74.17	0.1004	1.67457	2.35

55.3302	33.97	0.2007	1.66042	1.08
---------	-------	--------	---------	------

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

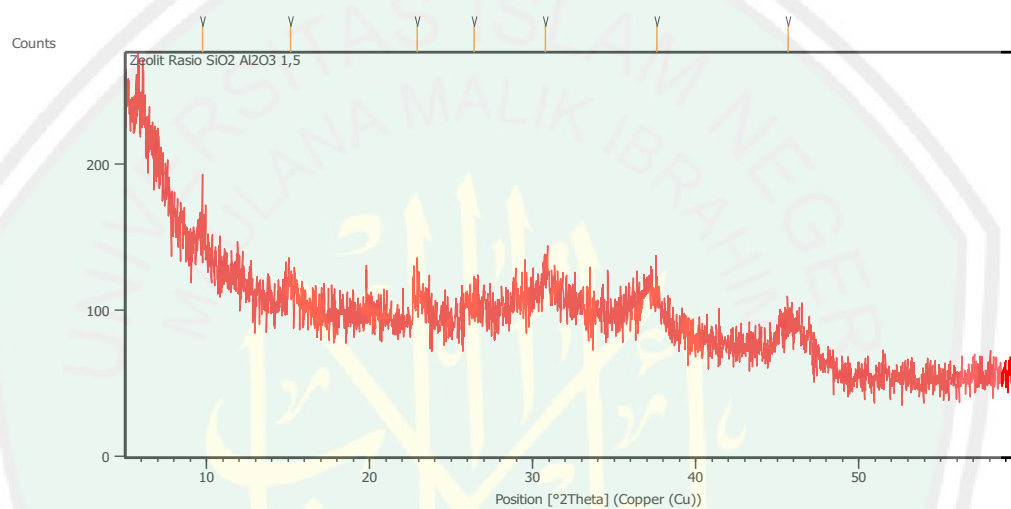


Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
17.5945	170.20	0.1673	5.04083	76.16
18.3799	64.78	0.1338	4.82716	28.99
19.7357	21.25	0.2007	4.49850	9.51
20.9323	29.01	0.2007	4.24397	12.98
23.1056	62.10	0.1338	3.84948	27.79
24.5471	52.01	0.1673	3.62659	23.27
24.9739	79.19	0.1171	3.56557	35.44
25.7491	43.72	0.1673	3.45995	19.57
30.0630	223.48	0.1506	2.97257	100.00
31.2724	141.64	0.1338	2.86032	63.38
33.4338	204.32	0.0669	2.68019	91.43
33.6631	167.57	0.1004	2.66245	74.98
33.9862	135.15	0.1171	2.63788	60.48
34.6458	163.62	0.1338	2.58916	73.22
35.0129	143.19	0.1338	2.56284	64.07
35.4673	99.14	0.2676	2.53104	44.36
36.4633	159.22	0.1673	2.46416	71.25
37.4755	100.89	0.1004	2.39990	45.15
37.9482	113.41	0.1673	2.37109	50.75
38.7126	88.26	0.1338	2.32601	39.50
39.6639	62.97	0.5353	2.27239	28.18
41.3619	112.75	0.3680	2.18295	50.45
42.6058	62.34	0.0612	2.12029	27.89
44.1949	45.68	0.2676	2.04937	20.44

45.1067	48.19	0.1338	2.01004	21.56
46.4510	56.53	0.2007	1.95495	25.30
48.0693	44.85	0.2676	1.89285	20.07
51.2032	25.19	0.2676	1.78412	11.27
53.0502	25.37	0.5353	1.72628	11.35
54.4293	20.82	0.2676	1.68575	9.32
56.3609	22.97	0.5353	1.63248	10.28
57.1032	19.25	0.2676	1.61301	8.62
58.2108	23.09	0.3346	1.58493	10.33

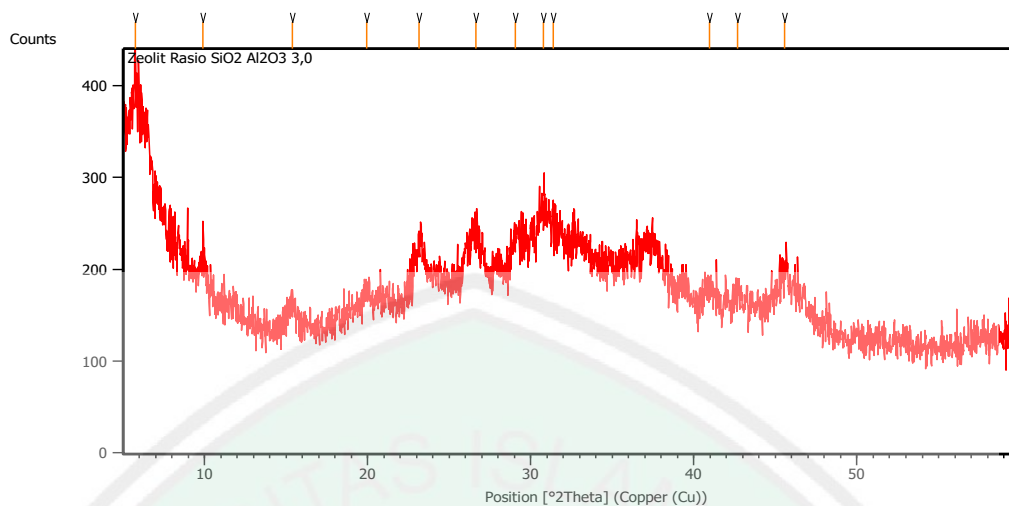
3. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 tanpa penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
9.7341	20.14	0.4015	9.08650	29.05
15.1544	13.66	0.8029	5.84656	19.71
22.9165	21.65	0.5353	3.88081	31.23
26.4164	12.80	0.8029	3.37405	18.47
30.7668	17.48	0.8029	2.90616	25.22
37.5888	54.82	0.0900	2.39095	79.08
45.6571	69.32	0.0900	1.98543	100.00

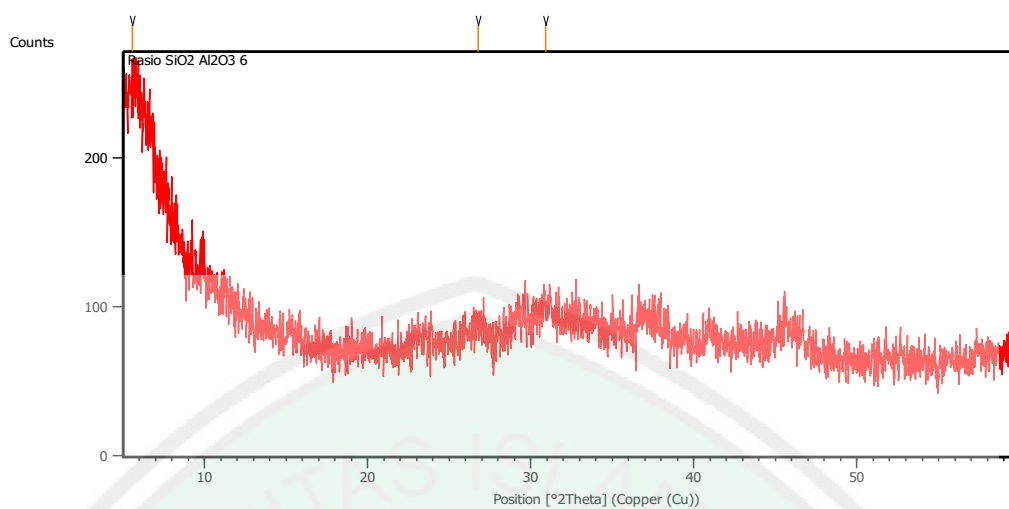
4. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 tanpa penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.7492	145.53	0.4015	15.37253	100.00
9.9071	26.99	0.4015	8.92828	18.54
15.3953	28.85	0.5353	5.75560	19.82
19.9313	20.54	0.4015	4.45479	14.12
23.1557	52.18	0.6691	3.84126	35.85
26.6449	45.54	0.5353	3.34562	31.29
29.0531	31.74	0.5353	3.07356	21.81
30.7638	50.43	0.5353	2.90643	34.66
31.3707	55.54	0.1004	2.85158	38.16
40.9700	16.25	0.8029	2.20291	11.16
42.6592	18.98	0.4015	2.11952	13.04
45.5445	38.41	0.4015	1.99173	26.40

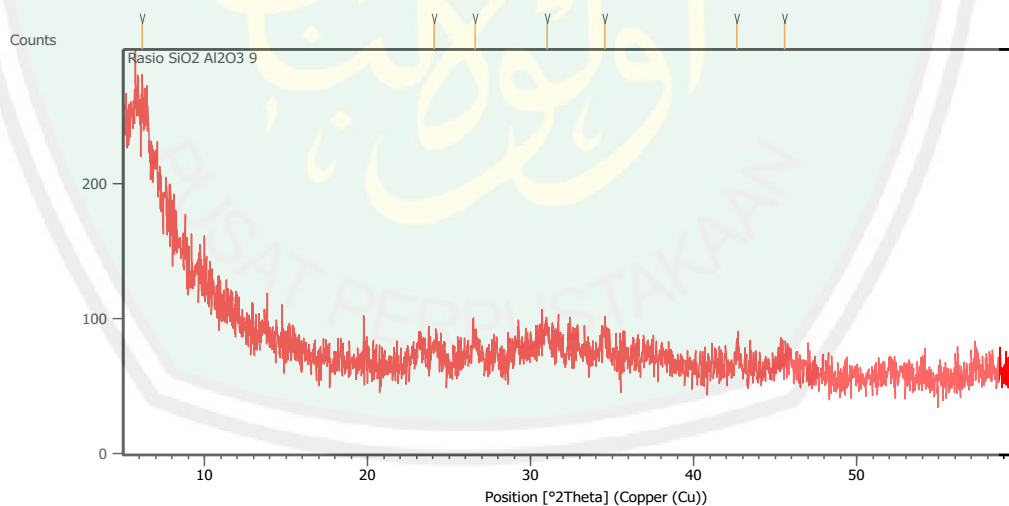
5. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 tanpa penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.5636	47.62	0.8029	15.88490	100.00
26.7666	12.17	0.8029	3.33070	25.56
30.9340	9.50	0.8029	2.89083	19.96

6. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 9,0 tanpa penambahan NaOH

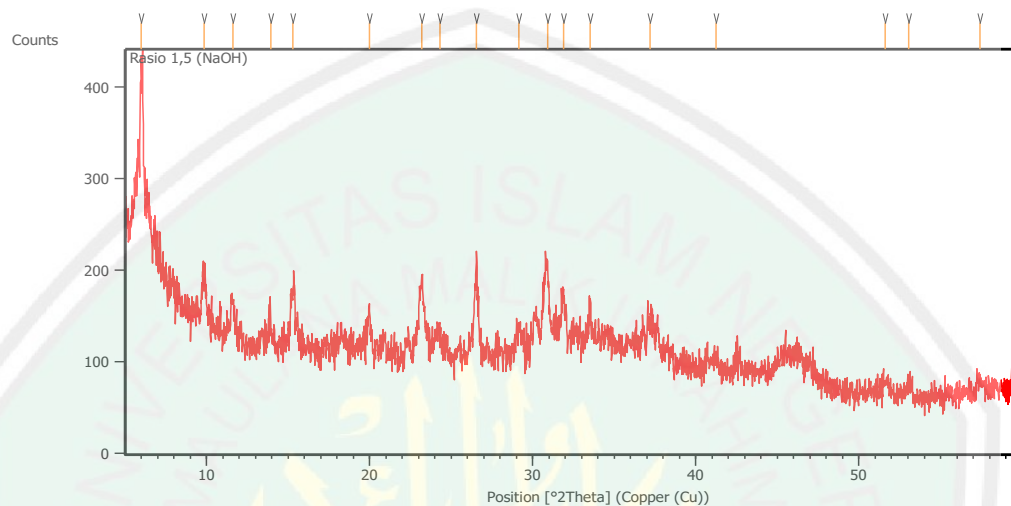


Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1526	66.27	0.8029	14.36549	100.00
24.0953	12.91	0.6691	3.69355	19.48
26.5803	18.36	0.4015	3.35362	27.70

30.9857	12.73	0.8029	2.88612	19.20
34.5328	16.14	0.5353	2.59736	24.36
42.6341	13.43	0.2676	2.12071	20.26
45.5435	7.47	0.8029	1.99177	11.27

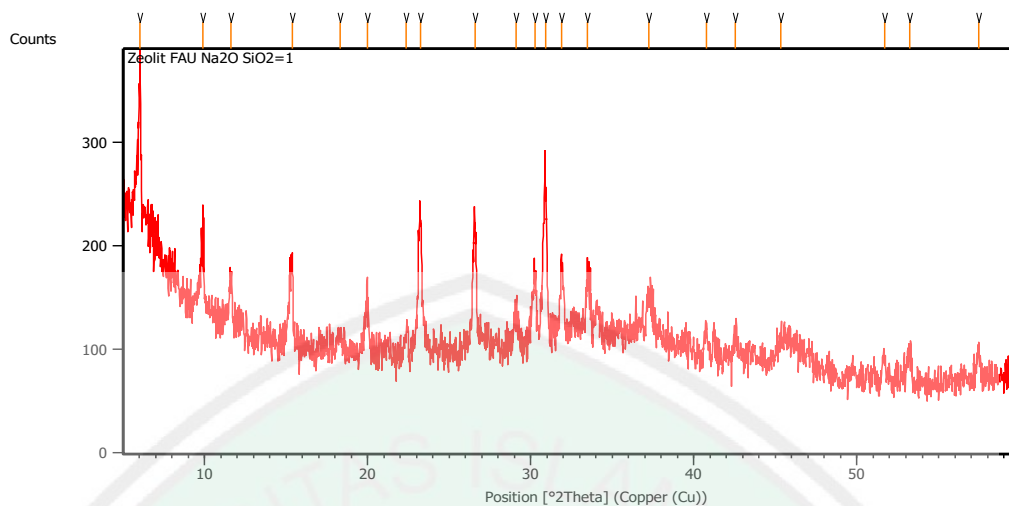
7. Hasil XRD zeolit faujasit rasio SiO₂/Al₂O₃ 1,5 dengan penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.0098	225.80	0.1338	14.70654	100.00
9.8347	51.33	0.2007	8.99380	22.73
11.5987	39.56	0.2007	7.62963	17.52
13.9366	21.48	0.8029	6.35455	9.51
15.2791	62.24	0.2007	5.79911	27.57
19.9696	42.12	0.2676	4.44635	18.65
23.2019	85.13	0.2342	3.83370	37.70
24.2943	26.12	0.3346	3.66375	11.57
26.5237	101.29	0.2007	3.36064	44.86
29.1416	25.19	0.3346	3.06442	11.16
30.9031	93.82	0.2342	2.89366	41.55
31.9017	54.63	0.2676	2.80532	24.19
33.5119	30.36	0.4015	2.67412	13.45
37.1748	34.77	0.2676	2.41862	15.40
41.2481	13.88	0.6691	2.18871	6.15
51.6245	12.59	0.4015	1.77054	5.57
53.0692	14.45	0.4015	1.72570	6.40
57.4378	11.97	0.4015	1.60440	5.30

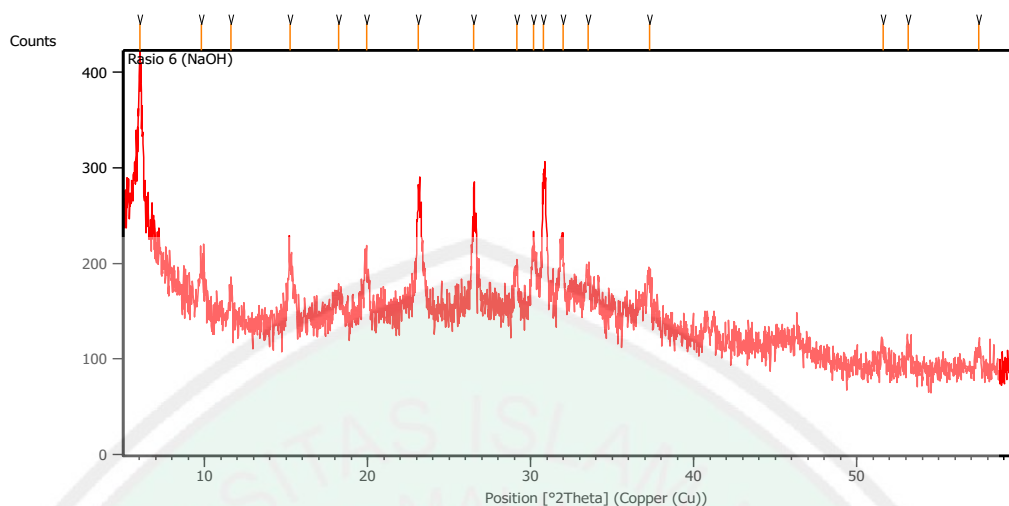
8. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 dengan penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.0410	193.83	0.0502	14.63057	100.00
9.8734	73.24	0.1673	8.95865	37.78
11.6276	46.00	0.1673	7.61074	23.73
15.3576	83.30	0.2342	5.76964	42.98
18.3186	15.62	0.4015	4.84319	8.06
19.9857	46.07	0.1338	4.44280	23.77
22.3627	23.30	0.2007	3.97565	12.02
23.2379	130.24	0.2007	3.82786	67.19
26.5889	117.96	0.1673	3.35255	60.86
29.0917	31.93	0.2676	3.06957	16.48
30.2630	64.37	0.2007	2.95339	33.21
30.8980	155.93	0.2007	2.89412	80.45
31.8974	73.33	0.2007	2.80569	37.83
33.4893	58.87	0.2342	2.67587	30.37
37.2268	41.06	0.2676	2.41536	21.18
40.7685	29.14	0.2007	2.21334	15.03
42.5480	21.93	0.2007	2.12480	11.31
45.3149	17.82	0.8029	2.00129	9.20
51.6896	21.08	0.2007	1.76847	10.87
53.2134	27.42	0.2676	1.72137	14.15
57.4677	24.12	0.2676	1.60364	12.44

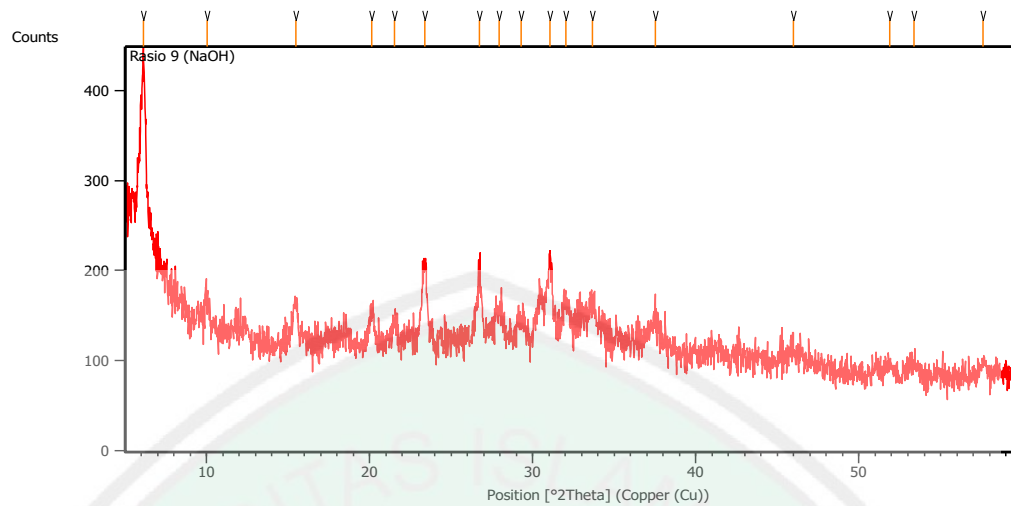
9. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 dengan penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.0400	200.57	0.1673	14.63303	100.00
9.7897	43.02	0.2676	9.03502	21.45
11.5941	29.56	0.2007	7.63265	14.74
15.2474	64.05	0.2007	5.81110	31.93
18.1950	21.31	0.5353	4.87579	10.62
19.9369	46.87	0.2676	4.45356	23.37
23.1008	124.44	0.1673	3.85025	62.04
26.5049	114.06	0.2342	3.36298	56.86
29.1414	48.60	0.2007	3.06445	24.23
30.1659	73.88	0.1673	2.96266	36.83
30.7743	134.36	0.2676	2.90547	66.99
31.9669	72.78	0.2007	2.79975	36.29
33.5025	41.74	0.2007	2.67485	20.81
37.2628	43.85	0.2007	2.41311	21.86
51.5887	19.60	0.2007	1.77169	9.77
53.1599	24.22	0.2007	1.72297	12.08
57.4689	24.00	0.2007	1.60361	11.97

10. Hasil XRD zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 9,0 dengan penambahan NaOH



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.1305	250.57	0.2007	14.41735	100.00
10.0160	32.47	0.2007	8.83144	12.96
15.4724	47.43	0.2676	5.72710	18.93
20.1381	36.38	0.2676	4.40951	14.52
21.4986	20.95	0.4015	4.13345	8.36
23.3670	88.93	0.2676	3.80699	35.49
26.7388	80.58	0.2007	3.33410	32.16
27.9452	32.76	0.4015	3.19284	13.08
29.3043	24.47	0.4015	3.04778	9.77
31.0344	95.99	0.2007	2.88171	38.31
32.0112	41.98	0.4015	2.79597	16.75
33.6506	40.78	0.4015	2.66341	16.27
37.5093	32.84	0.4015	2.39781	13.10
45.9822	15.32	0.8029	1.97379	6.11
51.9009	15.83	0.4684	1.76176	6.32
53.3786	15.47	0.8029	1.71643	6.17
57.6106	13.78	0.8029	1.60000	5.50

Lampiran 6. Data Standar XRD Zeolit

1. Zeolit NaX

Crystal Data

Space group: F d -3 (# 227) Setting 2
Cell parameters: a = 25.099 Å b = 25.099Å c = 25.099 Å
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

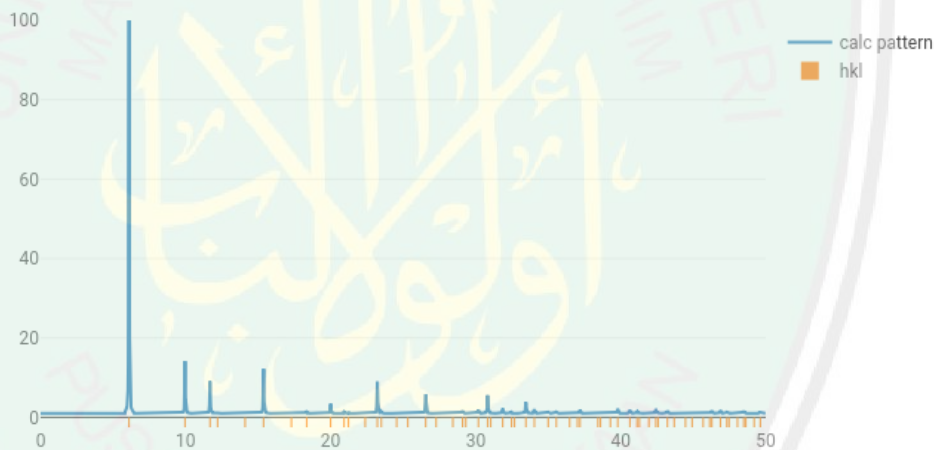
Refinement: X-ray single crystal refinement, R=0.046

Comment: second origin choice in IT

Reference: Olson, D.H.
Zeolites, 15, 439-443 (1995)

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



2. Zeolit Sodalit

SOD

Sodalite Octahydrate

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: $P\bar{4}3n$ (No. 218)

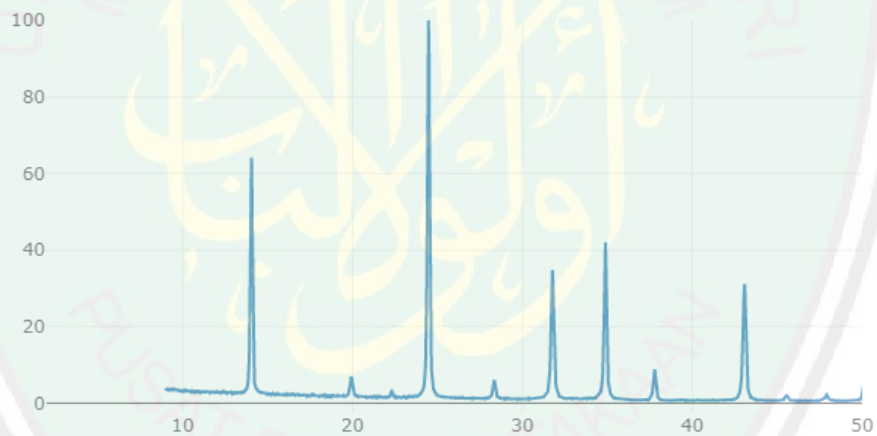
$a = 8.848 \text{ \AA}$ $b = 8.848 \text{ \AA}$ $c = 8.848 \text{ \AA}$

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

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

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								



3. Zeolit Y

Crystal Data

Space group: F d -3 m (# 227) Setting 2
Cell parameters: a = 24.2576 Å b = 24.2576 Å c = 24.2576 Å
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

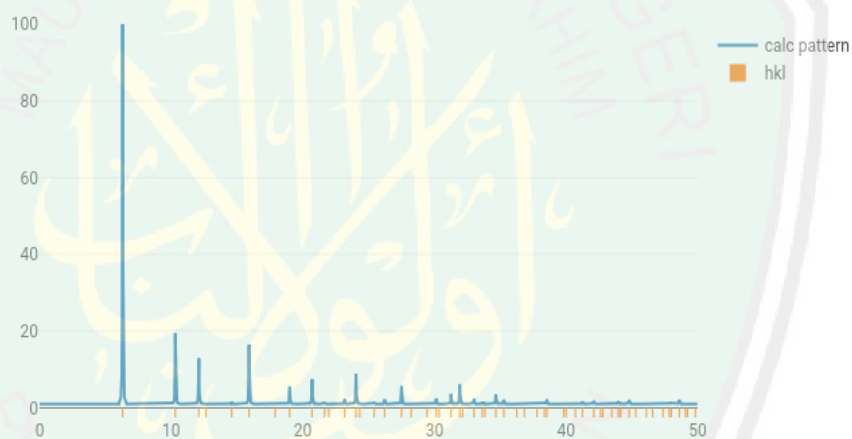
Refinement: Neutron Rietveld refinement, $R_{\text{exp}}=0.022$, $R_{\text{wp}}=0.031$

Comment: second origin choice in IT

Reference: Hriljac, J.J., Eddy, M.M., Cheetham, A.K., Donohue, J.A. and Ray, G.J.
J. Solid State Chem., **106**, 66-72 (1993)

Atomic Coordinates:

Atom	Form Factor	x	y	z	PP	B(iso)
Si	Si	-0.05392	0.1253	0.03589	0.98	0.37
O1	O	0	-0.10623	0.10623	1	1.16
O2	O	-0.00323	-0.00323	0.14066	1	1.42
O3	O	0.0757	0.0757	-0.03577	1	1.33
O4	O	0.07063	0.07063	0.32115	1	0.74



4. Zeolit P

Crystal Data

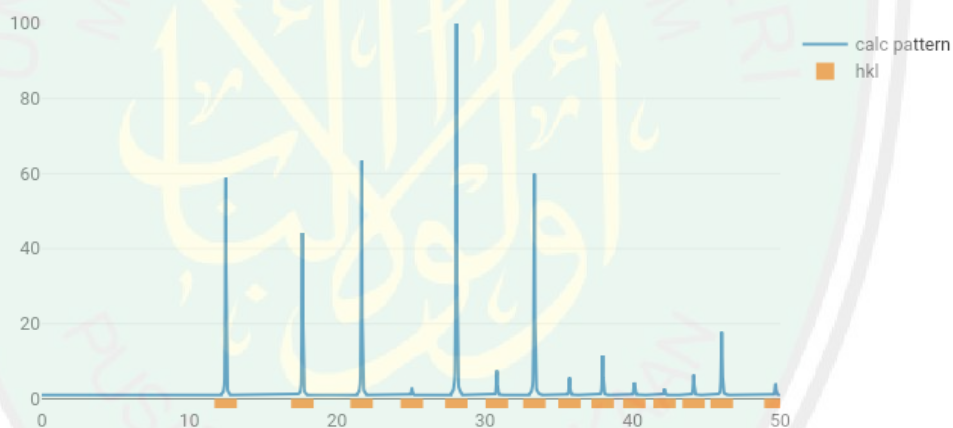
Space group: I-4 (# 141)
Cell parameters: $a = 10.043 \text{ \AA}$ $b = 10.043 \text{ \AA}$ $c = 10.043 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$

Refinement: X-ray twinned crystal refinement, $R=0.05$

Reference: Baerlocher, Ch. and Meier, W.M.
Z. Kristallogr., **135**, 339-354 (1972)

Atomic Coordinates:

Atom	Form Factor	x	y	z	PP	B(iso)
NA4	Na	0.014	0.1895	0.494	0.32	4.4
NA5	Na	0.359	0.0825	0.221	0.42	4
SI1	Si	0.1438	0.1692	-0.0181	0.62	1.1
SI2	Si	0.1683	0.3579	0.2329	0.62	0.9
AL1	Al	0.1438	0.1692	-0.0181	0.38	1.1
AL2	Al	0.1683	0.3579	0.2329	0.38	0.9
O1	O	0.189	0.0215	0.041	1	0.5
O2	O	0.1885	0.2895	0.088	1	1.3
O3	O	0.009	0.346	0.2985	1	2.5
O4	O	0.283	0.2845	0.33	1	2.8
H2O1	O2-(H2O)	0	0	0.325	0.42	5.9
H2O2	O2-(H2O)	0.2195	0.024	0.3515	0.7	2.6
H2O3	O2-(H2O)	0.293	0.002	0.352	0.5	4



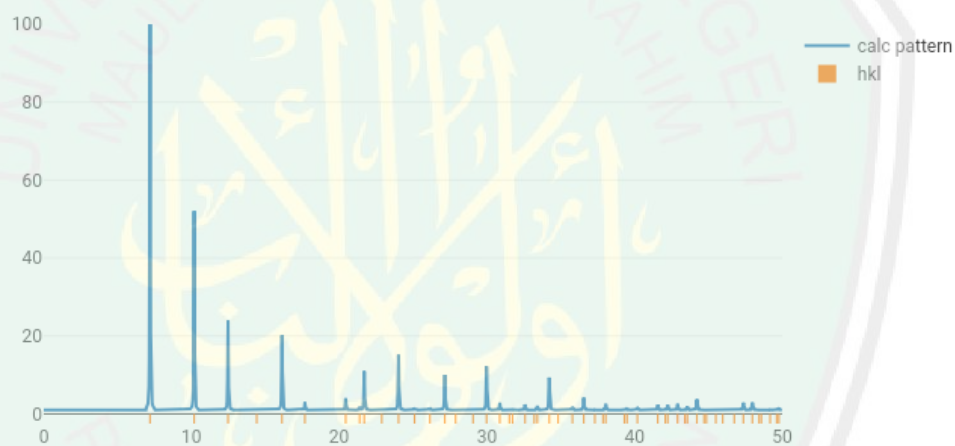
5. Zeolit A

Crystal Data

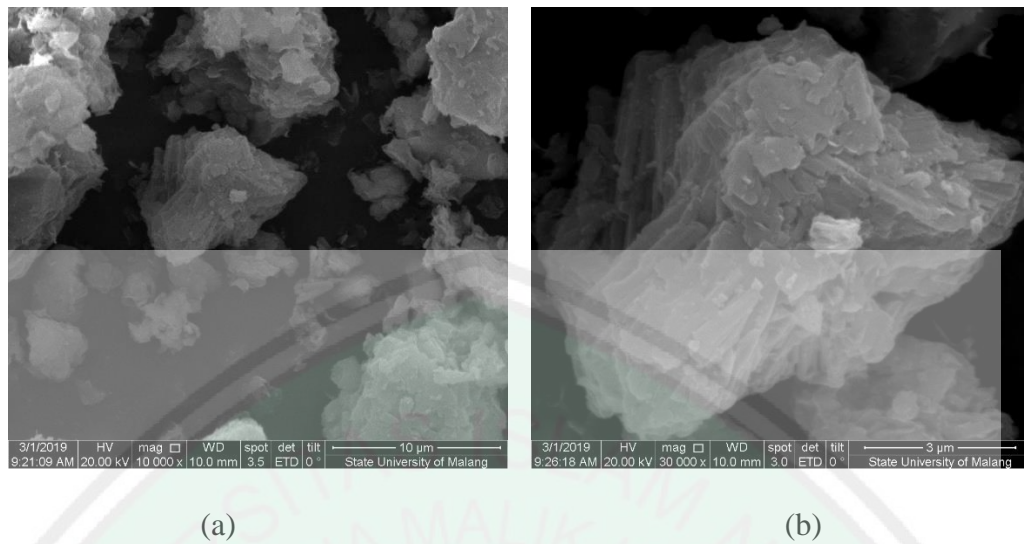
Space group:	F m -3 c	(# 221)	
Cell parameters:	a = 24.555 Å	b = 24.555 Å	c = 24.555 Å
	$\alpha = 90^\circ$	$\beta = 90^\circ$	$\gamma = 90^\circ$
Refinement:	X-ray single crystal refinement, $R_w = 0.023$		
Reference:	Pluth, J.J. and Smith, J.V. <i>J. Am. Chem. Soc.</i> , 102 , 4704-4708 (1980)		

Atomic Coordinates:

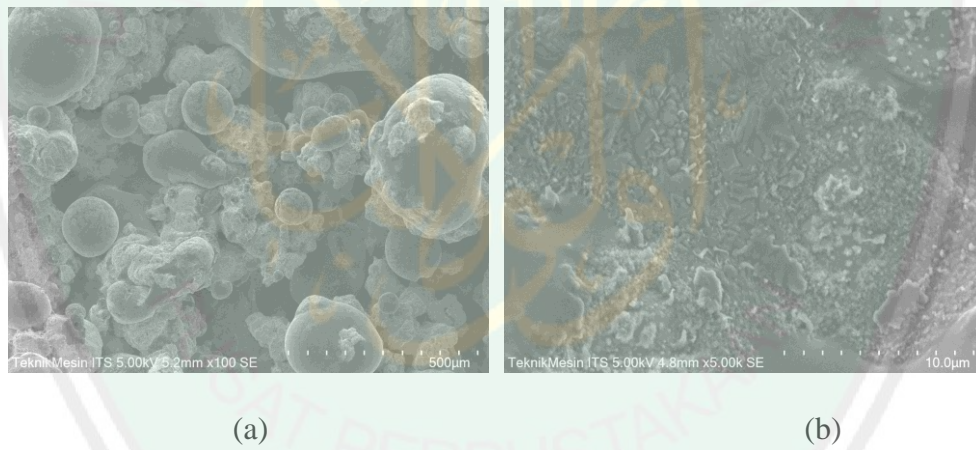
Atom	Form Factor	x	y	z	PP	B(iso)
NA1	Na	0.0996	0.0996	0.0996	0.972	3.79
NA2	Na	0	0.2165	0.2111	0.242	6.35
NA3	Na	0.25	0.106	0.106	0.066	4.34
SI1	Si	0	0.09316	0.18499	1	1.89
AL1	Al	0	0.18715	0.09042	1	1.98
O1	O	0	0.11367	0.24663	1	3.17
O2	O	0	0.14459	0.14591	1	3.68
O3	O	0.05379	0.05865	0.17152	1	2.98



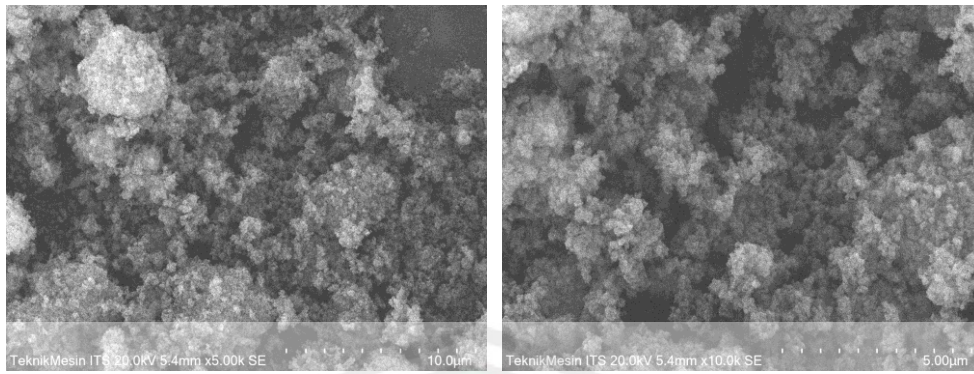
Lampiran 8. Data Karakterisasi SEM



Gambar L.7.1 Morfologi partikel kaolin alam Blitar dengan perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 30.000x



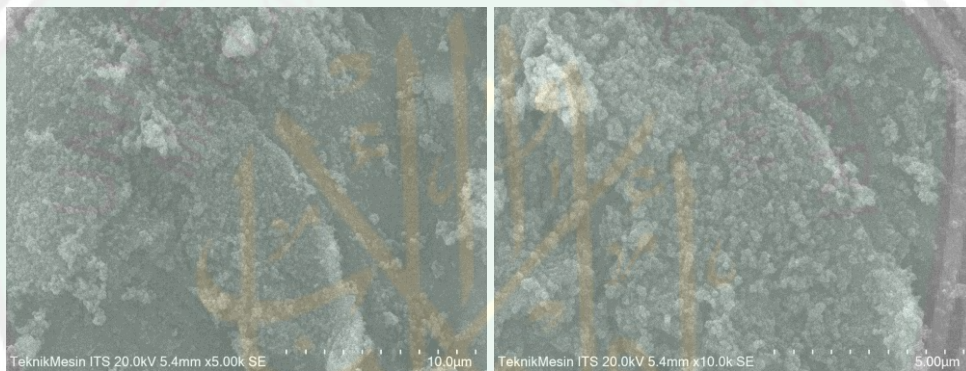
Gambar L.7.2 Morfologi partikel metakaolin dengan perbesaran: (a) 100x, dan (b) 5.000x



(a)

(b)

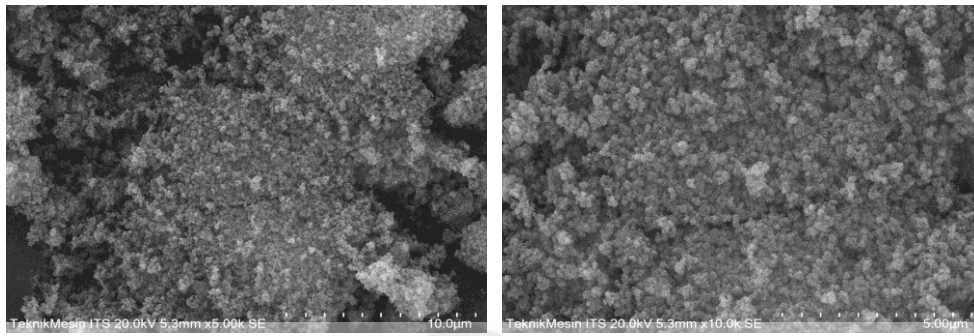
Gambar L.7.3 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 tanpa penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



(a)

(b)

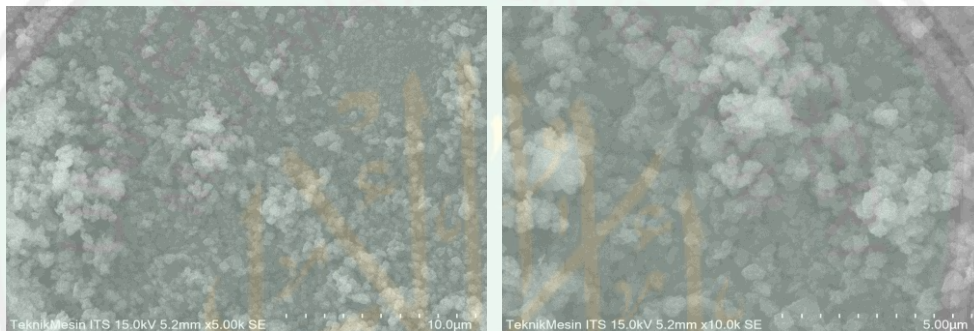
Gambar L.7.4 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 tanpa penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



(a)

(b)

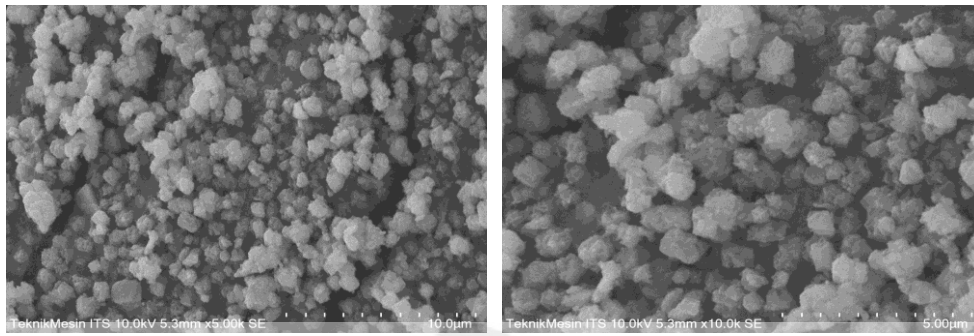
Gambar L.7.5 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 tanpa penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



(a)

(b)

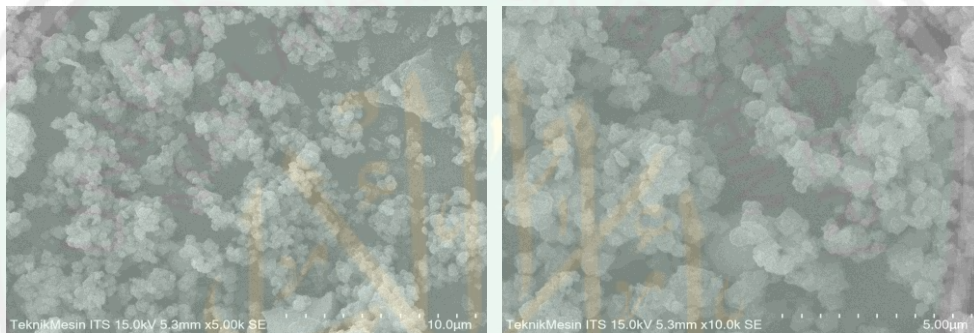
Gambar L.7.6 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



(a)

(b)

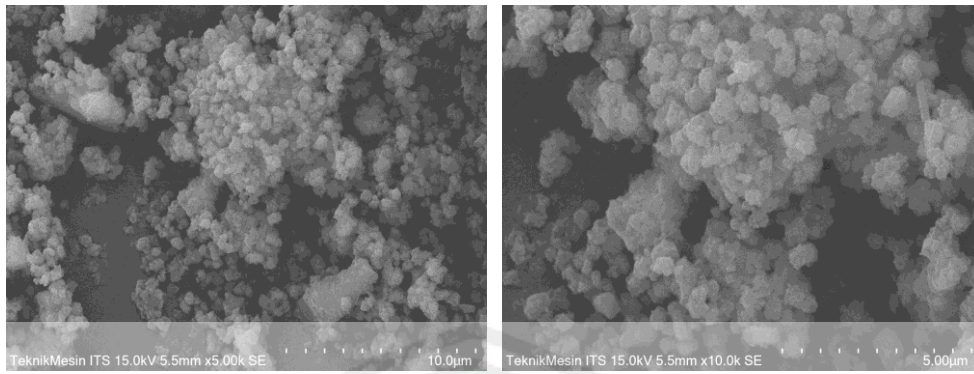
Gambar L.7.7 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



(a)

(b)

Gambar L.7.8 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6,0 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



(a)

(b)

Gambar L.7.9 Morfologi partikel zeolit faujasit rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 9,0 dengan penambahan NaOH perbesaran: (a) 5.000x, dan (b) 10.000x



Lampiran 8. Analisis Ukuran Zeolit Faujasit

1. Analisis Ukuran Kristal Zeolit Faujasit

Berikut ini contoh pengukuran ukuran kristali dengan menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

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

dengan :

D = Ukuran kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi

Jika nilai $\lambda = 0,154060$ nm; $2\theta = 6,041$; $\theta = 3,0205$; $\cos \theta = 0,99861$; dan

FWHM = 0,0502

Maka didapatkan,

Nilai β :

$$\begin{aligned} \beta &= \frac{K}{180} \times 3,14 \\ &= \frac{0,0502}{180} \times 3,14 = 0,0008757 \end{aligned}$$

Nilai D (ukuran kristal) :

$$D = \frac{0,9 \times 0,154060 \text{ nm}}{0,0008757 \times 0,99861} = 158 \text{ nm}$$