

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN
VARIASI RASIO MOL $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
ELISA RAHMADANI
NIM. 15630022



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN
VARIASI RASIO MOL $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh :
ELISA RAHMADANI
NIM. 15630022

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

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN
VARIASI RASIO MOL $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
ELISA RAHMADANI
NIM. 15630022

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal 19 Desember 2019

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI KAOLIN DENGAN
VARIASI RASIO MOL $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MENGGUNAKAN METODE
HIDROTHERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
ELISA RAHMADANI
NIM. 15630022

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima sebagai Salah Satu Persyaratan
untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal 20 Desember 2019

Penguji Utama	: Diana Chandra Dewi, M.Si NIP. 19779720 200312 2 001	
Ketua Penguji	: Vina Nurul Istighfarini, M.Si NIP. LB 63025	
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821101 200901 2 007	
Anggota Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	

Mengesahkan,
Ketua Jurusan



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Elisa Rahmadani

NIM : 15630022

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

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

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

Malang, 26 Desember 2019
Yang membuat pernyataan,



Elisa Rahmadani
NIM. 15630022

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT, Tuhan semesta alam atas ridha dan nikmat-Nya yang tak terhingga, dengan berkat ridha-Mu pula kami bisa belajar menuntut ilmu, dan dengan itu kami semakin menyadari akan kebesaran dan keagungan Mu. Shalawat serta salam terhaturkan kepada baginda Rasulullah Muhammad saw., atas segala kasih sayang dan perjuangan untuk membuka, menunjukkan jalan keselamatan bagi kami ummat-Nya. Kiranya berkenan sebuah karya tulis ini saya persembahkan kepada :

Bapak Eko Pujianto dan Ibu Ismaniar, orang tuaku tercinta yang selalu memberi dukungan dan kasih sayang yang luar biasa, yang merawat dan membesarkan dengan cinta, mendidik, menasehati dengan kasih sayang yang tiada terkira. Kakakku tercinta, Rizki Hutama Putra dan Istrinya Helly Daniah yang turut serta memberi dukungan dan doanya.

Bapak dan Ibu dosen terutama bu Susi Nurul Khalifah dan bu Suci Amalia yang penuh kesabaran mengajar, membimbing, dan membagikan ilmu pengetahuan yang mereka miliki, semoga Allah membalas segala yang mereka berikan.

Teman-teman satu perjuangan, Afifatur Riska Elendra, Rumaisha Eka Hardianti, Vita Rohmatin yang telah banyak memberi semangat, motivasi, dan saling membantu satu sama lain.

Seluruh teman-temanku Kimia A-2015, Ulya Fikrina Rosyada, Aulia Afifah, Shinta Adzani Putri, dan Sulis yang selalu memberikan dukungan dan nasehat pada proses penelitian ini, semoga Allah memberikan keberkahan atas usaha yang kita lakukan dalam menuntut ilmu selama ini, semoga semua cita-cita dan harapan kita bisa tercapai, sukses selalu untuk kita semua. Aamiin

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur bagi Allah SWT yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karunia-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X Dari Kaolin dengan Variasi Rasio Mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 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 laporan hasil penelitian 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, terima kasih banyak atas segala kepercayaan, do'a yang tiada henti diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan semangat bagi penulis.
2. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, Ibu Suci Amalia, M. Sc, dan Ibu Vina Nurul Istighfarini, M. Si selaku dosen pembimbing dan konsultan yang telah memberikan banyak arahan, masukan, serta motivasi dalam membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian ini dengan baik.
3. Ibu Diana Chandra Dewi, M. Si dan Bapak Hanapi, M.Sc selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan dan saran, sehingga dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian ini dengan 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 laporan ini dapat terselesaikan.
6. Teman–teman mahasiswa angkatan 2015, terutama teman-teman “*Zeolite Team*” yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun laporan 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, 26 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 GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Karakteristik Kaolin.....	7
2.2 Konversi Kaolin Menjadi Metakaolin	11
2.3 Karakteristik Zeolit X	15
2.4 Sintesis Zeolit Faujasit dengan Metode Hidrotermal	16
2.5 Pengaruh Rasio Mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	18
BAB III METODOLOGI	
3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	22
3.2 Alat dan Bahan	22
3.2.1 Alat.....	22
3.2.2 Bahan	22
3.3 Rancangan Penelitian.....	23
3.4 Tahapan Penelitian.....	23
3.5 Cara Kerja	24
3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin	24
3.5.2 Pengubahan Kaolin Menjadi Metakaolin.....	24
3.5.3 Sintesis Zeolit X	25
3.6 Karakterisasi Material Sintesis	25
3.6.1 Karakterisasi Kaolin Menggunakan <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF)	26
3.6.2 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan Teknik Difraksi Sinar-X (XRD).....	26

3.6.3 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FT-IR)	26
3.6.4 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	26
3.7 Analisis Data.....	26
3.7.1 Analisis Data hasil karakterisasi menggunakan <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF).....	27
3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	27
3.7.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan <i>Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i> (FT-IR).....	28
3.7.4 Analisis Data Analisa Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	28
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Komposisi Unsur Kaolin Alam Blitar	29
4.2 Perubahan Struktur, Gugus Fungsi, dan Morfologi Kaolin Sebelum dan Setelah Proses Alkali Fusi	31
4.3 Karakteristik Zeolit X yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal.....	37
4.4 Sintesis Zeolit dalam Perspektif Islam	45
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	48
5.2 Saran	48
DAFTAR PUSTAKA	50
LAMPIRAN.....	55

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kaolin.....	7
Gambar 2.2	Hasil XRD dan SEM kaolin dari Columbia.....	9
Gambar 2.3	Struktur metakaolin.....	11
Gambar 2.4	Spektra FTIR kaolin dan metakaolin	12
Gambar 2.5	Difraktogram metakaolin metode alkali fusi	13
Gambar 2.6	Hasil SEM metakaolin	14
Gambar 2.7	Struktur kerangka zeolit faujasit	15
Gambar 2.8	Difraktogram zeolit X standar.....	16
Gambar 2.9	Pembentukan zeolit metode hidrotermal.....	17
Gambar 2.10	Difraktogram zeolit X dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 1,0; 1,3 ; 1,5 ; 2,0	19
Gambar 2.11	SEM zeolit X rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4,8; $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 2,0; $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2$ 38; T 95 °C 24 jam	20
Gambar 2.12	Spektra inframerah zeolit X	21
Gambar 4.1	Difraktogram standar kaolin (a) ICSD (30285), (b) JCPDS (12-0447), standar kristobalit (c) JCPDS (82-1408), (d) JCPDS (76-0937) standar kuarsa (RRUFF), (e) standar piropilit (JCPDS 02-0613), (f) standar kuarsa (RRUFF), (g) kaolin alam Blitar	31
Gambar 4.2	Difraktogram (a) standar kuarsa (RRUFF), (b) standar kaolin (JCPDS 12-0447), (c) standar sodium oksida (JCPDS 06- 0500), standar sodium silikat (d) JCPDS (18-1243), (e) Findit, (f) JCPDS (38-0020), (g) JCPDS (36-0112), (h) JCPDS (38-0019), (i) hasil proses alkali fusi.....	32
Gambar 4.3	Spektra inframerah (a) standar kuarsa, (b) kaolin, (c) hasil proses alkali fusi.....	33
Gambar 4.4	Morfologi SEM kaolin Blitar sebelum alkali fusi (a) perbesaran 5.000x, (b) 20.000x, kaolin setelah alkali fusi (b) perbesaran 500x, (c) 5.000x	35
Gambar 4.5	Difraktogram (a) standar zeolit sodalit, (b) standar zeolit X, (c) zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067, (d) zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34, (e) zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,5, (d) zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,67	39
Gambar 4.6	Hasil spektra FTIR (a) kaolin setelah alkali fusi, dan zeolit X dengan variasi rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: (b) 0,0067; (c) 0,34; (d) 0,5; (e) 0,67	42
Gambar 4.7	Morfologi sintesis zeolit X perbesaran 10.000x dengan variasi rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$; 0,34 (a), rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$; 0,5 (b), rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$; 0,67 (c).....	44
Gambar L. 4.1	Hasil Karakterisasi XRF Kalolin Alam sebelum pencucian dengan HCl 1 M.....	64
Gambar L. 4.2	Hasil Karakterisasi XRF Kalolin Alam setelah pencucian dengan HCl 1 M.....	64
Gambar L. 4.3	Hasil XRF Kaolin Setelah Alkali Fusi	65
Gambar L. 4.4	Hasil XRF Helium Kaolin Setelah Alkali Fusi	65

Gambar L. 5.1	Hasil XRD Kaolin Alam Blitar	66
Gambar L. 5.2	Hasil XRD Kaolin Setelah Alkali Fusi	67
Gambar L. 5.3	Hasil XRD zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,0067	68
Gambar L. 5.4	Hasil XRD zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34.....	69
Gambar L. 5.5	Hasil XRD zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5.....	70
Gambar L. 5.6	Hasil XRD zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,67	71
Gambar L. 6.1	Data Standar XRD Zeolit NaX	72
Gambar L. 6.2	Data Standar XRD Zeolit Sodalit.....	73
Gambar L. 7.1	Spektrum inframerah kaolin Blitar.....	74
Gambar L. 7.2	Spektrum inframerah kaolin setelah alkali fusi.....	74
Gambar L. 7.3	Spektrum inframerah zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,0067.....	74
Gambar L. 7.4	Spektrum inframerah zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34.....	75
Gambar L. 7.5	Spektrum inframerah zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5.....	76
Gambar L. 7.6	Spektrum inframerah zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,67.....	76
Gambar L.8.1	Hasil SEM kaolin alam Blitar dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x	77
Gambar L.8.2	Hasil SEM kaolin setelah alkali fusi dengan perbesaran (a) 5000x (b) 5.000x	77
Gambar L.8.3	Hasil SEM zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34 perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x	77
Gambar L.8.4	Hasil SEM zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5 perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x	78
Gambar L.8.5	Hasil SEM zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,67 perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x	78

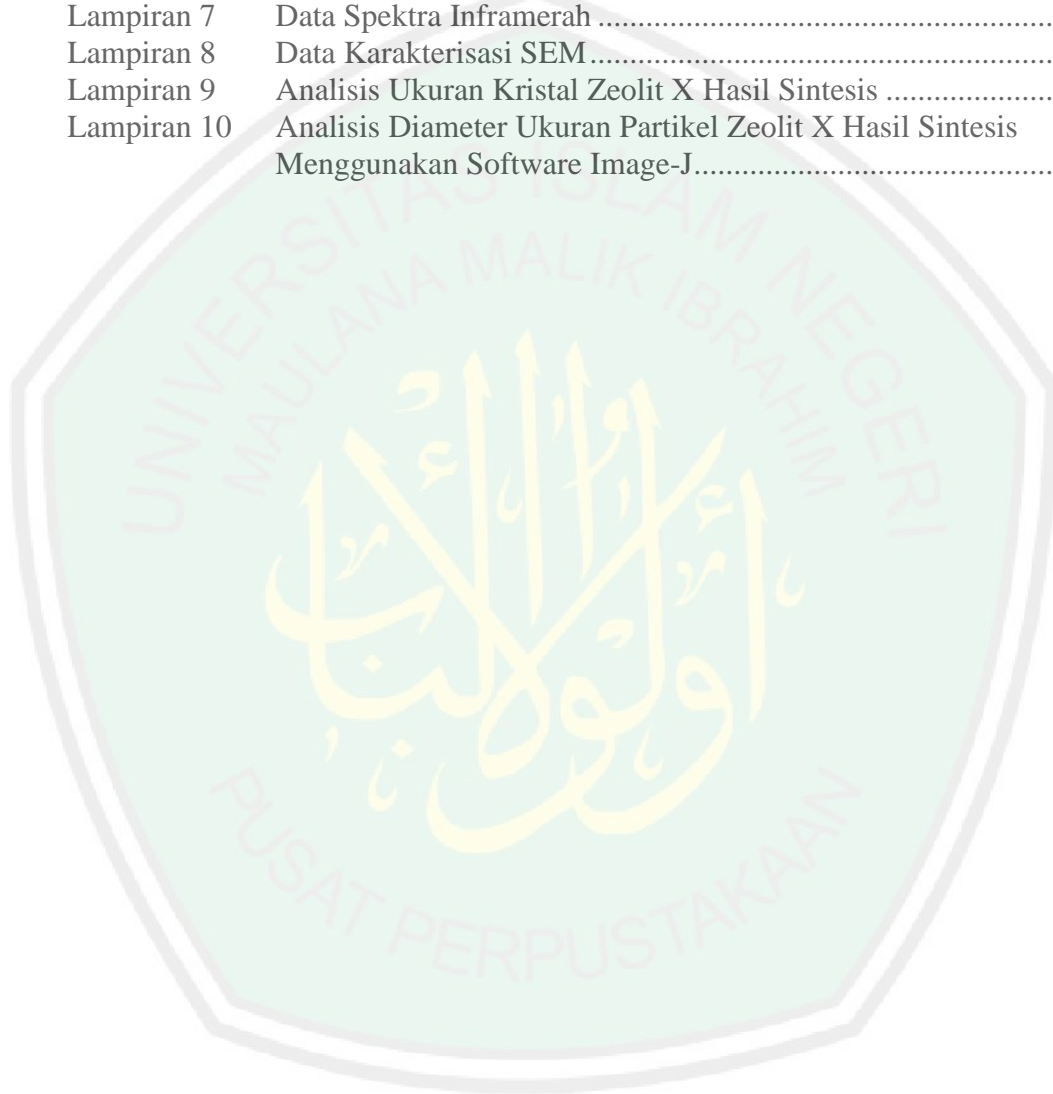
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan mineral kaolin Blitar.....	8
Tabel 3.1	Komposisi bahan sintesis zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	25
Tabel 3.2	Komposisi rasio mol sintesis Zeolit X.....	25
Tabel 4.1	Kandungan mineral kaolin.....	30
Tabel 4.2	Interpretasi spektra FTIR kaolin sebelum dan sesudah alkali fusi ..	33
Table 4.3	Data XRF kaolin setelah alkali fusi	36
Tabel 4.4	Ukuan kristal zeolit X variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	41
Tabel 4.5	Interpretasi spektra FTIR zeolit zeolit X	43
Tabel L.2.1	Komposisi rasio mol sintesis zeolit X dari kaolin dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	59
Tabel L.2.2	Massa reaktan yang perlu ditambahkan untuk sintesis zeolit X	62
Tabel L.9.1	Ukuran kristal zeolit X variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	80



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Diagram alir	55
Lampiran 2	Perhitungan	58
Lampiran 3	Pembuatan Larutan.....	63
Lampiran 4	Data Karakterisasi XRF	64
Lampiran 5	Data karakterisasi XRD.....	66
Lampiran 6	Data Standar XRD Zeolit	72
Lampiran 7	Data Spektra Inframerah	74
Lampiran 8	Data Karakterisasi SEM.....	77
Lampiran 9	Analisis Ukuran Kristal Zeolit X Hasil Sintesis	79
Lampiran 10	Analisis Diameter Ukuran Partikel Zeolit X Hasil Sintesis Menggunakan Software Image-J.....	81



ABSTRAK

Rahmadani, Elisa. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Kaolin Dengan Variasi Rasio Mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 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: Ahmad Hanapi, M. Sc; Konsultan: Vina Nurul Istighfarini, M.Si.

Kata Kunci: Kaolin, alkali fusi, rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, zeolit X

Sintesis zeolit X dari kaolin Blitar telah berhasil dilakukan. Kaolin sebagai material awal sintesis zeolit diubah menjadi material yang reaktif melalui proses alkali fusi. Parameter kebasaaan pada kondisi sintesis zeolit X dipelajari dengan memvariasikan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 ; 0,34 ; 0,5, dan 0,67. Karakteristik kaolin sebelum dan setelah alkali fusi dianalisa menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM. Karakteristik zeolit X sintesis dianalisa menggunakan XRD, FTIR, dan SEM.

Hasil analisa XRF menunjukkan bahwa persentase Si/Al kaolin setelah pencucian menggunakan HCl 1 M mengalami peningkatan yaitu dari 5,47 menjadi 6,53. Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa kaolin Blitar mengandung unsur kaolin dan pengotor berupa mineral kuarsa, kristobalit, dan piropilit. Setelah proses alkali fusi, kaolin dan kuarsa bertransformasi menjadi sodium silikat dan metakaolin ditandai dengan menghilangnya serapan pada bilangan gelombang 1041, 912, dan 797 cm^{-1} pada spektra FTIR. Morfologi dari kaolin berupa lempengan yang tersusun berlapis-lapis, sedangkan morfologi kaolin setelah alkali fusi berbentuk bulat dengan topografi yang tidak rata. Hasil analisa XRF kaolin setelah alkali fusi menunjukkan bahwa kandungan silika 28,7%, alumina 3,6%, dan natrium 19%.

Hasil analisa XRD menunjukkan bahwa pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 menghasilkan puncak yang amorf. Pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34 menghasilkan zeolit X dan sedikit pengotor sodalit, sedangkan pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5 dan 0,67 menghasilkan zeolit X dengan intensitas difraksi rendah dan pengotor sodalit yang semakin banyak. Spektra FTIR zeolit X sintesis pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 ; 0,5, dan 0,67 memiliki serapan pada bilangan gelombang 550 cm^{-1} yang merupakan serapan khas zeolit faujasit. Morfologi zeolit X berupa kristal dengan ukuran partikel yang semakin kecil dengan meningkatnya rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.

ABSTRACT

Rahmadani, Elisa. 2019. **Synthesis and Characterization Zeolite X from Kaolin With Variation Mol Ratio of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ Using Hydrothermal Method**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M. Sc; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M. Sc; Consultant: Vina Nurul Istighfarini, M. Si.

Keywords: Kaolin, alkali fusion, molar ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, zeolite X

Synthesis zeolite X from Blitar kaolin has been successfully carried out. Kaolin as a precursor of zeolite synthesis is converted into a reactive material through alkaline fusion process. Basicity parameters under synthesis zeolite X conditions were studied by varying the molar ratio of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0.0067 ; 0.34 ; 0.5, and 0.67. The characteristic of kaolin, the results of the alkaline fusion process, and the synthetic zeolite X have been analyzed using XRD, FTIR, and SEM.

XRF analysis results showed that the percentage of Si/Al kaolin after washing using 1 M HCl increased from 5.47 to 6.53. XRD analysis results show that Blitar kaolin contains kaolin and minerals quartz, cristobalite, and phyropilite as impurities. After alkaline fusion process, kaolin and quartz are transformed into sodium silicate and metakaolin, and its characterized by the disappear of vibration mode at 1041, 912, dan 797 cm^{-1} in the FTIR spectra. The morphology of kaolin is layered plates, whereas after alkaline fusion produces a spheric morphology with uneven topography. The results of XRF kaolin after alkaline fusion showed that the silica content was 28.7%, alumina 3.6%, and sodium 19%.

XRD analysis results show that at molar ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0.0067 produce amorphous peaks. At a molar ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0.34 produce zeolite X with small amount of sodalite, whereas at molar ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0.5, dan 0.67 produce zeolite X with low diffraction intensity and more sodalite as impurities. The FTIR spectra of synthetic zeolite X at molar ratio of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 ; 0.5, dan 0.67 has vibration mode at 550 cm^{-1} which is the typical peak of faujasite zeolite. The morphology zeolite X is form crystal with smaller particle sizes with increasing molar ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.

المخلص

رحمدي ، إيسا. 2019. توليف والتوصيف زيوليت X من الكاولين مع اختلاف نسب مولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ باستخدام الطريقة الحرارية المائية. تقرير البحث. قسم الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية بمالانج. المشرفة الأول: سوجي أمليا ، الماجستير. ؛ المشرفة الثاني: أحمد حنابي ، الماجستير؛ المشرفة : فينا نورول الإستغفرنى ، الماجستيرز.

الكلمات المفتاحية: الكاولين ، الانصهار القلوي ، نسبة مولار $\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2$ ، الزيوليت X.

تم تنفيذ توليف الزيوليت X الكاولين في بليتار بالنجاح. يتم تحويل الكاولين كمواود توليف للزيوليت أصبحت المواد التفاعلية من خلال عملية الانصهار القلوية. المعلمات الأساسية في ظروف التوليف الزيوليت X يدرس عن طريق اختلاف نسبة مولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 ; 0,5, dan 0,67. خصائص الكاولين ، نتيجة عملية الانصهار القلوية ، والزيوليت X التوليفية تم تحليل باستخدام XRD ، FTIR ، و SEM.

تظهر نتائج تحليل XRF أن نسبة Si/Al الكاولين بعد الغسيل باستخدام HCl 1M زادت من 5.47 إلى 6.53. تظهر نتائج تحليل XRD في الكاولين بليتار أن يحتوي على الكاولين و الشوائب المعدنية الكوارتز، cristobalite ، و piropilit. بعد عملية الانصهار القلوية تحويل الكاولين و الكوارتز، أصبحت صوديوم السيليكات و ميتا كاولين يشار بواسطة اختفاء الامتصاص في أعداد الموجة 1041, 912, 797 cm^{-1} على أطيف FTIR. مورفولوجيا الجسيمات من الكاولين في شكل ألواح رتبت في طبقات , بينما مورفولوجيا بعد الانصهار القلوي شكل دائري مع تضاريس غير مستوية. أظهرت نتائج تحليل الكاولين XRF بعد الاندماج القلوي أن محتوى السيليكا كان 28.7 % ، الألومينا 3.6 % ، والصوديوم 19 %.

نتائج تحليل XRD الزيوليت X نسبة المولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 تنتج غير متبلور الذروة. في حين أن نسبة المولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 تنتج الزيوليت X وقليلًا من الشوائب سوداليت, بينما في حين أن نسبة المولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,5 dan 0,67 تنتج الزيوليت X مع انخفاض كثافة الحيوود والمزيد من الشوائب سوداليت. أطيف FTIR الزيوليت X التوليفية في نسبة المولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 ; 0,5, dan 0,67 لديه امتصاص في عدد الموجة 550 cm^{-1} هو ذروة نموذجية من الزيوليت فوجسيت. مورفولوجيا الزيوليت X في شكل بلورات مع حجم الجسيمات الأصغر مع زيادة نسبة المولار $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit adalah suatu material kristal mikropori yang tersusun dari silika dan alumina tetrahedral yang saling berhubungan satu sama lain. Zeolit memiliki pola struktur tiga dimensi dengan kandungan kation alkali dan alkali tanah sebagai kation pengimbang serta memiliki pori-pori internal yang seragam (Salahudeen dan Ahmed, 2017). Zeolit terbagi menjadi dua macam, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses vulkanik di dalam perut bumi yang memiliki kelemahan diantaranya banyak mengandung pengotor dan kristalinitasnya rendah. Sedangkan, zeolit sintetis dapat disintesis menggunakan prekursor silika dan alumina yang memiliki sifat fisik lebih baik dibandingkan zeolit alam dan memiliki lebih banyak kegunaan karena struktur dan sifatnya yang dapat direkayasa (Breck, 1974). Salah satu zeolit yang sering digunakan dalam bidang industri adalah zeolit X yang masuk dalam jenis zeolit faujasit.

Zeolit faujasit terbagi menjadi dua macam jenis, salah satunya adalah zeolit X. Zeolit X memiliki rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2-3, tersusun dari sangkar sodalit yang saling dihubungkan oleh cincin ganda lingkaran enam (D6R) dan membentuk rongga besar (*supercage*) dengan diameter 13 Å (Kovo, 2014; Ghrib, dkk., 2016). Zeolit X biasa digunakan sebagai adsorben, katalis, pertukaran ion, serta pemurnian air dan pemisahan gas maupun komponen organik (Barrer, 1982; Caballero, dkk., 2007). Zeolit X dapat disintesis menggunakan mineral alam salah satunya adalah kaolin.

Kaolin merupakan jenis mineral lempung yang memiliki kandungan silika dan alumina yang tinggi, sehingga mineral tersebut dapat digunakan sebagai kebutuhan riset ilmiah. Segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT. di muka bumi ini pasti memiliki tujuan dan manfaat bagi manusia yang memikirkannya. Allah SWT berfirman dalam surah Shad (38): 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 diantara keduanya dengan sia-sia. Itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang yang kafir itu karena mereka masuk neraka” (QS. Shad (38): 27).

Kata *وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا* menurut tafsir Al-Misbah menunjukkan kepada manusia bahwa setiap apa yang ada di langit, bumi, dan yang ada diantara keduanya seperti udara, tumbuhan, batuan, mineral, dan lain-lain tidak ada yang sia-sia tanpa adanya hikmah (Shihab, 2002). Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu yang ada di bumi ini untuk memenuhi kebutuhan manusia agar bisa dimanfaatkan sebaik-baiknya. Salah satu ciptaan-Nya yang bisa dimanfaatkan yaitu mineral alam berupa kaolin yang dapat digunakan sebagai bahan utama untuk sintesis zeolit.

Kaolin memiliki rumus kimia $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dan mengandung silika dan alumina dalam persentase tinggi (Murray, 2000). Struktur kaolin tersusun dari lapisan silika tetrahedral dan alumina oktahedral yang dihubungkan oleh atom oksigen dan gugus hidroksil di sisi lainnya (Chandrasekhar dan Pramada, 1999). Berdasarkan penelitian Arifah, (2018) menunjukkan bahwa komponen utama dari mineral kaolin alam Blitar adalah silika (SiO_2) 65,7%, alumina (Al_2O_3) 14%, dan

oksida-oksida logam dalam jumlah kecil. Kandungan silika dan alumina yang tinggi, memungkinkan kaolin dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan kerangka zeolit X. Selain itu, kaolin merupakan bahan alam dengan harga yang lebih ekonomis dibandingkan bahan sintetik, ramah lingkungan, dan keberadaannya di alam sangat melimpah. Kaolin bersifat inert dan stabil pada suhu tinggi, sehingga perlu diubah menjadi komponen yang reaktif.

Metakaolin adalah material amorf dari kaolin, reaktif, dan memiliki fase metastabil, sehingga dapat diubah secara langsung menjadi zeolit (Kovo, dkk., 2009). Beberapa penelitian melaporkan bahwa struktur kaolin yang diubah menjadi metakaolin mampu menghasilkan zeolit dengan kristalinitas yang tinggi. Terdapat dua metode untuk mengubah kaolin menjadi metakaolin yaitu metode konvensional dan alkali fusi. Wang, dkk. (2014) telah mengubah kaolin menjadi metakaolin dengan metode konvensional pada suhu 900 dan 800 °C selama 3 jam yang menghasilkan metakaolin dengan masih adanya pengotor berupa kuarsa. Sedangkan Rios, dkk. (2012) mengubah kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi pada suhu 600 °C selama 1 jam dan menghasilkan metakaolin tanpa pengotor. Ma, dkk. (2014) juga telah mengkonversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan suhu 200 °C selama 4 jam dan menghasilkan metakaolin tanpa pengotor. Dari beberapa penelitian tersebut diketahui bahwa dengan menggunakan metode alkali fusi akan menghasilkan metakaolin yang lebih murni, sehingga diharapkan dapat memperoleh zeolit X yang lebih murni.

Sintesis zeolit X dari kaolin dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Metode hidrotermal merupakan salah satu metode yang lebih murah, sederhana, dan menghasilkan produk kristal yang seragam (Sugiarti, 2012). Sintesis zeolit

NaX telah berhasil dilakukan oleh Htun, dkk. (2012) dengan metode hidrotermal berbahan dasar silika murni. Parameter optimum yang digunakan adalah komposisi mol 3SiO_2 : Al_2O_3 : $4,2\text{Na}_2\text{O}$: $180\text{H}_2\text{O}$ dengan waktu kristalisasi pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam. Berdasarkan hasil XRD diperoleh zeolit NaX murni. Jika suhu yang digunakan lebih rendah atau lebih tinggi dari $100\text{ }^\circ\text{C}$ maka zeolit NaX yang diperoleh memiliki kristalinitas yang rendah karena dapat diperoleh campuran zeolit lain yang tidak diinginkan.

Salah satu parameter penting untuk mengontrol kemurnian produk pada saat mensintesis zeolit adalah rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (Qiang dkk., 2010). Larutan basa yang banyak digunakan dalam sintesis zeolit X adalah natrium hidroksida (NaOH). NaOH berperan sebagai sumber alkali, reagen aktivator, *mineralizer*, dan *metalizer*. Kebasaan harus ada dalam kondisi optimal untuk mendapatkan kemurnian produk yang tinggi (Wang, dkk., 2012).

Sintesis zeolit X dari bauksit telah berhasil disintesis oleh Wang, dkk. (2012) dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 1,0; 1,3; 1,4; 1,5; 2,0. Berdasarkan penelitiannya, pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 2,0 menghasilkan zeolit X dengan kemurnian yang paling tinggi, sedangkan pada variasi rasio lainnya menghasilkan campuran zeolit lain yaitu zeolit A dan juga zeolit P. Selain itu, Anbia, dkk. (2015) juga telah mensintesis zeolit faujasit tipe NaX dari sodium aluminat dan silikat sintetik dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 1 ; 1,3 ; 1,75 ; 1 ; 2,3. Dari penelitiannya tersebut rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 1,3 mendapatkan hasil kristalinitas yang paling optimal untuk membentuk zeolit NaX. Menurut Vucinic, dkk. (2003) kondisi optimum rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ untuk zeolit X adalah dari 0,12-1,5.

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit X dari kaolin Blitar menggunakan metode hidrotermal dengan variasi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067; 0,34; 0,5; 0,67. Kaolin dikarakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kandungan silika (Si) dan alumina (Al). Karakterisasi dengan FTIR (*Fourier Transformed Infrared*) digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari kaolin, metakaolin, dan zeolit X. Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk mengetahui puncak spesifik dari kaolin, metakaolin, dan zeolit X, sedangkan SEM (*Scanning Electron Microscope*) untuk mengetahui morfologi permukaan dari metakaolin dan zeolit X hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana hasil karakterisasi sintesis zeolit X dari kaolin Blitar dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067; 0,34; 0,5; 0,67 ?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil karakterisasi sintesis zeolit X dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,0067; 0,34; 0,5; 0,67.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sintesis zeolit X berbahan dasar kaolin Blitar.

2. Rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ adalah 3.
3. Variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ adalah 0,0067 ; 0,34 ; 0,5 ; 0,67.
4. Karakterisasi menggunakan XRF, FTIR, XRD, dan SEM.

1.5 Manfaat Penelitian

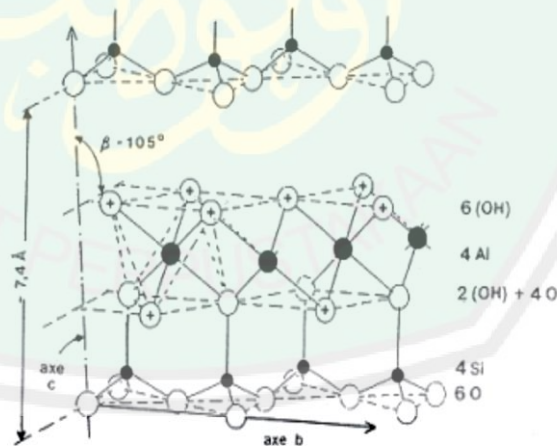
Adapun manfaat dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kegunaan lain mineral lempung berupa kaolin, mengetahui kondisi optimum rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dalam sintesis zeolit X, serta dapat mengetahui karakteristik zeolit X yang terbentuk.



BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Kaolin

Kaolin merupakan hasil dari pertambangan alam dan termasuk jenis tanah lempung berwarna putih dengan kaolinit sebagai penyusun utama. Di alam, kaolin berasal dari dekomposisi feldspar dan biasanya masih tercampur dengan oksida-oksida lainnya seperti kalsium oksida, magnesium oksida, dan kalium oksida (Ismail, dkk., 2013). Rumus umum kaolin adalah $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Kandungan terbesar yang terdapat pada mineral kaolin adalah silika dan alumina. Kaolin memiliki struktur lapisan 1:1 dengan unit dasar terdiri dari lembaran tetrahedral silika yang berikatan dengan oksigen (siloksan) dan lembaran oktahedral alumina yang berikatan dengan gugus hidroksil (aluminol) (Murray, 2000). Struktur kaolin ditunjukkan pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur Kaolin (Varga, 2007)

Komponen utama dari mineral kaolin Blitar adalah silika (SiO_2) 65,7%, alumina (Al_2O_3) 14%, dan oksida-oksida logam dalam jumlah kecil (Arifah,

2018). Kandungan silika dan alumina yang tinggi, memungkinkan kaolin dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku dalam pembuatan kerangka zeolit. Komposisi kandungan mineral kaolin Blitar disajikan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kandungan mineral kaolin

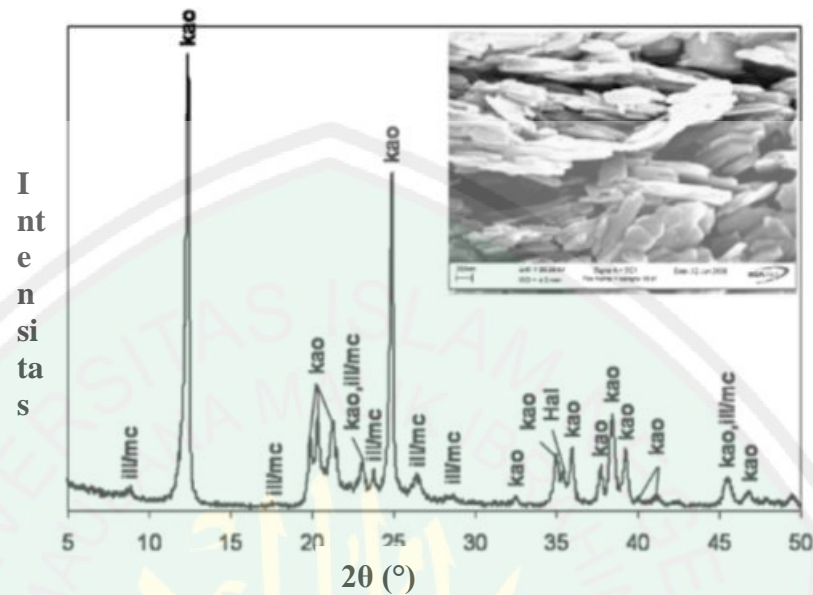
Unsur	Al	Si	K	Ca	Ti	V	Mn	Fe	Ni	Cu	P	Cr
Kadar (%)	14	65,7	6,2	5,41	3,01	0,11	0,19	2,23	0,09	0,07	3,1	0,14

Sumber : Arifah, (2018).

Kaolin akan mengalami perubahan struktur jika direaksikan dengan asam ataupun dengan basa. Jika kaolin direaksikan dengan asam klorida (HCl) maka akan menghilangkan pengotor berupa oksida-oksida logam dan juga meningkatkan kandungan silika (SiO_2) disertai dengan penurunan kadar alumina (Al_2O_3) dalam kaolin (Belver, dkk., 2002). Jika kaolin direaksikan dengan basa (NaOH) maka akan membentuk kristal dengan *framework* zeolit (Alkan, dkk., 2005). Hal tersebut disebabkan karena sifat kaolin yang tidak stabil pada kondisi basa sehingga dari ketidakstabilan tersebut akan merubah kaolin menjadi struktur zeolit.

Struktur kristalin dan kemurnian dari kaolin dapat ditentukan menggunakan instrumen XRD dan SEM. Salah satu hasil karakterisasi XRD dan SEM yang diperoleh berdasarkan penelitian Rios, dkk. (2009) ditampilkan pada Gambar 2.2. Berdasarkan Gambar 2.2, kaolin teridentifikasi memiliki 2 puncak difraksi khas pada $2\theta = 12,34$ dan $24,64$. Tetapi, dari hasil XRD masih ditemukan pengotor seperti *illite*, *muscovite*, dan *halloysite*. Pada hasil SEM, teridentifikasi bahwa ciri khas kaolin dapat dikenali dengan adanya morfologi berupa lempengan

silika tetrahedral dan alumina oktahedral yang tersusun berlapis-lapis dan bertumpuk (Rios, dkk., 2009).



Gambar 2.2 Hasil XRD dan SEM kaolin dari Columbia (Rios, dkk., 2009)

Segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah SWT. di bumi ini tidak ada yang sia-sia sebagaimana yang sudah dijelaskan di dalam Al-Qur'an surah Shad ayat 27. Dia telah menciptakan buah-buahan dan gunung-gunung dengan beraneka macam warna, sehingga memiliki perbedaan kandungan di dalamnya. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah swt dalam surah Fathir (35): 27.

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بَيضٌ وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ (٢٧)

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

Berdasarkan surah Fathir: 27 menjelaskan tentang bukti-bukti kesempurnaan kekuasaan Allah swt. Ayat tersebut berisi ajakan kepada tiap manusia untuk berfikir dan memanfaatkan ciptaan-Nya yang beraneka ragam. Allah swt menciptakan bermacam-macam hal dari suatu materi berupa air hujan yang diturunkan dari langit. Dan dari air hujan itu dikeluarkanlah buah-buahan yang beraneka macam bau, rasa, dan warnanya (Al-Maraghi dan Musthafa, 1993). Tidak hanya buah-buahan yang beraneka ragam, tetapi juga dengan gunung-gunung yang memiliki perbedaan garis-garis warna yang ditunjukkan pada kalimat *وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ* (Shihab, 2002). Perbedaan warna pada gunung-gunung tersebut disebabkan karena susunan mineraloginya. Kata *بَيْضٌ* artinya putih yang menunjukkan bahwa kandungan utamanya berupa mineral silika-alumina. Kata *حُمْرٌ* artinya merah yang menunjukkan bahwa kandungannya berupa mineral besi. Kata *سُودٌ* artinya hitam pekat yang menunjukkan bahwa kandungannya berupa batu bara dan mineral-mineral lainnya (Departemen Agama RI, 2010).

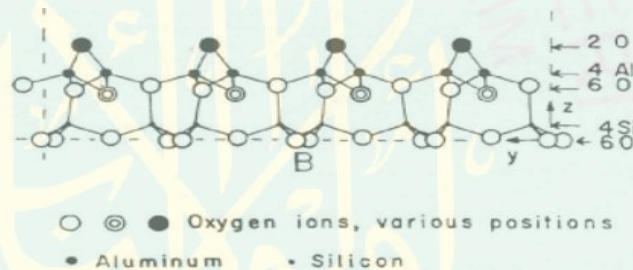
Ayat tersebut menyimpulkan bahwa Allah SWT menciptakan semua yang ada di bumi ini agar manusia dapat memanfaatkan sebaik mungkin. Pemanfaatan tersebut digunakan untuk memenuhi kebutuhan hidup agar tidak sia-sia. Salah satunya yaitu memanfaatkan kaolin alam berwarna putih yang penyusun utamanya yaitu silika dan alumina. Hal tersebut dibuktikan dengan hasil XRF pada Tabel 2.1, sehingga kaolin dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit X.

Kaolin memiliki ukuran kristal sebesar 1-10 μm yang jumlah lembaran tiap lapisnya bisa mencapai 10-50 buah (Murray, 2000). Struktur kaolin terbentuk dalam keadaan stabil sehingga mineral tersebut bersifat inert dan tidak aktif. Jadi,

kaolin harus diubah menjadi material yang reaktif yaitu metakaolin untuk mengaktifkan komponen silika dan alumina dari kaolin.

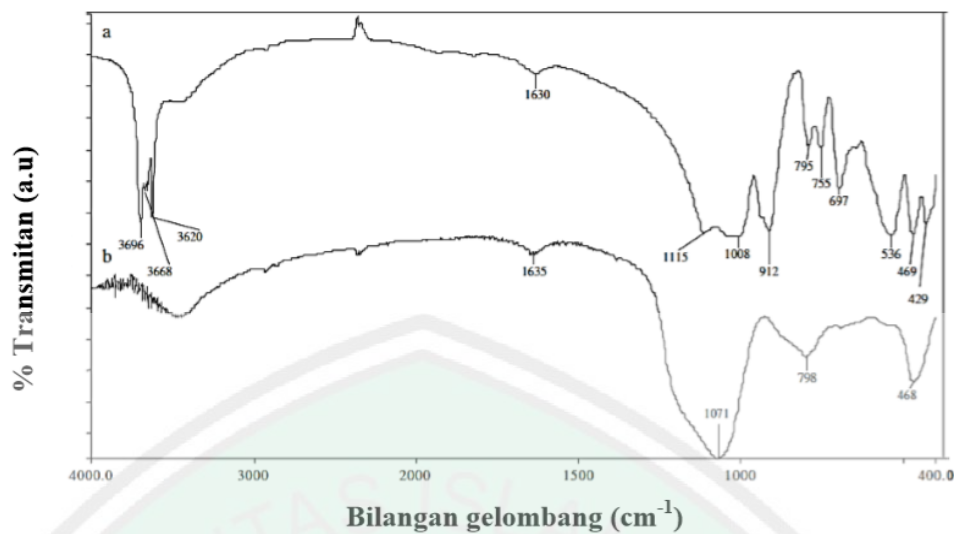
2.2 Konversi Kaolin menjadi Metakaolin

Metakaolin ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$) adalah material amorf yang berada pada fase metastabil dan sangat reaktif. Aktivitas termal kaolin antara suhu 600-900 °C, pada suhu tersebut terjadi dehidroksilasi yang akan merusak sebagian struktur kaolin dan mengubah menjadi fase metastabil dengan reaktivitas yang tinggi (Ambroise, dkk. 1986). Dengan adanya perubahan kaolin menjadi metakaolin maka struktur kaolin mengalami transformasi yang ditunjukkan pada Gambar 2.3



Gambar 2.3 Struktur metakaolin (Varga, 2007)

Beberapa penelitian melaporkan bahwa struktur kaolin yang diubah menjadi metakaolin mampu menghasilkan zeolit dengan kristalinitas yang tinggi. Untuk mengetahui perubahan kaolin menjadi metakaolin dapat dikarakterisasi menggunakan FTIR. Contoh hasil karakterisasi menggunakan FTIR ditunjukkan pada Gambar 2.4.

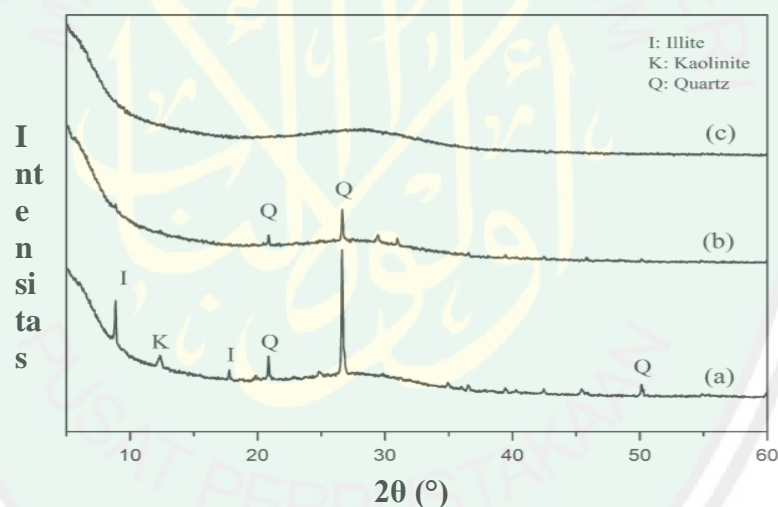


Gambar 2.4 Spektra FTIR (a) kaolin, (b) metakaolin (Alkan, dkk., 2005)

Berdasarkan Gambar 2.4, pada sampel kaolin terdeteksi pita serapan -OH pada daerah 3696 cm^{-1} dan 3620 cm^{-1} , daerah 1115 cm^{-1} dan 1008 cm^{-1} terdeteksi regangan Si-O, daerah 795 dan 755 cm^{-1} terdeteksi adanya ikatan Si-O-Si, dan di daerah 469 dan 429 cm^{-1} terdeteksi vibrasi ulur Si-O. Sedangkan pada hasil spektra metakaolin menunjukkan perubahan yang signifikan terjadi pada puncak-puncak khas kaolin. Pita serapan -OH pada daerah 3696 dan 3620 cm^{-1} menghilang setelah proses kalsinasi dan muncul pita serapan baru pada daerah 798 cm^{-1} yang dihubungkan dengan perubahan dari koordinasi oktahedral Al^{3+} di kaolin dengan koordinasi tetrahedral di metakaolin. Pada daerah 1071 cm^{-1} terdeteksi adanya SiO_2 amorf (Alkan, dkk., 2005). Pada penelitian ini, untuk mengubah kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi yang dilanjutkan dengan proses kalsinasi.

Metode alkali fusi yaitu salah satu metode untuk mengaktifkan kaolin menjadi mineral yang lebih reaktif. Dengan menggunakan alkali fusi, metakaolin yang dihasilkan akan lebih murni karena metode tersebut dapat menghilangkan

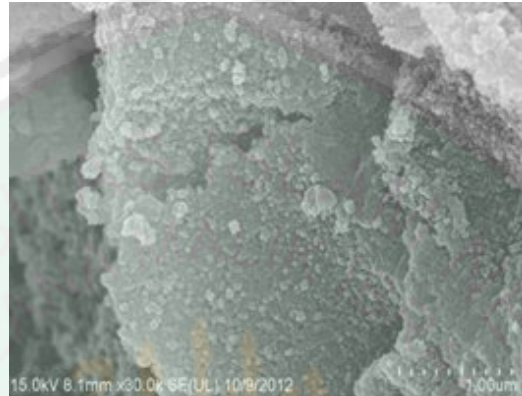
pengotor yang terdapat di dalam kaolin (Ayele, dkk., 2016). Rios, dkk. (2012) mengubah kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi yang dilanjutkan proses kalsinasi pada suhu 600 °C selama 1 jam. Dari hasil XRD dihasilkan sodium silikat dan aluminosilikat yang memiliki luas permukaan yang besar. Hal ini mengindikasikan bahwa alkali fusi merupakan metode yang sangat efektif untuk mengekstraksi silika dari kaolinit. Ma, dkk. (2014) juga mengubah kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi dengan variasi rasio NaOH 1,0 ; 1,5 ; 2,0 yang dilanjutkan dengan kalsinasi selama 4 jam dengan suhu 200 °C. Pola difraktogram XRD hasil metakaolin dengan rasio NaOH yang berbeda ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Difraktogram metakaolin metode alkali fusi dengan rasio (a) 1,0 (b) 1,5 dan (c) 2,0 (Ma, dkk., 2014)

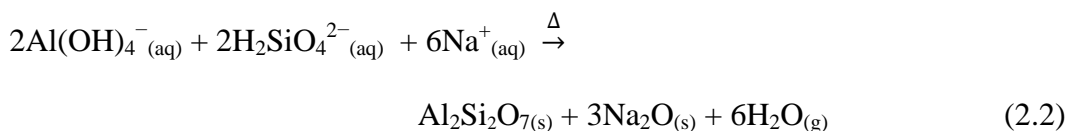
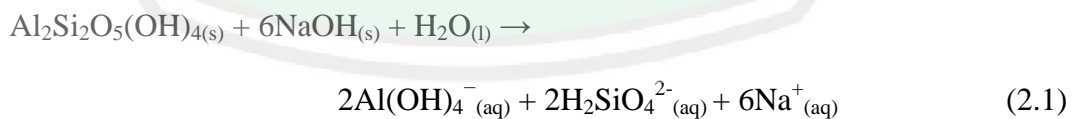
Berdasarkan Gambar 2.5 intensitas puncak rasio refleksi kaolin, ilit, dan kuarsa menurun dengan meningkatnya penambahan NaOH. Ketika rasio NaOH/kaolin 1,5, puncak refleksi kaolin dan ilit menghilang yang mengindikasikan bahwa struktur kaolin dan ilit rusak. Ketika rasio NaOH/kaolin 2,0 puncak refleksi kuarsa juga menghilang yang mengindikasikan kuarsa tersebut

berubah menjadi sodium silikat. Keadaan ini diperjelas dengan hasil SEM pada Gambar 2.6 yang tampak bahwa metakaolin yang dihasilkan membentuk material amorf dengan butiran-butiran yang sangat kecil dan luas permukaan besar, yang berarti bahwa struktur dari kaolin hancur setelah adanya proses alkali fusi.



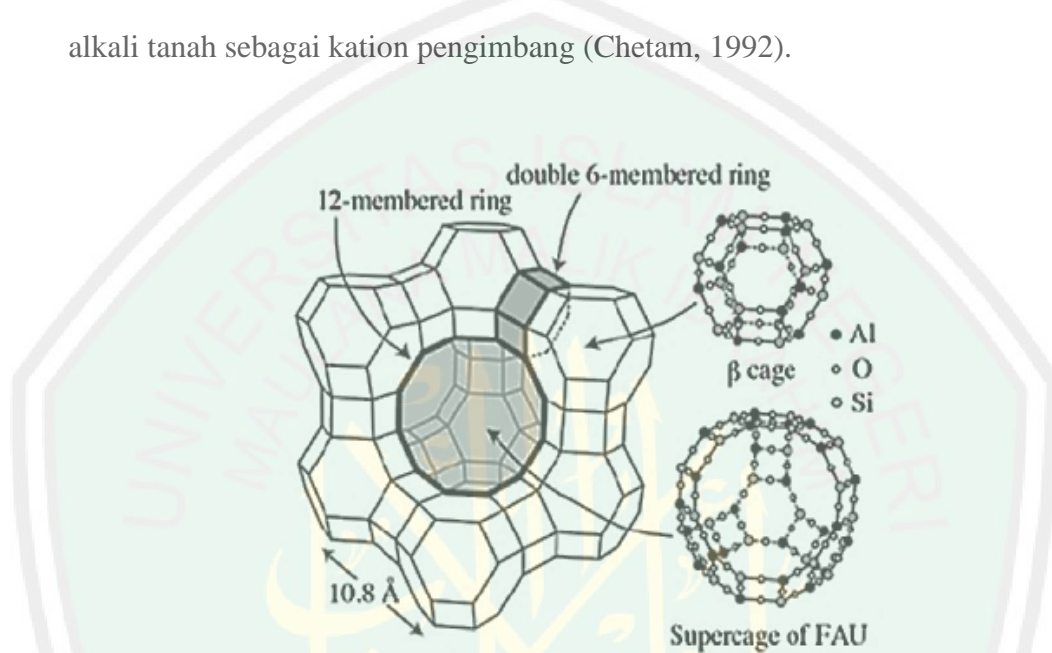
Gambar 2.6 SEM metakaolin metode alkali fusi (Ma, dkk., 2014)

Transformasi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi reaksinya diuraikan pada persamaan 2.1 dan 2.2 (Zhou, dkk. 2014). Berdasarkan reaksi tersebut, dengan adanya penambahan basa pada kaolin menyebabkan terjadinya disolusi kaolin dengan melepaskan Si dan Al. Reaksi tersebut juga diikuti dengan pemanasan sehingga terbentuk campuran metakaolin dan juga natrium oksida.



2.3 Karakteristik Zeolit X

Zeolit adalah suatu mineral kristal aluminosilikat berpori yang tersusun dari unit-unit tetrahedral silika $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan alumina $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral tersebut dihubungkan oleh atom-atom oksigen dan membentuk struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang di dalamnya terdapat logam-logam alkali atau alkali tanah sebagai kation pengimbang (Chetam, 1992).

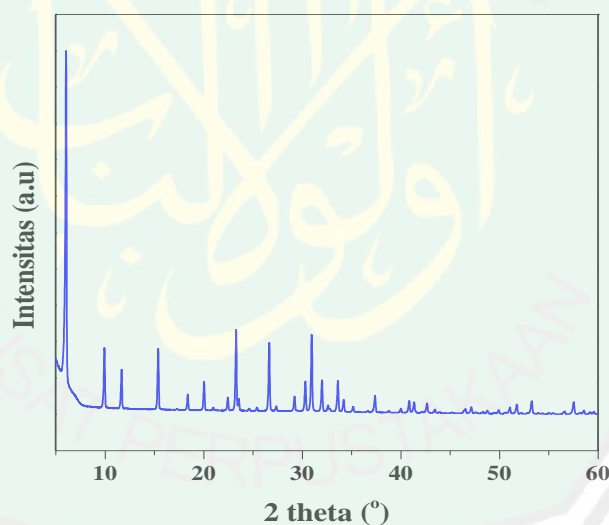


Gambar 2.7 Struktur kerangka zeolit faujasit (Johnson, dkk., 2014)

Salah satu jenis zeolit yang sering digunakan adalah zeolit faujasit. Zeolit faujasit adalah jenis zeolit yang mempunyai ukuran pori yang seragam, mempunyai luas area yang spesifik, dan kestabilan termal yang tinggi (Salahudeen, 2017). Zeolit faujasit terbagi menjadi dua macam jenis, salah satunya adalah zeolit X. Zeolit X memiliki rumus molekul $\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106}].264\text{H}_2\text{O}$ dan kerangkanya dibangun dari unit sodalit yang dihubungkan oleh cincin ganda lingkaran enam (unit D6R) atau prisma heksagonal. Zeolit X memiliki diameter α -cage (*supercage*) 13 Å dan diameter β -cage (kerangka sodalit) 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å yang membentuk struktur

tiga dimensi (Thammavong, 2003). Zeolit X memiliki rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 sampai 3 (Kovo, 2014). Secara khusus, zeolit X biasa digunakan sebagai adsorben, katalis, pertukaran ion, juga pemurnian air dan pemisahan gas maupun komponen organik (Barrer, 1982; Caballero, dkk., 2007). Struktur kerangka faujasit tercantum pada Gambar 2.7.

Kemurnian zeolit X hasil sintesis dapat diketahui dengan membandingkan sudut 2θ dengan zeolit X standar *International Zeolite Association* (IZA) yang ditunjukkan pada Gambar. 2.8. Puncak spesifik difraktogram zeolit X ditunjukkan pada daerah 2θ dari 15° sampai 35° . Jika puncak-puncak hasil difraktogram zeolit X tidak muncul pada 2θ tersebut, maka sintesis zeolit X yang dilakukan kurang berhasil.



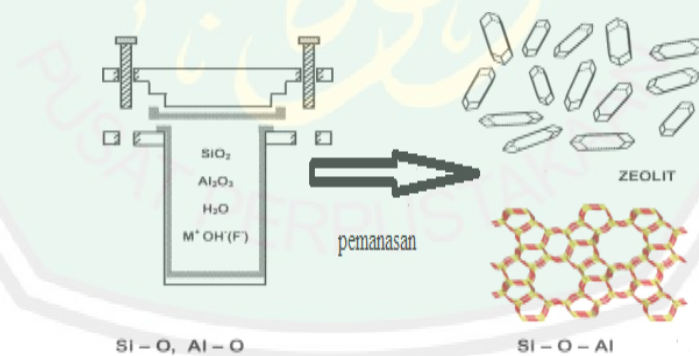
Gambar 2.8 Difraktogram zeolit X standar (IZA 367-372, 2010)

2.4 Sintesis Zeolit X dengan Metode Hidrotermal

Sintesis zeolit harus menyesuaikan dengan kondisi zeolit alam yang terbentuk secara alami dengan mengatur suhu, tekanan maupun komposisinya. Zeolit sintetis dikembangkan untuk mengatasi kelemahan zeolit alam yang masih

banyak mengandung pengotor dan kristalinitasnya rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben dan katalis. Salah satu metode yang sering digunakan untuk mensintesis zeolit adalah metode hidrotermal.

Sintesis zeolit X dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Metode hidrotermal melibatkan air dan panas yang sifatnya mengubah larutan menjadi padatan. Larutan prekursor dipanaskan pada temperatur yang relatif tinggi (± 100 °C) dalam wadah tertutup (autoclave) menggunakan air. Pemanasan dalam wadah tertutup akan membuat uap air tidak keluar, sehingga tidak ada bagian larutan yang hilang dan komposisi larutan masih terjaga (Oye dkk., 2011). Adapun kelebihan metode hidrotermal diantaranya adalah dapat memperoleh partikel dengan kristalinitas tinggi, relatif sederhana, murah, produk sintesis yang dihasilkan memiliki kereaktifan yang tinggi, menjaga kemurnian, dan menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi dengan cara menaikkan tekanan dan temperaturnya (Lee, 1991).



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

Terdapat tiga tahapan dalam pembentukan kristal zeolit, yaitu tahap fasa padatan amorf, larutan, dan kristal. Tahapan fasa padatan amorf adalah tahap pencampuran reaktan yang dibuat masih bersifat jenuh. Tahapan fasa larutan

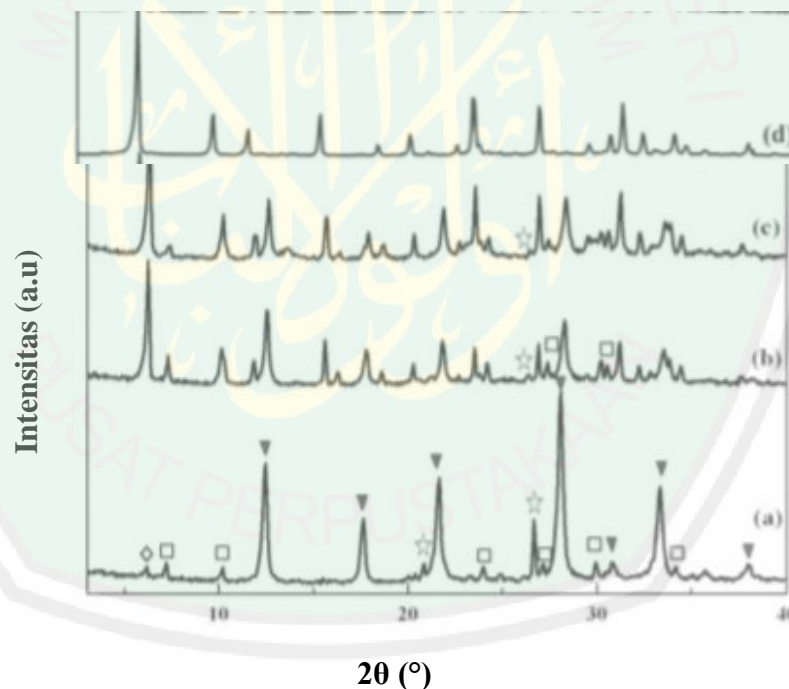
adalah fasa ketika reaktan-reaktan larut dalam *mineralizer* sehingga reaktan-reaktan tersebut membentuk kerangka zeolit sesuai dengan perbandingan Si/Al reaktan. Selanjutnya, fasa kristal adalah fasa produk zeolit yang sudah terbentuk karena pengaruh suhu dan tekanan (Cundy dan Cox, 2005). Gambar 2.9 menunjukkan tahapan pembentukan zeolit menggunakan metode hidrotermal.

Beberapa peneliti telah mensintesis zeolit kelompok faujasit menggunakan metode hidrotermal. Sintesis zeolit X telah berhasil dilakukan oleh Htun, dkk. (2012) dengan metode hidrotermal berbahan dasar silika murni. Parameter optimum yang digunakan adalah komposisi molar $3\text{SiO}_2: \text{Al}_2\text{O}_3: 4,2\text{Na}_2\text{O}: 180\text{H}_2\text{O}$ dengan waktu kristalisasi pada suhu 100°C selama 6 jam dan waktu pengeringan zeolit X sintesis pada suhu 100°C selama 12 jam. Berdasarkan hasil XRD diperoleh zeolit NaX murni dan produk zeolit yang diperoleh memiliki rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,77. Berbagai kristal zeolit NaX dengan ukuran terkontrol berhasil disintesis oleh Zhang, dkk., (2002) menggunakan sumber silikat dan metode hidrotermal pada suhu 60°C . Sementara itu, Qiang, dkk., (2010) mensintesis zeolit NaY dengan variasi suhu kristalisasi 90, 100, 110, dan 120°C . Hasil yang diperoleh pada penelitiannya menunjukkan bahwa kristalinitas zeolit NaY dengan kemurnian yang tinggi diperoleh pada saat suhu 100°C . Jika suhu yang digunakan lebih rendah atau lebih tinggi dari 100°C maka zeolit NaY yang diperoleh memiliki kristalinitas yang rendah.

2.5 Pengaruh Rasio Molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi hasil sintesis zeolit adalah pengaruh rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Na_2O diperoleh dari NaOH yang digunakan sebagai *mineralizer* dan *metalizer*. *Mineralizer* yaitu senyawa yang ditambahkan

pada larutan encer dan berfungsi untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan kelarutannya, sehingga dengan penambahan mineralizer suatu yang tidak larut akan menjadi larut. Sedangkan, *metalizer* diperlukan untuk mensintesis zeolit karena zeolit memiliki muatan negatif berupa ion Al sehingga dibutuhkan kation pengimbang sebagai penetral (Schubert dan Housing, 2000). Kegunaan lainnya yaitu sebagai sumber alkali dan sebagai aktivator proses peleburan yang berfungsi untuk membentuk garam silikat dan aluminat sebagai penyusun kerangka zeolit. Alkalinitas yang semakin tinggi dalam suatu sistem akan menyebabkan kelarutan sumber Si dan Al menjadi besar (Johnson dan Arshad, 2014).

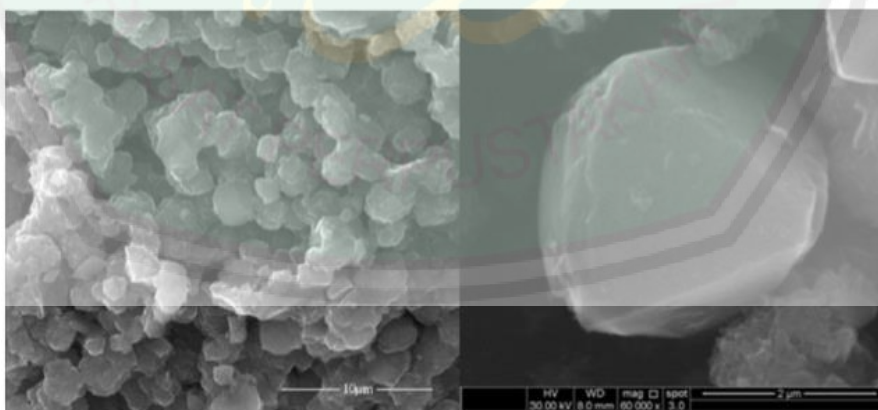


Gambar 2.10 Difraktogram zeolit X dengan variasi rasio molar Na₂O/SiO₂ (a)1,0; (b)1,3; (c)1,5; (d)2,0 (Wang, dkk., 2012)

Variasi rasio Na₂O/SiO₂ berpengaruh terhadap kemurnian hasil sintesis. Molekul Na₂O/SiO₂ dapat mengubah sifat-sifat suatu produk yang disintesis yaitu

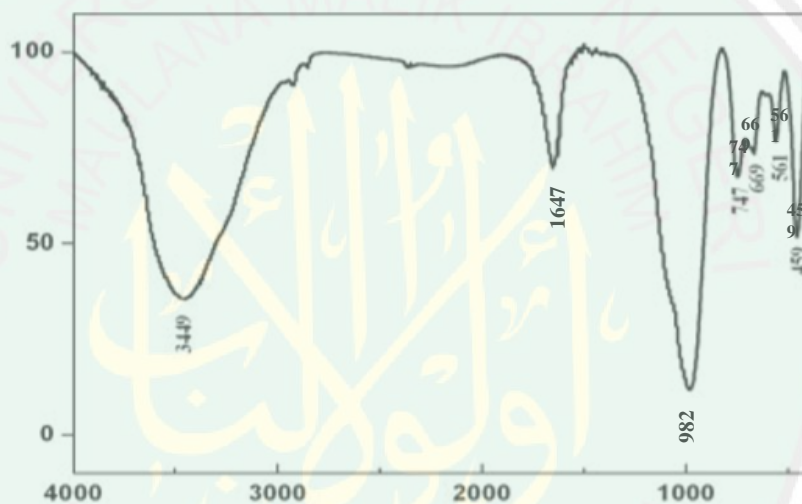
dengan cara pengontrolan sumber alumina, silika, dan kebasaaan pada saat reaksi hidrotermal. Kebasaan harus berada pada kondisi optimal untuk mendapatkan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi (Wang, 2012). Penelitian sintesis zeolit X dari bauksit telah dilakukan oleh Wang dkk., (2012) dengan variasi rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 1,0 ; 1,3; 1,5 ; 2,0. Rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan 4,8, rasio $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ 38 dengan suhu reaksinya sebesar 95°C selama 24 jam. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD yang ditunjukkan pada Gambar 2.10.

Berdasarkan Gambar 2.10, difraktogram zeolit X hasil sintesis yang menghasilkan zeolit X dengan kemurnian yang paling tinggi yaitu pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 2,0. Pada rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ lainnya masih menghasilkan campuran zeolit lain yaitu zeolit A dan juga zeolit P. Sehingga dapat diketahui bahwa dengan meningkatnya rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ maka tingkat keberhasilan untuk mendapatkan zeolit X yang lebih murni akan semakin tinggi. Hal tersebut didukung juga dengan hasil SEM (Gambar 2.11) memiliki morfologi dengan ukuran rata-ratanya 1-2 μm dan seragam.



Gambar 2.11 SEM zeolit X rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4,8; $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 2,0; $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$ 38; T 95°C 24 jam (Wang, dkk., 2012)

Keberhasilan sintesis zeolit NaX dapat didukung juga dengan karakterisasi menggunakan FTIR seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.12. Pada spectra tersebut menunjukkan bahwa karakteristik zeolit faujasit ditandai dengan adanya serapan dari struktur kelompok hidroksil dan bending H₂O pada panjang gelombang 3449 cm⁻¹ dan 1647 cm⁻¹, serapan dari regangan asimetrik dan simetrik T-O-T (T berupa Si/Al) pada panjang gelombang 982, 747, dan 669 cm⁻¹, bending T-O pada panjang gelombang 459 cm⁻¹, dan serapan D6R pada panjang gelombang 561 cm⁻¹ (Wang, dkk., 2012).



Gambar 2.12 Spektra inframerah zeolit faujasit (Wang, dkk., 2012)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret-September 2019 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral Mineral dan Material Maju FMIPA Universitas Negeri Malang (UM), Laboratorium *Scanning Electron Microscopy* (SEM) Fakultas Teknik Mesin ITS, dan Laboratorium Material dan Metalurgi ITS.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, *magnetic stirrer* (pengaduk magnet), *hot plate*, oven (*Fischer Scientific*), mortar dan alu, botol semprot, pH universal, *aluminium foil*, ayakan 200 mesh, kertas saring, tanur (Heraeus tipe M 110), reaktor hidrotermal, XRD (Philip tipe X pert MPD), XRF (PAN analytical tipe Minipal 4), FTIR (Varian FT 1000), dan SEM (HITACHI FLEXSEM 1000).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah kaolin Blitar, akuades, natrium hidroksida (NaOH 99%), asam klorida (HCl) 1M, aluminium oksida (Al₂O₃), dan perak nitrat (AgNO₃).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakterisasi kaolin, metakaolin, dan zeolit X hasil sintesis menggunakan metode hidrotermal dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Tahapan awal yaitu kaolin diubah menjadi material yang reaktif menggunakan metode alkali fusi dengan perbandingan rasio $\text{NaOH}/\text{kaolin}$ (b/b) 2 : 1, kemudian dilanjutkan dengan proses kalsinasi pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Tahapan selanjutnya yaitu sintesis zeolit X dari metakaolin menggunakan metode hidrotermal dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,0067 ; 0,34 ; 0,5 ; 0,67.

Karakterisasi kandungan unsur di dalam kaolin sebelum dan setelah alkali fusi menggunakan XRF. Karakterisasi dengan FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi dari kaolin sebelum dan setelah alkali fusi, serta zeolit X hasil sintesis. Karakterisasi dengan XRD digunakan untuk mengetahui puncak spesifik dari kaolin sebelum dan setelah alkali fusi, serta puncak zeolit X hasil sintesis, sedangkan SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan dari kaolin sebelum dan setelah alkali fusi, serta zeolit X hasil sintesis dan zeolit X hasil sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Preparasi sampel kaolin
2. Karakterisasi kaolin menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM
3. Pengubahan kaolin menjadi material yang reaktif dengan metode alkali fusi
4. Karakterisasi kaolin setelah alkali fusi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM

5. Sintesis zeolit X dengan variasi mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,0067 ; 0,34 ; 0,5 ; 0,67.
6. Karakterisasi zeolit X menggunakan XRD, FTIR, dan SEM
7. Analisa data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel Kaolin

Sampel kaolin dihaluskan menggunakan mortar dan alu, kemudian diayak menggunakan ayakan 200 mesh. Selanjutnya, sampel yang lolos ayakan 200 mesh dicuci menggunakan akuades lalu dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$. Sampel yang telah kering dicuci menggunakan asam klorida (HCl) 1M. Kaolin sebanyak 10 gram ditambahkan 20 mL HCl, kemudian diaduk menggunakan *strirrer* selama 1 jam untuk melarutkan kandungan logamnya. Selanjutnya, kaolin disaring dan dicuci dengan akuades hingga didapatkan filtrat dengan pH 7. Filtrat hasil penyaringan ditetesi dengan AgNO_3 untuk mengetahui kandungan ion Cl^- yang tersisa. Kaolin dengan pH netral dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$. Kemudian, dilakukan karakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM.

3.5.2 Perubahan Kaolin Menjadi Metakaolin (Ma, dkk. 2014)

Pengubahan kaolin menjadi metakaolin dilakukan dengan metode alkali fusi yang dilanjutkan dengan kalsinasi. Sebanyak 4 g kaolin dan 8 g NaOH dicampur dan digerus selama 30 menit, kemudian dikalsinasi pada suhu $600\text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 jam. Hasil sintesis metakaolin dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM.

3.5.3 Sintesis Zeolit X

Sintesis zeolit X dilakukan dengan cara mencampurkan 2,93 gram metakaolin, 1,01 gram Al_2O_3 , dan 0,8 gram NaOH ke dalam beaker glass, kemudian ditambahkan dengan 32,5 mL akuades ke dalam beaker glass (sampel F-2). Campuran reaktan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 2 jam dan dilakukan pemeraman selama 10 hari. Selanjutnya, sampel dimasukkan dalam botol hidrotermal dan dilakukan kristalisasi pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam dalam reaktor hidrotermal. Kristal zeolit disaring dan dicuci menggunakan akuades sampai pH 9 atau 10, selanjutnya padatan zeolit dikeringkan dalam oven pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam. Kemudian, sampel dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, dan SEM. Diulangi perlakuan tersebut sesuai komposisi bahan yang tercantum pada Tabel 3.2.

Berdasarkan perhitungan pada lampiran 2, komposisi bahan yang digunakan tercantum pada Tabel 3.1. Sedangkan, komposisi rasio mol untuk sintesis zeolit X ditampilkan pada Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis zeolit X variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

Sampel	Massa Metakaolin	Massa Al_2O_3	Massa NaOH	Massa H_2O
F-1	2,9354 gram	1,0176 gram	0 gram	32,5 mL
F-2	2,9354 gram	1,0176 gram	0,8 gram	32,5 mL
F-3	2,9354 gram	1,0176 gram	1,2 gram	32,5 mL
F-4	2,9354 gram	1,0176 gram	1,6 gram	32,5 mL

Keterangan: Rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ F-1 = 0,0067; F-2= 0,34; F-3= 0,5; F-4= 0,67

Tabel 3.2 Komposisi rasio mol sintesis zeolit X

Sampel	Komposisi Mol			
	SiO_2	Al_2O_3	Na_2O	H_2O
F-1	3	1	0,02	180,6
F-2	3	1	1,02	180,6
F-3	3	1	1,5	180,6
F-4	3	1	2	180,6

3.6 Karakterisasi

3.6.1 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi Menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)*

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

3.6.2 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD)

Sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus, ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α sebesar 1,541 Å dengan sudut 2 θ sebesar 5-60° dengan kecepatan 3°/detik.

3.6.3 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*

Sampel serbuk halus sebanyak 10 mg digerus bersama 300 mg serbuk KBr kering dalam *mortar agate*. Selanjutnya ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Pellet yang sudah terbentuk ditempatkan dalam sampel holder dan dianalisa menggunakan instrument FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.6.4 Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X menggunakan SEM

Masing-masing sampel diambil 5 mg dan diletakkan dalam sampel *holder*. Selanjutnya, sampel dianalisa morfologinya menggunakan perbesaran

5.000- 20.000 kali hingga terlihat morfologi permukaan dan bentuk partikel dengan jelas.

3.7 Analisa Data

3.7.1 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Data hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRF ditampilkan dalam bentuk Tabel yang menunjukkan persentase unsur yang terkandung dalam kaolin. Selanjutnya dihitung persentase kandungan Si/Al, jika rasio Si/Al kurang dari atau lebih dari 1,5 maka diperlukan penambahan silika atau alumina yang sesuai dengan rasio Si/Al zeolit X.

3.7.2 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Data hasil karakterisasi yang diperoleh menggunakan XRD berupa difraktogram. Data difraktogram kaolin digunakan untuk menentukan puncak spesifik kaolin dan pengotornya. Data difraktogram metakaolin digunakan untuk mengetahui keberhasilan sintesis metakaolin yang merupakan material amorf. Pembentukan struktur zeolit X ditentukan oleh kemunculan puncak pada daerah 2θ pada difraktogram. Kemudian pola puncak-puncak yang terbentuk dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui terbentuknya kristal zeolit X. Semakin tinggi intensitas puncak yang diperoleh menandakan bahwa kristal zeolit X semakin banyak terbentuk.

Berdasarkan difraktogram zeolit yang diperoleh, maka ukuran kristal dapat ditentukan menggunakan Persamaan 3.2 (Persamaan Debye-Scherrer).

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots(3.2)$$

Dengan D adalah ukuran kristal (nm), K adalah konstanta (0,9), λ adalah panjang gelombang sinar-X (nm), β adalah *full width at half maximum* (FWHM) dan θ adalah sudut sinar-X.

3.7.3 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR)

Data hasil karakterisasi dengan FTIR berupa spektra inframerah. Spektra tersebut berupa pola pita-pita serapan inframerah yang muncul pada frekuensi vibrasi spesifik oleh molekul-molekul yang ada pada material. Pita-pita serapan inframerah tersebut muncul berdasarkan pada % transmittan dan bilangan gelombang. Spektra yang didapatkan kemudian dianalisis dengan cara dibandingkan dengan standar.

3.7.4 Analisis Data Hasil Karakterisasi Kaolin Sebelum dan Sesudah Alkali Fusi, serta Zeolit X Menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

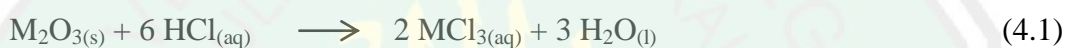
Data hasil karakterisasi yang diperoleh tiap-tiap sampel menggunakan SEM berupa foto morfologi permukaan meliputi bentuk, ukuran, dan keseragaman partikel. Morfologi kaolin berupa layer, morfologi metakaolin berupa material amorf, dan morfologi zeolit X berupa kristal. Dari variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ ditentukan morfologi zeolit X yang seragam.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Komposisi Unsur Kaolin Alam Blitar

Kaolin alam merupakan hasil bahan tambang yang mempunyai kandungan silika, alumina, juga pengotor-pengotor fisik dan logam. Untuk menghilangkan pengotor-pengotor fisik dan logam dilakukan proses pencucian menggunakan HCl 1 M. Adapun reaksi yang terjadi pada saat pelarutan logam-logam pengotor dalam kaolin menggunakan HCl dapat dilihat pada Persamaan 4.1 dan 4.2.



Pencucian kaolin menggunakan HCl 1M menyebabkan munculnya anion Cl^- yang masih tersisa. Ion Cl^- dapat mengganggu pada saat proses perombakan struktur kaolin, sehingga untuk menghilangkan ion tersebut dilakukan dengan cara penetralan menggunakan akuades. Keberadaan ion Cl^- pada sampel kaolin dapat diketahui dengan cara penambahan AgNO_3 pada filtrat hasil pencucian. Dilakukan pencucian kaolin sampai tidak terbentuk endapan putih berupa AgCl .

Perubahan persentase kandungan-kandungan logam pada kaolin sebelum dan sesudah pencucian menggunakan HCl 1 M dapat diketahui dari hasil analisis menggunakan XRF yang ditampilkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Kandungan unsur dalam kaolin

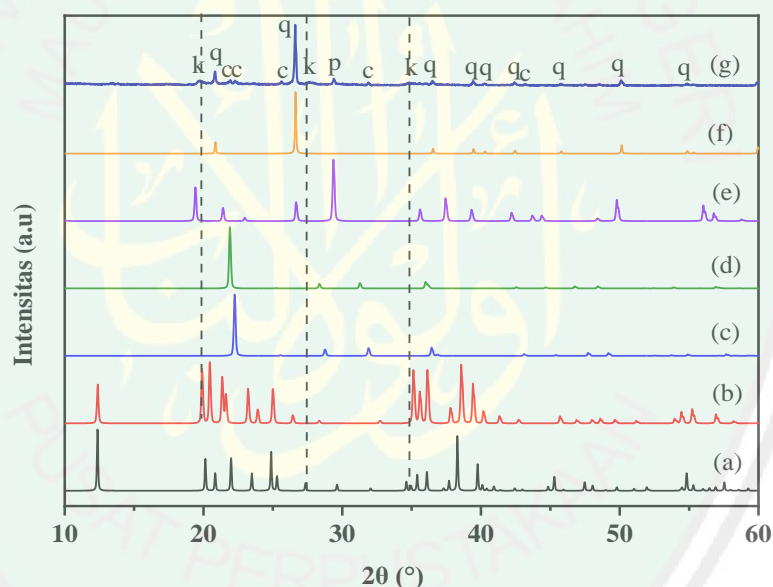
Unsur	Konsentrasi (%wt) sebelum dicuci dengan HCl 1M	Konsentrasi (%wt) sesudah dicuci dengan HCl 1M
Al	7,5	7,9
Si	41,0	51,6
K	4,22	4,75
Ca	29,2	15,3
Ti	1,2	1,32
V	0,04	0,05
Cr	0,052	0,057
Mn	1,63	1,99
Fe	13,8	15,8
Cu	0,12	0,12
Zn	0,02	0,03
Sr	0,68	0,61
Ba	0,1	-
Yb	-	0,06
Eu	0,2	0,2
Re	0,2	0,2

Berdasarkan Tabel 4.1. diketahui bahwa persentase Si/Al kaolin setelah pencucian menggunakan HCl 1 M mengalami peningkatan yaitu dari 5,47 menjadi 6,53. Persentase silika (Si) mengalami peningkatan karena unsur tersebut relatif tidak reaktif terhadap asam pada suhu ruang atau pada suhu tinggi (Cotton dan Wilkison, 1989). Pencucian menggunakan HCl 1 M tidak menyebabkan penurunan logam-logam yang signifikan, hanya beberapa logam yang sifatnya larut dalam asam yang mengalami penurunan persentase. Logam Ca, Sr, dan Ba merupakan unsur golongan alkali tanah yang sifatnya mudah larut dalam asam encer (Sugiyarto, 2010). Sebagian besar logam tidak mengalami penurunan persentase karena logam-logam tersebut merupakan oksida logam transisi yang stabil (Shevla, 1990). Selain itu, logam-logam tersebut juga berfungsi sebagai kation pengimbang dalam struktur kaolin yang rigid sehingga tidak mudah dihilangkan menggunakan asam klorida encer.

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

Kaolin merupakan material yang stabil pada suhu tinggi dan non reaktif.

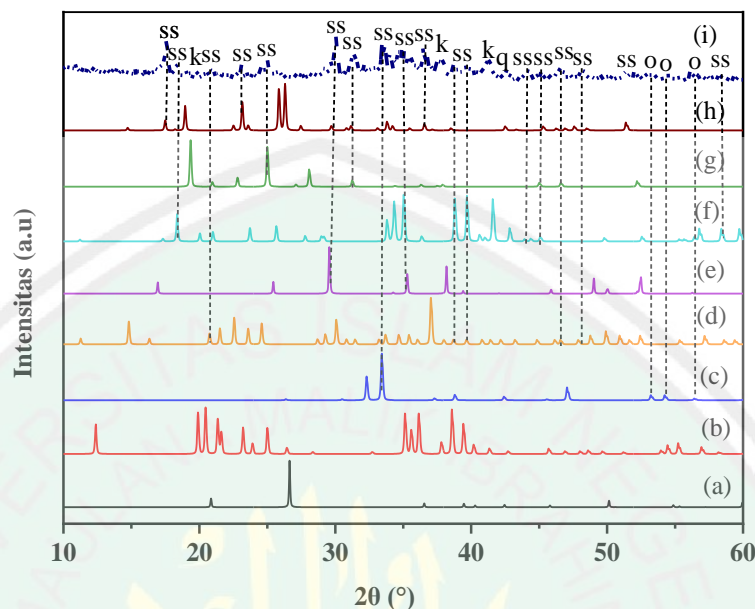
Sebelum digunakan sebagai prekursor sintesis zeolit, kaolin dianalisa menggunakan XRD untuk mengetahui senyawa apa saja yang terkandung di dalam kaolin. Berdasarkan hasil analisa XRD kaolin yang ditampilkan pada Gambar 4.1 (g) menunjukkan bahwa terdapat tiga puncak khas kaolin. Selain itu, muncul puncak-puncak mineral piropilit, kristobalit, dan kuarsa dengan jumlah yang lebih dominan. Adanya pengotor mineral lain di dalam kaolin menunjukkan bahwa kaolin Blitar termasuk dalam kelompok *low-grade* prekursor.



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 (RRUFF), (g) kaolin alam Blitar (k: kaolin, c: kristobalit, q: kuarsa, dan p: piropilit)

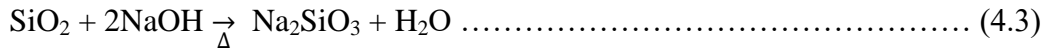
Penggunaan kaolin sebagai material sintesis zeolit harus diubah terlebih dahulu menjadi material yang reaktif melalui proses alkali fusi yaitu penambahan NaOH disertai dengan proses kalsinasi. Setelah proses alkali fusi, kaolin

mengalami perubahan struktur yang dianalisis menggunakan XRD dan ditampilkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram (a) standar kuarsa (RRUFF), (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), (i) hasil proses alkali fusi (k= kaolin, ss= sodium silikat, o: sodium oksida, q: kuarsa)

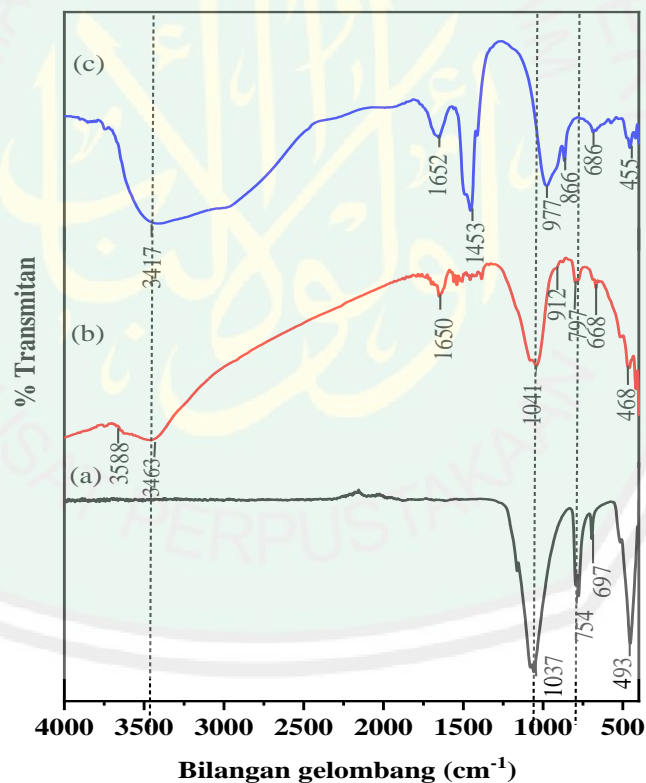
Berdasarkan analisa XRD pada Gambar 4.2 (i) puncak kaolin dan kuarsa berkurang dan terbentuk metakaolin, sodium oksida, dan sodium silikat yang lebih dominan. Sodium silikat terbentuk karena adanya kandungan kuarsa yang tinggi dalam kaolin yang bereaksi dengan NaOH pada saat proses alkali fusi dan ditunjukkan pada Persamaan 4.3 (Pranowo, dkk. 2017). Sodium silikat merupakan salah satu sumber silika yang dapat digunakan untuk sintesis zeolit. Sehingga, terbentuknya sodium silikat pada saat proses alkali fusi adalah cara yang efektif untuk diterapkan pada material *low grade* seperti kaolin Blitar.



Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin sebelum dan sesudah proses alkali fusi

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		Keterangan (Jenis Vibrasi)
Kaolin	MK + SS	
3588	-	Regangan Al-OH antar lapisan*
3463	3417	Regangan O-H*
1650	1652	H-O-H <i>Bending</i> *
-	1453	Regangan C-O asimetrik dari Na ₂ CO ₃ ***
1041	977	Regangan <i>T-O-T</i> asimetrik tetrahedral
912	-	Regangan Al-O (oktahedral)*
-	866	Regangan Al-O (tetrahedral)**
797	-	Regangan Si-O bebas (kuarsa)*
668	686	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik**
468	455	<i>T-O-T bending</i> asimetrik *

*Saikia dan Parthasarathy (2010), **Ekosse (2005), ***Carrasco, dkk., (2014) (T : Si atau Al, MK: Metakaolin, SS: Sodium Silikat)



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

Perubahan kaolin sebelum dan setelah proses alkali fusi juga dianalisa menggunakan FTIR untuk mengetahui pergeseran gugus fungsi dan vibrasi molekul yang ditampilkan pada Gambar 4.3. Interpretasi spektra FTIR dari kaolin sebelum dan sesudah proses alkali fusi dirangkum pada Tabel 4.2. Berdasarkan analisa menggunakan FTIR pada Gambar 4.3 (b) yang merupakan spektra kaolin alam Blitar mirip dengan spektra standar kuarsa Gambar 4.3 (a). Hal ini menunjukkan bahwa kaolin alam Blitar banyak mengandung pengotor kuarsa ditandai dengan adanya serapan vibrasi silika bebas pada bilangan gelombang 797 cm^{-1} .

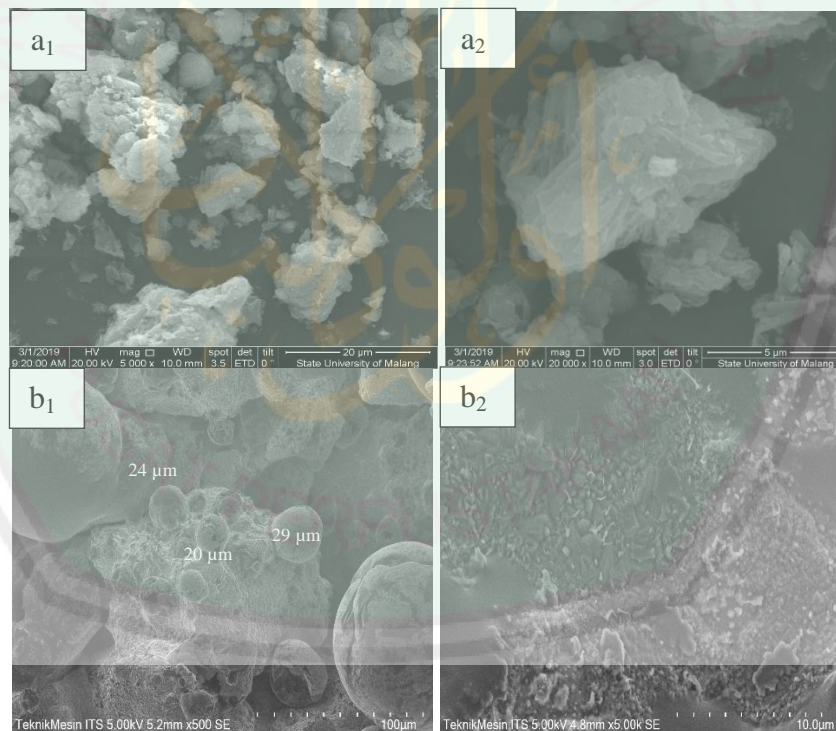
Pergeseran gugus fungsi kaolin setelah mengalami proses alkali fusi ditampilkan pada Gambar 4.3 (c). Pada spektra hasil alkali fusi, serapan vibrasi pada daerah 3588 cm^{-1} menghilang yang disebabkan karena adanya pelepasan molekul H_2O pada saat kalsinasi, sehingga menyebabkan hilangnya regangan Al-OH antar lapisan. Selain itu, serapan vibrasi pada daerah 797 cm^{-1} menghilang yang disebabkan karena SiO_2 bebas dari kuarsa berubah menjadi sodium silikat. Setelah proses alkali fusi, perubahan kaolin menjadi metakaolin menyebabkan pergeseran serapan T-O-T asimetrik pada 1041 cm^{-1} menjadi 977 cm^{-1} , serta hilangnya serapan vibrasi pada daerah 912 cm^{-1} yang merupakan regangan Al-O oktahedral dan muncul serapan vibrasi baru pada daerah 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 berhasil berubah menjadi metakaolin.

Proses alkali fusi melibatkan adanya penambahan NaOH yang bersifat higroskopis, sehingga pada serapan 3417 cm^{-1} terjadi pelebaran serapan vibrasi O-

H disebabkan karena terbentuknya sodium silikat yang higroskopis pula. Terdapat serapan baru pada daerah 1453 cm^{-1} yang merupakan serapan dari regangan C-O asimetrik Na_2CO_3 (Carrasco, dkk. 2014). Serapan tersebut muncul karena adanya reaksi sodium silikat dengan gas karbondioksida di udara yang ditunjukkan melalui Persamaan 4.4 (Maia, dkk., 2015).



Berdasarkan dari hasil analisa FTIR, proses alkali fusi menyebabkan terbentuknya metakaolin dan juga sodium silikat yang lebih dominan dan sesuai dengan hasil analisa XRD pada kaolin setelah alkali fusi.



Gambar 4.4 Morfologi SEM kaolin Blitar sebelum alkali fusi (a_1) perbesaran 5.000x, (a_2) 20.000x dan kaolin setelah alkali fusi (b_1) perbesaran 500x, (b_2) 5.000x

Perubahan morfologi kaolin menjadi metakaolin dan sodium silikat dianalisa menggunakan SEM yang ditampilkan pada Gambar 4.4. Gambar 4.4 (a₁ dan a₂) menunjukkan morfologi partikel dari kaolin berupa lempengan pipih yang tersusun berlapis-lapis dan bertumpuk. Sementara itu, Gambar 4.4 (b₁) menunjukkan morfologi partikel dari sodium silikat yang berbentuk bulat (*spheric*) dan memiliki kisaran ukuran partikel sebesar 20-29 μm . Pada Gambar 4.4 (b₂) menunjukkan topografi (permukaan) dari partikel yang terlihat tidak rata. Berdasarkan hasil karakterisasi menggunakan XRD, FTIR, dan SEM perubahan kaolin menjadi metakaolin dan sodium silikat sudah sempurna.

Tabel 4.3 Data XRF kaolin setelah alkali fusi

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

Sebelum digunakan sebagai prekursor untuk sintesis zeolit X, kaolin setelah alkali fusi dianalisa menggunakan XRF vakum dan XRF Helium yang ditampilkan pada Tabel 4.3. Berdasarkan hasil XRF vakum diketahui bahwa

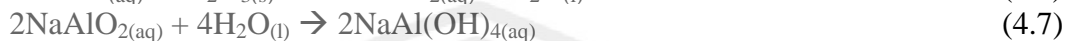
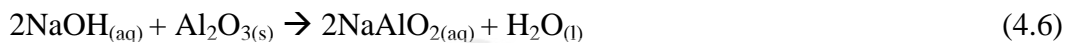
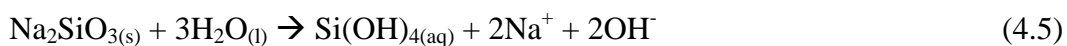
kandungan silika sebesar 28,7% dan alumina 3,6% sehingga dapat diketahui bahwa rasio Si/Al yang diperoleh yaitu 7,97. Kandungan unsur natrium (Na) dalam sampel sangat berpengaruh untuk mensintesis zeolit X. Untuk melengkapi pengujian tersebut, maka digunakan XRF Helium dan diperoleh persentase unsur natrium pada kaolin setelah alkali fusi sebesar 19%.

Intensitas atau persentase unsur yang terbaca pada XRF vakum dan Helium memiliki perbedaan. Pada XRF vakum sinar yang teremisikan dari unsur-unsur ringan (*light elements*) yang memiliki energi rendah akan langsung diserap oleh udara dan menyebabkan persentase unsur-unsur tersebut tidak dapat terbaca oleh detektor. Sedangkan, pada XRF Helium unsur-unsur ringan (*light elements*) seperti natrium hingga fluorin lebih mudah terbaca oleh detektor dan XRF tersebut tidak mempengaruhi radiasi dari *heavy elements* (Brouwer, 2010).

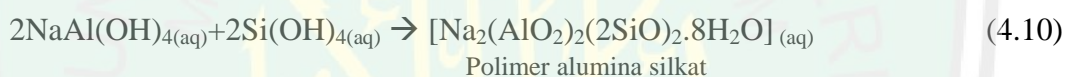
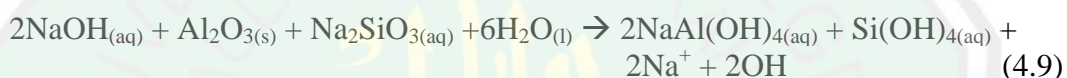
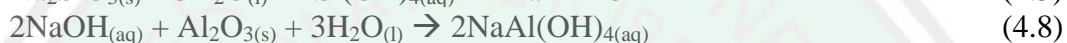
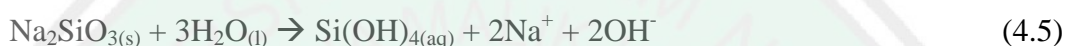
4.3 Karakteristik Zeolit X yang Disintesis Menggunakan Metode Hidrotermal

Sintesis zeolit X dilakukan menggunakan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 ; 0,34 ; 0,5, dan 0,67. Sumber Na_2O yang digunakan pada penelitian ini adalah larutan NaOH yang merupakan salah satu larutan yang berpengaruh terhadap kemurnian produk zeolit sintetik. NaOH dapat berfungsi sebagai *hard template* atau agen pengarah struktur pada saat proses kristalisasi. Ion Na^+ berperan sebagai *metalizer* karena di dalam zeolit terdapat muatan negatif yaitu ion Al sehingga dibutuhkan kation pengimbang sebagai penetral, sedangkan ion OH^- berperan sebagai *mineralizer* yang akan mempercepat transformasi struktur zeolit (Pan, dkk. 2014). Alkalinitas yang semakin tinggi dalam suatu sistem akan menyebabkan kelarutan sumber Si dan Al menjadi besar (Johnson dan Arshad,

2014). Adapun reaksi yang terjadi pada saat pembuatan zeolit X ditunjukkan pada Persamaan 4.5 – 4.11.



Penjumlahan reaksi pada Persamaan 4.5 dan 4.8

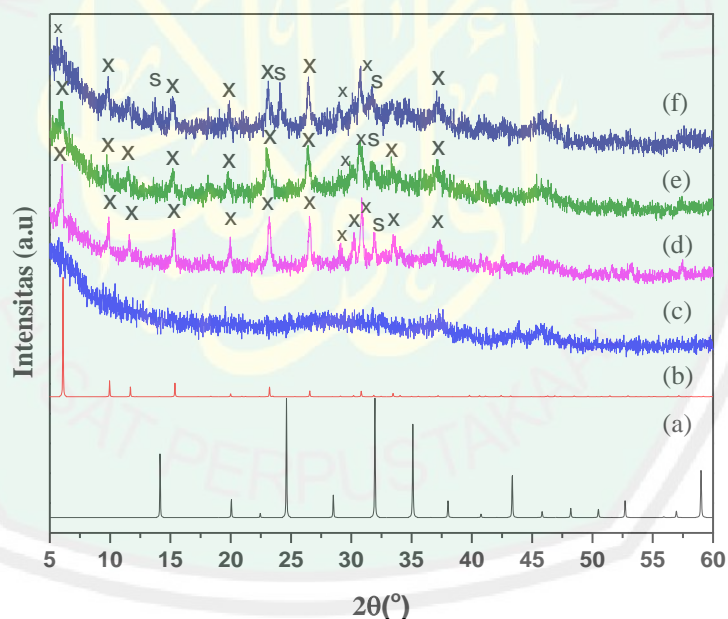


Sodium silikat hasil alkali fusi akan bereaksi dengan air dan membentuk spesi silikat (Persamaan 4.5). NaOH yang berlebih akan bereaksi dengan alumina dan membentuk sodium aluminat (Persamaan 4.6) dan selanjutnya membentuk spesi aluminat ($[\text{Al}(\text{OH})_4]^-$) (Persamaan 4.7). Spesi silikat yang terbentuk bersifat reaktif disebabkan karena keelektronegatifan silika (1,90) lebih besar dibandingkan alumina (1,61) yang menyebabkan adanya pasangan elektron bebas dari atom oksigen (O) pada silikat, sehingga akan bereaksi dengan mengikat spesi silikat lainnya. Spesi silikat juga akan bereaksi dengan spesi aluminat dan membentuk polimer alumina silikat (Persamaan 4.10).

Pembentukan kristal zeolit X dimulai pada saat proses pemeraman (*aging*) yang dilakukan selama 10 hari. Proses pemeraman berfungsi untuk meningkatkan

kristalinitas dari zeolit dan untuk menghomogenkan reaktan sehingga pembentukan kristal zeolit akan lebih maksimal. Pemeraman yang lama membentuk produk zeolit yang lebih seragam karena akan lebih banyak silikat yang berikatan dengan aluminat dan membentuk polimer alumina silikat, sehingga jumlah inti yang terbentuk lebih banyak dan seragam (Johnson dan Arsyad, 2014).

Setelah proses pemeraman akan dilanjutkan dengan proses pemanasan (kristalisasi) menggunakan metode hidrotermal. Proses ini bertujuan untuk menyempurnakan pertumbuhan dan menyeragamkan kristal zeolit yang terbentuk. Pada saat sintesis menggunakan metode hidrotermal campuran alumina silikat mengalami penataan ulang sehingga strukturnya menjadi lebih teratur dan terbentuk kristal (Persamaan 4.11).



Gambar 4.5 Difraktogram (a) standar zeolit sodalit (IZA), (b) standar zeolit X (IZA 439-443), zeolit X rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: (c) 0,0067 ; (d) 0,34 ; (e) 0,5 ; (f) 0,67 (X: zeolit X dan S: sodalit)

Hasil sintesis zeolit dianalisis menggunakan XRD untuk mengidentifikasi fase kristal dan jenis zeolit yang terbentuk. Hasil XRD zeolit hasil sintesis

tersebut kemudian dibandingkan dengan difraktogram dari *International Zeolite Association* (IZA). Difraktogram XRD zeolit X sintetis dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ ditampilkan pada Gambar 4.5. Pada Gambar 4.5 (c) rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 menghasilkan difraktogram yang amorf karena belum terbentuk puncak difraksi dari zeolit X. Kadar NaOH terlalu rendah menyebabkan silika amorf belum larut secara sempurna sehingga tidak bisa membentuk kristal zeolit (Pan, dkk. 2014).

Sedangkan, pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 menghasilkan zeolit X dengan sedikit pengotor sodalit serta memiliki intensitas difraksi yang tinggi dan tajam. Puncak difraksi yang terlihat jelas, tajam, dan intensitas yang tinggi menandakan bahwa pantulan sinar-X yang dihasilkan semakin banyak karena susunan kristalnya yang semakin teratur (Hamid, 2015). Semakin tinggi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ intensitas difraksi dari zeolit X semakin rendah dan muncul pengotor sodalit yang semakin banyak. Pengotor dari zeolit X umumnya berupa sodalit disebabkan karena keduanya mempunyai rasio Si/Al yang rendah. Selain itu, sodalit merupakan pembentuk unit sekunder dari kerangka zeolit X (Kovo, 2009).

Zeolit X tersusun dari sodalit *cages* dan struktur cincin terbuka (D6R) sehingga menyebabkan strukturnya memiliki densitas yang kecil dan pori-pori yang besar dan ion OH^- akan lebih mudah terdifusi ke dalam strukturnya. Semakin tinggi kebasaaan, ion OH^- akan semakin banyak masuk ke dalam struktur zeolit X. Hal tersebut menyebabkan alumina dan silika pada zeolit akan larut kembali dan pada waktu yang sesuai (pemanasan dan suhu tertentu), spesi aluminat dan silikat akan membentuk struktur zeolit lagi tetapi dengan kestabilan yang lebih tinggi yaitu struktur kerangka sodalit (Subotic, dkk. 1980)

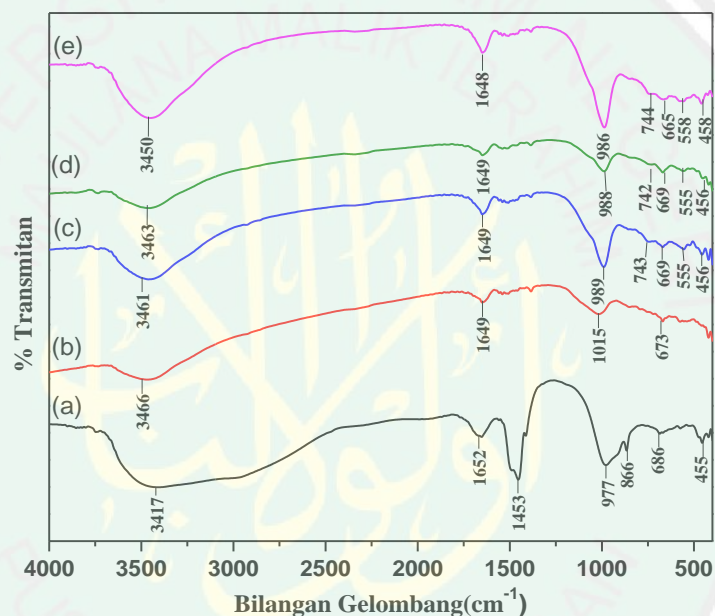
Tabel 4.4 Ukuran kristal zeolit X variasi rasio mol Na₂O/SiO₂

Produk	2 Theta (°)	Ukuran Kristal (nm)	Ukuran Kristal Rata-Rata (nm)
Zeolit X rasio 0,34	6,04	158	80,99
	23,23	38,77	
	26,58	46,21	
Zeolit X rasio 0,5	6,01	29,64	33,04
	23,02	23,26	
	26,35	46,23	
Zeolit X rasio 0,67	9,81	39,43	38,91
	23,07	38,78	
	26,42	38,53	

Data dari hasil analisa XRD juga dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal zeolit. Untuk menghitung ukuran kristal zeolit dapat menggunakan persamaan *Debye Scherer's*. Berdasarkan hasil perhitungan yang disajikan pada Tabel 4.4 diketahui bahwa ukuran kristal zeolit X pada rasio mol Na₂O/SiO₂: 0,34 lebih besar dibandingkan rasio mol Na₂O/SiO₂: 0,5 dan 0,67. Hal ini sesuai dengan hasil analisa XRD yang menunjukkan bahwa puncak difraksi dari zeolit X rasio mol Na₂O/SiO₂: 0,34 memiliki intensitas yang tinggi dan tajam dibandingkan zeolit X rasio mol Na₂O/SiO₂: 0,5 dan 0,67. Puncak yang relatif tajam menandakan bahwa ukuran kristal yang terbentuk semakin kecil (Ginting, dkk. 2005). Selain itu, tingkat kebasaaan yang semakin tinggi akan meningkatkan laju nukleasi dan menyebabkan konsentrasi ion OH⁻ semakin meningkat. Bertambahnya jumlah ion OH⁻ akan meningkatkan kelarutan spesi alumina silikat sehingga dapat membentuk kristal dengan ukuran yang lebih kecil (Ali, dkk. 2011).

Keberhasilan sintesis zeolit X juga dianalisis menggunakan FTIR yang ditampilkan pada Gambar 4.6. Spektra dari kaolin setelah alkali fusi dan hasil sintesis zeolit menampilkan serapan pada daerah 3400 cm⁻¹ yang merupakan

regangan O-H dari air (Socrates, 1994), gugus tersebut muncul dalam bentuk Si-OH atau Al-OH dan menghasilkan puncak yang melebar. Serapan pada daerah tersebut diperkuat dengan adanya serapan pada daerah $1650-1600\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi O-H *bending* dari molekul air. Kaolin setelah alkali fusi bertransformasi menjadi zeolit ditandai dengan hilangnya serapan vibrasi pada 1453 cm^{-1} yang merupakan regangan C-O dari sodium silikat dan serapan pada 866 cm^{-1} yang merupakan regangan Al-O tetrahedral dari metakaolin.



Gambar 4.6 Hasil spektra FTIR (a) kaolin setelah alkali fusi, zeolit X dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: (b) 0,0067 ; (c) 0,34 ; (d) 0,5 ; (e) 0,67

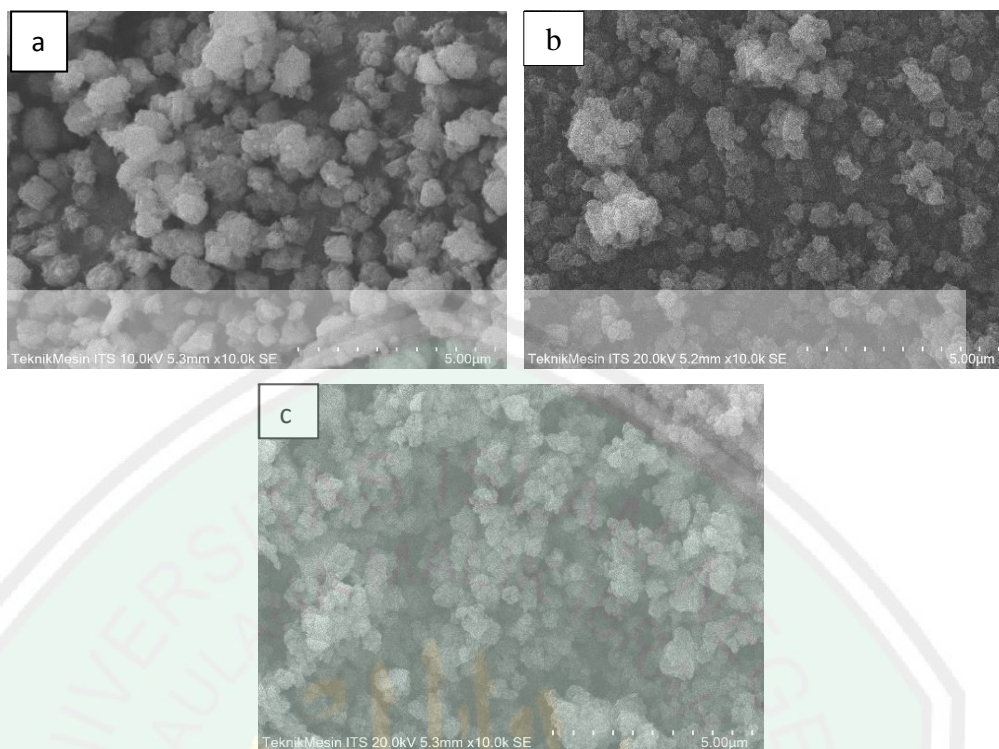
Selanjutnya, pada hasil spektra FTIR kaolin setelah alkali fusi dan zeolit sintetik muncul serapan pada daerah $1250-950\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan regangan *T-O-T* asimetrik internal tetrahedral. Tingkat kebasaan yang semakin tinggi menyebabkan intensitas serapan semakin tajam, hal tersebut menunjukkan bahwa semakin banyak serapan dari suatu gugus fungsi yang terbentuk dan dimungkinkan zeolit yang terbentuk juga semakin banyak (Purbaningias dan

Prasetyoko, 2010). Selain itu, adanya peningkatan polimerisasi alumina silikat menyebabkan serapan *T-O-T* asimetrik internal tetrahedral pada zeolit bergeser ke bilangan gelombang yang lebih besar (Wang, dkk., 2012). Serapan lain muncul pada daerah 820-720 cm^{-1} , 720-650 cm^{-1} , dan $\approx 450 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan serapan dari *T-O-T* unit tetrahedral pada struktur zeolit (Goncalves, dkk. 2008). Terbentuknya zeolit X ditandai dengan munculnya serapan pada daerah 650-500 cm^{-1} yang mengindikasikan regangan cincin D6R (*Double Six Rings*) (Auerbach, dkk. 2003). Serapan tersebut merupakan ciri khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif pada perubahan struktur karena setiap jenis zeolit memiliki struktur cincin ganda yang berbeda-beda. Interpretasi pergeseran gugus fungsinya dirangkum pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Interpretasi hasil FTIR kaolin setelah alkali fusi dan zeolit NaX variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

KAF	Bilangan gelombang (cm^{-1})				Jenis Vibrasi
	Rasio 0,0067	Rasio 0,34	Rasio 0,5	Rasio 0,67	
3417	3466	3461	3463	3450	Regangan O-H**
1652	1649	1649	1649	1648	H ₂ O <i>bending</i> **
1453	-	-	-	-	Regangan C-O asimetrik dari Na ₂ CO ₃ ***
977	1015	989	988	986	Regangan <i>T-O-T</i> asimetrik internal tetrahedral*
866	-	-	-	-	Regangan Al-O tetrahedral****
-	-	743	742	744	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik eksternal*
686	673	669	669	665	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik internal*
-	-	555	555	558	Regangan D6R*
455	-	456	456	458	Regangan <i>T-O-T bending</i> *

*Flanigen, dkk. (1991), **Socrates (1994), ***Carrasco, dkk. (2014), ****Ekosse (2005), (KAF = Kaolin Alkali Fusi, *T* = Si atau Al)



Gambar 4.7 Morfologi sintesis zeolit X perbesaran 10.000x dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: (a) 0,34 ; (b) 0,5 ; (c) 0,67

Karakterisasi selanjutnya yaitu menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi partikel zeolit yang terbentuk. Umumnya zeolit X memiliki kerangka struktur faujasit dan morfologinya berbentuk kubus (Panek, dkk. 2014). Hasil karakterisasi zeolit X ditampilkan pada Gambar 4.7. Pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 Gambar 4.7 (a) memiliki morfologi dengan bentuk kubus meskipun tidak seragam karena masih mengandung pengotor sodalit dan partikelnya lebih besar dibandingkan rasio mol lainnya. Sedangkan, pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,5 dan 0,67 Gambar 4.7 (b dan c) memiliki morfologi yang berukuran lebih kecil dan partikel semakin *overlapping* dengan semakin tingginya rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$. Hal tersebut sesuai dengan pola difraksi sinar-X yang terbentuk pada zeolit X sintetik. Semakin tinggi kebasaaan intensitas relatif dari zeolit X semakin menurun dan semakin banyak muncul sodalit sebagai pengotor. Umumnya morfologi dari

sodalit berbentuk bola (Hums, 2017). Berdasarkan hasil analisa SEM, morfologi dari sodalit kurang terlihat disebabkan karena analisa SEM hanya mencakup satu titik saja dan tidak mencakup keseluruhan partikel.

Diameter partikel zeolit X tiap rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dapat diukur menggunakan software Image-J. Hasil analisa diameter ukuran partikel disajikan pada Tabel 4.6. Berdasarkan perhitungan tersebut diketahui bahwa ukuran partikel zeolit X semakin kecil dengan semakin tingginya rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$.

Tabel 4.6 Hasil perhitungan diameter partikel rata-rata zeolit X variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

No	Produk	Diameter partikel rata-rata (nm)
1	Zeolit X rasio 0,34	795,50
2	Zeolit X rasio 0,5	517,59
3	Zeolit X rasio 0,67	402,93

4.4 Sintesis Zeolit dalam Perspektif Islam

Penelitian mengenai “Sintesis Zeolit X dari Kaolin dengan Variasi Rasio Mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ Menggunakan Metode Hidrotermal” ini merupakan penelitian yang memanfaatkan bahan tambang berupa kaolin. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surah Al-Fathir ayat 27 yang menjelaskan bahwa Allah mempunyai kekuasaan untuk menciptakan gunung-gunung dengan berbagai macam warna. Terdapat kalimat **جُدَّد** pada ujung kalimat surah tersebut yang menurut para mufassir berarti bermacam-macam warna. Warna-warna tersebut mengartikan mineral-mineral yang terkandung di dalam bumi seperti tembaga, besi, perak, aluminium, dan sebagainya. Hal ini sesuai dengan hasil XRF dari kaolin yang juga mengandung logam-logam tersebut.

Sintesis zeolit X dilakukan dengan empat variasi rasio mol yaitu $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067; 0,34; 0,5; dan 0,67. Hasil menunjukkan bahwa adanya

perbedaan komposisi rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ dapat mempengaruhi kemurnian dari zeolit X. Zeolit X yang memiliki kemurnian tinggi dihasilkan pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34, sedangkan rasio lainnya memiliki tingkat kemurnian yang lebih rendah. Hal tersebut dapat disebabkan karena terdapat beberapa metode dan parameter dalam sintesis zeolit X yang masih belum optimal. Berdasarkan penjelasan singkat tersebut maka diketahui bahwa Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu. Begitu pula dengan sintesis zeolit X ini perlu memperhatikan metode-metode yang digunakan untuk menghasilkan produk zeolit X yang murni seperti rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, waktu aging, suhu kristalisasi, dan rasio Si/Al yang digunakan. Allah SWT berfirman pada surah Al-Furqon ayat 2:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ
فَقَدَرَهُ قَدْرًا

Artinya: “Yang kepunyaanNya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan Dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya”(QS. Al-Furqan (25): 2).

Kata *قَدَر* artinya kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, dan sudah ditetapkan oleh Allah SWT terhadap segala sesuatu yang telah diciptakan-Nya. Ayat tersebut menjelaskan tentang tidak ada satupun ciptaan Allah yang tidak sempurna dan sia-sia, sebab segala sesuatu memiliki potensi dengan kadar yang tepat dan ukuran yang cukup (Shihab, 2002). Sintesis zeolit X yang masih tidak murni merupakan suatu kehendak Allah SWT agar peneliti bisa lebih memikirkan ukuran yang sesuai untuk mensintesis zeolit dan memahami metode

yang digunakan. Namun, hasil yang kurang murni tersebut masih bisa dimanfaatkan misalnya sebagai bahan pengemban senyawa antikanker, adsorben, penukar ion, dan lain-lain.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 menghasilkan zeolit X yang lebih dominan dengan sedikit pengotor sodalit. Pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,0067 belum terbentuk puncak difraksi khas zeolit, sedangkan pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,5 dan 0,67 menghasilkan zeolit X dengan intensitas difraksi rendah dan campuran pengotor sodalit yang semakin banyak. Hasil analisa FTIR pada rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 ; 0,5 ; 0,67 menghasilkan serapan khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif pada perubahan struktur pada bilangan gelombang $\approx 550 \text{ cm}^{-1}$. Hasil analisa SEM menunjukkan bahwa zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,34 memiliki morfologi dengan bentuk kubus meskipun tidak seragam, dan memiliki diameter partikel rata-ratanya yaitu 795,50 nm. Sedangkan, zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$: 0,5 dan 0,67 menghasilkan partikel yang berukuran lebih kecil dengan diameter partikel rata-ratanya secara berurutan yaitu 517,59 dan 402,93 nm.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan zeolit X sintetis yang dihasilkan masih berupa campuran dengan sodalit. Untuk menghasilkan zeolit X yang lebih murni maka:

1. Perlu dilakukan kajian metode preparasi kaolin untuk menurunkan konsentrasi logam-logam secara signifikan.
2. Setelah alkali fusi, mineral kaolin dan kuarsa yang sifatnya tidak reaktif masih tersisa, untuk menghilangkan mineral tersebut perlu dilakukan

penelitian lebih lanjut pada variasi suhu dan waktu pemanasan saat proses alkali fusi kaolin.

3. Saat mensintesis zeolit X juga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut pada waktu pemeraman, waktu kristalisasi, dan suhu kristalisasinya agar dapat mengetahui kondisi optimum untuk menghasilkan zeolit X yang lebih murni.



DAFTAR PUSTAKA

- Alkan, M., Hopa, C., Yilmas, Z., dan Guler, H. 2005. The Effect of Alkali Concentration and Solid/Liquid Ratio on The Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaA from Natural Kaolinite. *Microporous and Macroporous Materials*. 86: 176-184.
- Ali, I.O., Hassan, A.M., Mohamed, S., dan Soliman, K.S. 2011. Synthesis and Characterization of ZSM-5 Zeolite from Rice Husk and Their Adsorption of Pb^{2+} onto Unmodified and Sufactant-Modified Zeolite. *Separation and Modification Technology*. 83: 38-44.
- Al-Maraghi, A.M. 1993. *Terjemah Tafsir Al-Maraghi*. Semarang: Karya Toha Putra.
- Ambroise, J., Murat, M., Pera, J., 1986. Investigations on Synthetic Binders Obtained by Middle-Temperature Thermal Dissociation of Clay Minerals. *Silicates Industriels*. 7 (8): 99–107.
- Anita, S., dan Itnawita. 2014. Karakterisasi Zeolit dari Mineral Kaolin yang Berasal dari Desa Sencalang Kabupaten Indra Giri Hilir. *Jurnal Photon*. 4 (2).
- Anbia, M., Nejati, F.M., Jahangiri, M., Eskandari, A., Garshabi, V. 2015. Optimization of Synthesis Procedure for NaX Zeolite by Taguchi Experimental Design and its Application in CO_2 Adsorption. *Journal of Sciences*. 26(3): 213-222.
- Arifah, A. 2018. Sintesis Zeolit NaX dari Kaolin Blitar dengan Alkali Fusi Menggunakan Metode Hidrotermal dan Sonikasi Variasi Waktu Kristalisasi. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Uin Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Auerbach, M. C dan Dutta, P. 2003. *Zeolite Science and Technology*. New York: Marcell Dekker. Inc.
- Ayele, L., Pariente, J.P., Chebude, Y., dan Diaz, I. 2016. Conventional Versus Alkali Fusion Synthesis of Zeolite A From Low Garde Kaolin. *Applied Clay Science*.
- Barrer, R.M.. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolits*. London-New York: Academic Press, Inc.
- Belver, C., Muoz, M.A., dan Vicente, M.A. 2002. Chemical Activated Of A Kaolin Under Acid And Alkaline Conditions. *Chem. Mater*. 14: 2033-2043.

- Breck, D.W. 1974. *“Zeolit Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use”*. John Wiley & Sons. New York.
- Brouwer, Peter. 2010. *Theory of XRF*. Netherlands: PANalytical.
- Caballero, I., Colina, F.G., dan Costa, J. 2007. Synthesis of X-Type Zeolite From Dealuminated Kaolin by Reaction with Sulfuric Acid at High Temperature. *Ind. Eng. Chem. Res.* 46 (4): 1029-1038.
- Carrasco, M.T., Palomo, J.G., Puertas, F. 2014. Sodium Silicate Solutions from Dissolution of Glass Wastes Statistical Analysis. *Materials Construcción*. 64, ISSN: 0456-2746.
- Chandrasekhar, S dan Pramada, P.N. 1999. Investigation on the Synthesis of Zeolite NaX From Kerala Kaolin. *Journal of Porous Materials*. 6: 283-297.
- Chetam, D. A. 1992. *Solid State Compound*. California: Oxford University Press.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Cubillas, P dan Anderson, M. W. 2010. Crystal Growth and Nucleation. *Synthesis Mechanism*. 1-55.
- Cundy, C. S dan Cox, P. A. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursor, Intermediates, and Reaction Mechanism. *Microporous and Macroporous Materials*, 82: 1-78.
- Departemen Agama RI. 2010. *Al-Qur'an dan Tafsirnya*. Jakarta: Lentera Abadi.
- Ekosse, G.E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray Diffractometry as Complementary Techniques in characterizing Clay size fraction of Kaolin. *Journal of Applied Science and Environmental Management*, 9(2): 43-48.
- Flanigen, E. 1991. *Zeolite in Industrial Separation and Catalyst*. Weinheim: Wiley. VCH Verlag GmbH & Co.
- Ghrib, Y., Srasra, N.F., dan Srasra, E. 2016. Synthesis of NaX and NaY Zeolites from Tunisian Kaolinite as Base Catalysts: An Investigation of Knoevenagel Condensation. *Journal of The Chinese Chemical Society*. Vol. 63.
- Goncalves, M., Dimitrov, L., Jordao, M., Wallau, M., dan Gonzalez, U. 2008. Synthesis of Mesoporous ZSM-5 by Crystallisation of Aged Gels in the

Presence of Cetyltrimethylammonium Cations. *Catalysis Today*, 133-135: 69-79.

Hamid, Abdul. 2015. Sintesis ZSM-5 Mesopori dari Kaolin dan Silika Koloid dengan Dua Tahap Kristalisasi : Pengaruh Suhu dan Waktu Aging. *Skripsi*. Surabaya: Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Htun, M.M.H., Htay, M.M., dan Lwin, M.Z. 2012. *Preparation of Zeolite (NaX, Faujasite) from Pure Silica and Alumina Sources*. Singapore: International Conference on Chemical Processes and Environmental Issues (ICCEEI2012).

Ismail, M. A., Eltayeb, M.A., dan Abdel, Mage M.A. 2013. Elimination of Heavy Metals from Aqueous Solution Using Zeolite LTA Synthesis from Suandese Clay. *Journal of Chemical Science. International Science Congress Association*. 5: 93-98.

Istiqomah, M., Anif, J., dan Yofentina, I. 2014. Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat menggunakan Metode Solid State Reaction. *Jurnal Fisika Indonesia*. XVII (53). ISSN: 1410-2994.

Johnson, E.B.G dan Arshad, E. 2014. Hydrothermally Synthesized Zeolites Based on Kaolinite: A Review. *Applied Clay Science*, 97-98: 215-221.

Kovo, A.S., Hernandez, O., dan Holmes, S.M. 2009. Synthesis and Characterization of Zeolite Y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin using a Novel, Lower Temperature, Metakaolinitization Technique. *Journal of Materials Chemistry*, 19(34), 6207-6212.

Lee, J. D. 1991. *Conice Inorganic Chemistry*. Chapman and Hall: London.

Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C., dan Li. 2014. Synthesis and Characterization of 13X Zeolite from Low-Grade Natural Kaolin. *Advanced Powder Technology*.

Maia, A.A.B., Neves, R.F., Angélica, R.S., dan Pöllmann, H. 2015. Synthesis Of Zeolit sodalite From Brazilian Kaolin Wastes. *Clay Minerals*. 50: 663–675.

Murray, H. H., 2000. Traditional and New Applications for Kaolin, Smectite, and Polygorskita: A general overview. *Appl. Clay Sci*. 34: 207-221.

Oye, G., Sjoblon J., dan Stoker. 2011. Synthesis and Characterization of Siliceous and Aluminum-Containing Mesoporous Materials from Different Surfactant Solution. *Micropor mesopor Mater*. 27: 171-180.

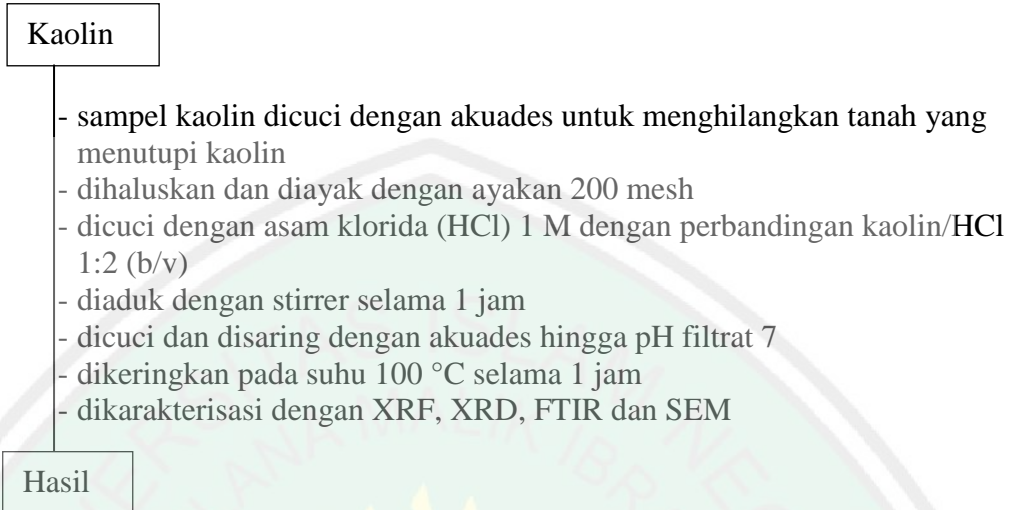
- Pan, F., Lu, X., Wang, Y., Chen, S., Wang, T., dan Yan, Y. 2014. Synthesis and Crystallization Kinetics of ZSM-5 Without Organic Template from Coal-Series Kaolinite. *Microporous and Mesoporous Materials*, 184: 134-140.
- Panek, R., Wdowin, M., dan Franus, W. 2014. The Use of Scanning Electron Microscopy to Identify Zeolite Minerals, 45-50.
- 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, Li., Ying, Z., Zhijun, C., dan Lishan, C. 2010. Influence of Synthesis Parameters on the Crystallinity and Si/Al Ratio of NaY Zeolite Synthesized From Kaolin. *Pet. Sc.* 7: 403-409.
- Rios, C.A., Williams, C.D., dan Castellanos, O.M. 2012. Crystallization of Low Silica Na-A and Na-X Zeolites From Transformation of Kaolin and Obsidian by Alkaline Fusion. *Crystallization de Zeolites Na-A Na-X Bajas En Silice a Partir de La Transformacion de Caolin Y Obsidian Por Fusion Alcalina*, 14(2): 125-137.
- Rios, C.A., Williams, C.D., dan Fullen, M.A. 2009. Nucleation and Growth History of Zeolite LTA Synthesized From Kaolinite by Two Different Methods. *Applied Clay Science*. 42: 446-454.
- 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.
- Salahudeen, N., dan Ahmed, A.S. 2017. Synthesis of Hexagonal Zeolite Y from Kankara Kaolin Using a Split Technique. *Journal Incl Phenom Macrocycl Chemistry*. 87: 149-156.
- Schubert, U., dan Housing, E. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of German: Wiley-VCH.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.
- Subotic, B., Skrtic, D., dan Smit, I., 1980. Transformation Zeolite A into Hydroxysodalite. *Journal of Crystal Growth*. 50: 498-508.
- Sugiyarto, K.H. 2010. *Kimia Anorganik Logam*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Svehla. 1990. Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima Bagian Satu. Buku Text. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

- Szostak, R. 1989. *Molecular Sieves principle of Synthesis and Identification*. Van Nostrand Reinhold Catalysis Series. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Tan, K. H. 1995. *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Thammavong, S. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Thesis*. Laos: Suranaree University of Technology.
- Varga, G. 2007. The Structures of Kaolinite and Metakaolinite. *Journal of Silicate Based and Composite Materials*, 1(59): 6-9.
- Vucinic, D., Miljanovic, I., Rosic, A., dan Lazic, P. 2003. Effect of $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ Mole Ratio on the Crystal Type of Zeolite Synthesized from Coal Fly Ash. *J.Serb.Chem.Soc*, 68(6): 471-478.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2012. Synthesis of Zeolite X from Low-Grade Bauxite. *Journal Chem Technol Biotechnol*. 88: 1350-1357.
- Wang, J. Q., Huang, Y. X., Pan, Y., dan Mi, J. X. 2014. Hydrothermal Synthesis of High Purity Zeolite A from Natural Kaolin Without Calcination. *Microporous and Mesoporous Materials*, 199: 50-56.
- Zhou, S. X., Gao. D. W., Lv, H. J. 1981. Preparation of High Silica Y Type Zeolite from Kaolin by Direct Conversion in Media of Alkali. *Natural Science Journal of Jilin University*, 2: 111-118.

LAMPIRAN

Lampiran 1: Skema Kerja

1. Preparasi Kaolin



2. Perubahan kaolin menjadi metakaolin



3. Sintesis Zeolit X metode hidrotermal

Metakaolin

- dimasukkan alumina (Al_2O_3), metakaolin, NaOH, dan akuades ke dalam botol hidrotermal
- digunakan variasi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ (0,0067 ; 0,34 ; 0,5 ; 0,67) dengan berat sebagai berikut:

Sampel	Massa Metakaolin	Massa Al_2O_3	Massa NaOH	Massa H_2O
F-1	2,9354 gram	1,0176 gram	0 gram	32,5 mL
F-2	2,9354 gram	1,0176 gram	0,8 gram	32,5 mL
F-3	2,9354 gram	1,0176 gram	1,2 gram	32,5 mL
F-4	2,9354 gram	1,0176 gram	1,6 gram	32,5 mL

- distirer selama 2 jam
- didiamkan pada suhu ruang selama 10 hari
- dipanaskan menggunakan suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam pada reaktor hidrotermal
- disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH 9 atau 10
- dikeringkan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 2 jam
- dikarakterisasi dengan XRD, FTIR dan SEM

Hasil

4. Karakterisasi

a. Karakterisasi Kaolin dengan XRF

Kaolin

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

Hasil

b. Karakterisasi dengan XRD

Kaolin

- dihaluskan masing-masing sampel hingga menjadi serbuk halus
- ditempatkan pada preparat dan ditekan dengan alat pengepres
- ditempatkan pada sampel holder
- disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α 1,541 Å dengan sudut 2 θ sebesar 5-50° dengan kecepatan 3°/detik
- diulangi untuk sampel kaolin setelah alkali fusi dan zeolit hasil sintesis

Hasil

c. Karakterisasi dengan spektroskopi FTIR

Kaolin

- diambil 10 mg masing-masing sampel
- digerus bersama 300 mg serbuk KBr kering di dalam mortar agate
- ditekan untuk mendapatkan 3 mm pellet KBr
- dianalisis menggunakan FTIR pada daerah 4000-400 cm⁻¹
- diulangi untuk sampel kaolin setelah alkali fusi dan zeolit hasil sintesis

Hasil

d. Karakterisasi dengan SEM

Kaolin

- diambil 5 mg
- diletakkan dalam sampel holder
- ditempatkan pada instrumen SEM
- dilakukan pengamatan mikrogaf mulai perbesaran 5.000-20.000 kali
- diulangi untuk sampel kaolin setelah alkali fusi dan zeolit hasil sintesis

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

1. Rasio Mol Si/Al kaolin Blitar:

Rasio Si/Al : 7,97

Hasil XRF kaolin : Si = 28,7%

Al = 3,6%

Na = 19%

2. Sintesis Metakaolin

- Massa kaolin yang diperlukan = 4 gram

- Massa NaOH yang ditambahkan

NaOH/kaolin (b/b) = 2

NaOH = $2 \times 4 = 8$ gram

3. Sintesis Zeolit Faujasit

Komposisi mol : 3 SiO₂ : 1 Al₂O₃ : xNa₂O : 180,6 H₂O

a. Metakaolin

Diketahui : Kandungan Si dalam kaolin = 28,7%

- Mol SiO₂ = $\frac{\text{gram}}{\text{Mr}}$

- Gram SiO₂ = 3 mol \times 60,082 g/mol = 180,246 gram

- Gram Si = $\frac{\text{Ar Si}}{\text{Mr SiO}_2} \times 180,246$ gram
 $= \frac{28,082 \text{ gram/mol}}{60,082 \text{ gram/mol}} \times 180,246 \text{ gram} = 84,246$ gram

- Metakaolin yang dibutuhkan : $\frac{100\%}{28,7\%} \times 84,246$ gram

= 293,54 ($\frac{1}{100}$) gram

= 2,9354 gram

b. Al₂O₃

- Al₂O₃ dalam metakaolin:

Berat Al = $\frac{3,6\%}{100\%} \times 2,9354 \text{ gram} = 0,106$ gram

Berat Al₂O₃ = $\frac{\text{Mr Al}_2\text{O}_3}{\text{Ar Al}} \times 0,106$ gram

$$= \frac{101,964 \text{ gram/mol}}{53,96 \text{ gram/mol}} \times 0,106 \text{ gram} = 0,2 \text{ gram}$$

- Al_2O_3 yang dibutuhkan :

$$\text{Mol Al}_2\text{O}_3 = 1 \text{ mol}$$

$$\text{Massa Al}_2\text{O}_3 = 1 \text{ mol} \times 101,964 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 101,964 \text{ gram}$$

- Al_2O_3 yang ditambahkan :

Berat Al – Berat Al dalam metakaolin

$$101,964 \text{ gram} - 0,2 \text{ gram} = 101,764 \left(\frac{1}{100}\right) \text{ gram}$$

$$= 1,0176 \text{ gram}$$

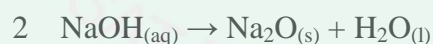
c. NaOH

Prekursor awal sintesis zeolit dibuat sesuai dengan komposisi mol yang tercantum pada Tabel L.2.1

Tabel L.2.1 Komposisi rasio mol sintesis zeolit X dari kaolin dengan variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

Sampel	Komposisi Mol			
	SiO_2	Al_2O_3	Na_2O	H_2O
F-1	3	1	x	180,6
F-2	3	1	x	180,6
F-3	3	1	x	180,6
F-4	3	1	x	180,6

Keterangan: F = Faujasit



- Na_2O dalam metakaolin:

$$\text{Berat Na} = \frac{19 \%}{100 \%} \times 2,9354 \text{ gram} = 0,558 \text{ gram}$$

$$\text{Berat Na}_2\text{O} = \frac{\text{Mr Na}_2\text{O}}{\text{Ar Na}} \times 0,558 \text{ gram}$$

$$= \frac{62 \text{ gram/mol}}{23 \text{ gram/mol}} \times 0,558 \text{ gram} = 1,504 \text{ gram}$$

- $\text{Mol Na}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} = \frac{1,504 \text{ gram}}{62 \text{ gram/mol}} = 0,02 \text{ mol}$

$$\begin{aligned} \text{Rasio mol Na}_2\text{O/SiO}_2 &= \text{F-1 : 0,0067} \\ &\text{F-2 : 0,34} \\ &\text{F-3 : 0,5} \\ &\text{F-4 : 0,67} \end{aligned}$$

- **Mol Na₂O/SiO₂ = 0,0067 mol (tanpa penambahan NaOH)**

$$\text{Rasio } \frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{SiO}_2} = 0,0067$$

$$\frac{\text{Na}_2\text{O}}{3} = 0,0067$$

$$\text{Na}_2\text{O} = 0,02 \text{ mol}$$

- **Mol Na₂O/SiO₂ = 0,34 mol**

$$\text{Rasio } \frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{SiO}_2} = 0,34$$

$$\frac{\text{Na}_2\text{O}}{3} = 0,34$$

$$\text{Na}_2\text{O} = 1,02 \text{ mol}$$

$$\text{Mol NaOH} = 2 \times 1,02 \text{ mol} = 2,04 \text{ mol}$$

$$\text{Gram NaOH} = \text{mol} \times \text{Mr NaOH}$$

$$= 2,04 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 81,6 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{NaOH 99\%} &= \frac{100\%}{99\%} \times 81,6 \text{ gram} = 82,42 \left(\frac{1}{100}\right) \text{ gram} \\ &= 0,8242 \text{ gram} \end{aligned}$$

- **Mol Na₂O = 0,5 mol**

$$\text{Rasio } \frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{SiO}_2} = 0,5$$

$$\frac{\text{Na}_2\text{O}}{3} = 0,5$$

$$\text{Na}_2\text{O} = 1,5 \text{ mol}$$

$$\text{Mol NaOH} = 2 \times 1,5 \text{ mol} = 3 \text{ mol}$$

$$\text{Gram NaOH} = \text{mol} \times \text{Mr NaOH}$$

$$= 3 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 120 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{NaOH } 99\% &= \frac{100\%}{99\%} \times 120 \text{ gram} = 121 \left(\frac{1}{100}\right) \text{ gram} \\ &= 1,21 \text{ gram}\end{aligned}$$

- **Mol Na₂O = 0,67 mol**

$$\begin{aligned}\text{Rasio } \frac{\text{Na}_2\text{O}}{\text{SiO}_2} &= 0,67 \\ \frac{\text{Na}_2\text{O}}{3} &= 0,67 \\ \text{Na}_2\text{O} &= 2 \text{ mol}\end{aligned}$$

$$\text{Mol NaOH} = 2 \times 2 \text{ mol} = 4 \text{ mol}$$

$$\text{Gram NaOH} = \text{mol} \times \text{Mr NaOH}$$

$$= 4 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 160 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned}\text{NaOH } 99\% &= \frac{100\%}{99\%} \times 160 \text{ gram} = 161 \left(\frac{1}{100}\right) \text{ gram} \\ &= 1,61 \text{ gram}\end{aligned}$$

d. Konsentrasi NaOH

- Rasio Mol Na₂O/SiO₂ = 0,34

$$M \text{ NaOH} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{mL Pelarut}}$$

$$M \text{ NaOH} = \frac{0,8 \text{ g}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{25 \text{ mL}}$$

$$M \text{ NaOH} = 0,02 \text{ mol} \times 40 \text{ mL}$$

$$M \text{ NaOH} = 0,8 \text{ M}$$

- Rasio Mol Na₂O/SiO₂ = 0,5

$$M \text{ NaOH} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{mL Pelarut}}$$

$$M \text{ NaOH} = \frac{1,21 \text{ g}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{25 \text{ mL}}$$

$$M \text{ NaOH} = 0,03 \text{ mol} \times 40 \text{ mL}$$

$$M \text{ NaOH} = 1,2 \text{ M}$$

- Rasio Mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,67$

$$M \text{ NaOH} = \frac{\text{gram}}{\text{Mr}} \times \frac{1000}{\text{mL Pelarut}}$$

$$M \text{ NaOH} = \frac{1,61 \text{ g}}{40 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{25 \text{ mL}}$$

$$M \text{ NaOH} = 0,04 \text{ mol} \times 40 \text{ mL}$$

$$M \text{ NaOH} = 1,6 \text{ M}$$

e. H_2O

- Massa air dalam $\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{1\%}{100\%} \times 101,764 = 1,0176 \text{ gram}$

- Mol $\text{H}_2\text{O} = 180,6 \text{ mol}$

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

$$= 180,6 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{g}}{\text{mol}} = 3250,8 \text{ gram}$$

H_2O yang ditambahkan:

H_2O yang ditambah – H_2O dalam Al_2O_3

$$3250,8 \text{ gram} - 1,0176 \text{ gram} = 3249,78 \text{ gram}$$

- Volume $\text{H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\rho} = \frac{3249,78 \text{ gram}}{1 \text{ gram/mL}} = 3249,78 \text{ mL} \left(\frac{1}{100}\right)$
 $= 32,5 \text{ mL}$

Tabel L.2.2 Massa reaktan yang perlu ditambahkan untuk sintesis zeolit X

Sampel	Massa Metakaolin	Massa Al_2O_3	Massa NaOH	Massa H_2O
Z-1	2,9354 gram	1,0176 gram	-	32,5 mL
Z-2	2,9354 gram	1,0176 gram	0,8 gram	32,5 mL
Z-3	2,9354 gram	1,0176 gram	1,2 gram	32,5 mL
Z-4	2,9354 gram	1,0176 gram	1,6 gram	32,5 mL

Keterangan: Z = Zeolit

Lampiran 3. Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

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

Konsentrasi HCl dalam Mol :

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Lampiran 4. Data Karakterisasi XRF Kaolin

4.1 Hasil karakterisasi XRF kaolin alam sebelum pencucian dengan HCl 1 M

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	%

4.2 Hasil karakterisasi XRF kaolin setelah pencucian dengan HCl 1 M

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	%	%

4.3 Hasil karakterisasi XRF kaolin 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	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%	%

4.4 Hasil karakterisasi XRF Helium kaolin setelah alkali fusi

29-apr-2019 10:21:33

Sample results

Page 1

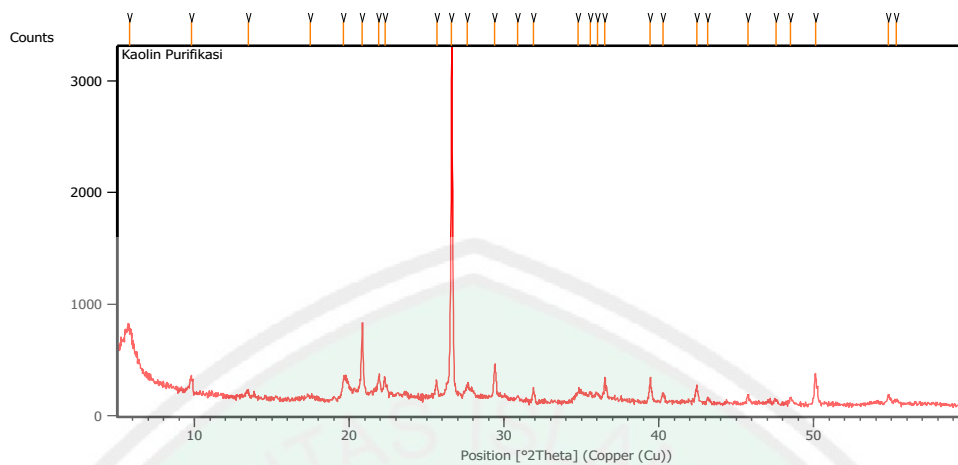
Sample ident
E 443 HELIUM

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

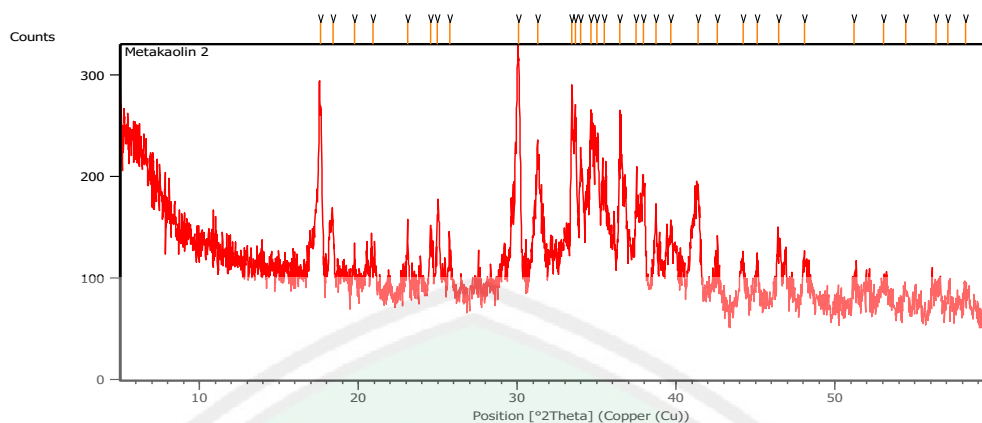
5.1 Hasil XRD kaolin alam Blitar



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

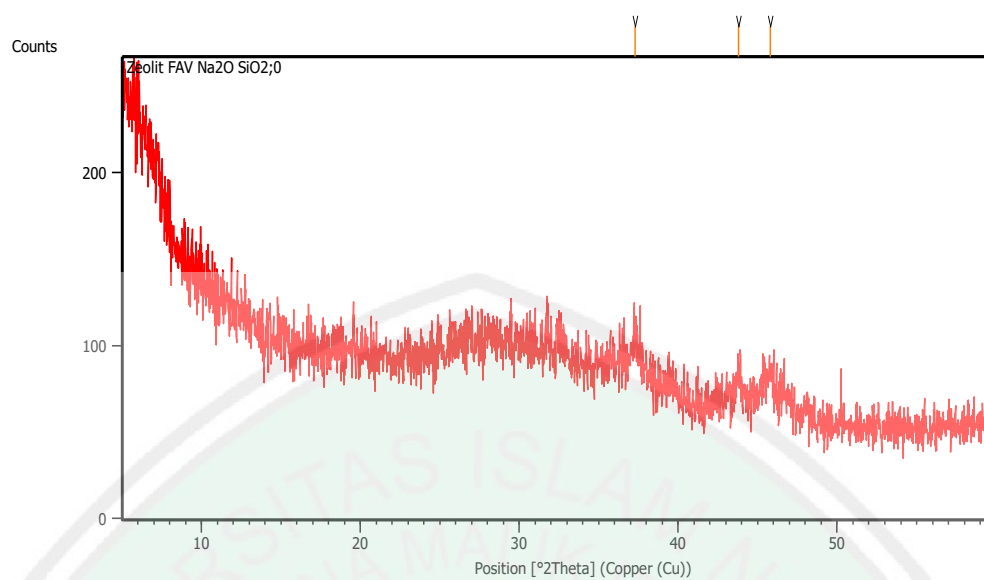
5.2 Hasil XRD kaolin setelah alkali fusi



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

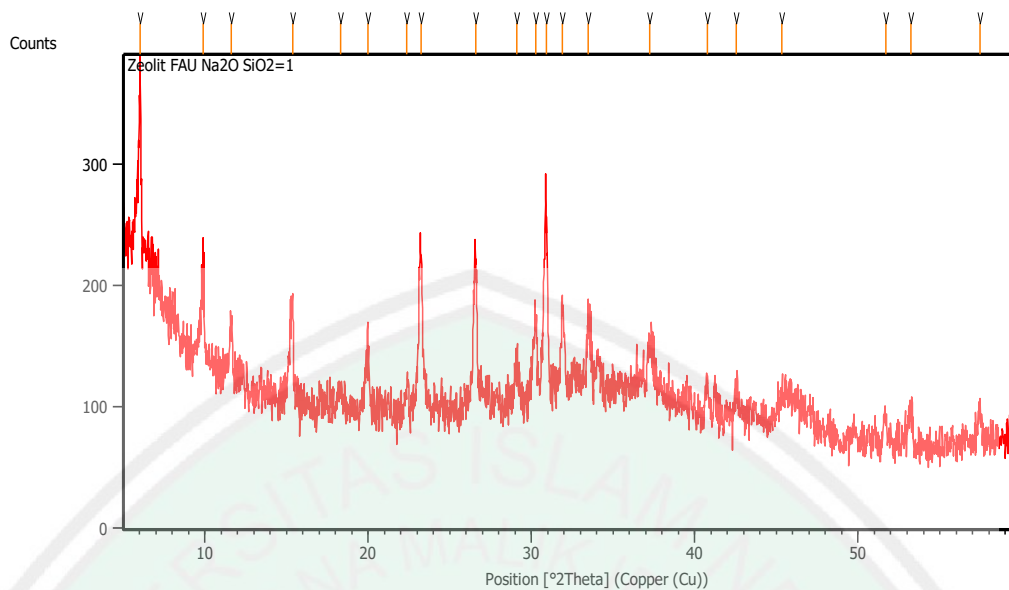
5.3 Hasil XRD zeolit X rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,0067



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.2727	19.63	0.4015	2.41249	91.24
43.7934	17.01	0.4015	2.06722	79.07
45.7747	21.52	0.6691	1.98225	100.00

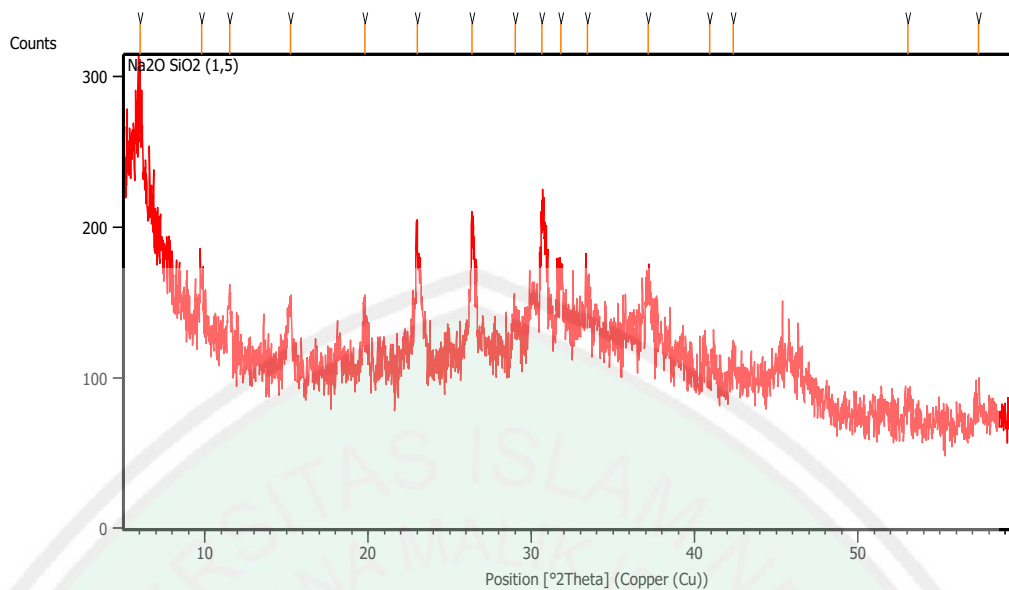
5.4 Hasil XRD zeolit X rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	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

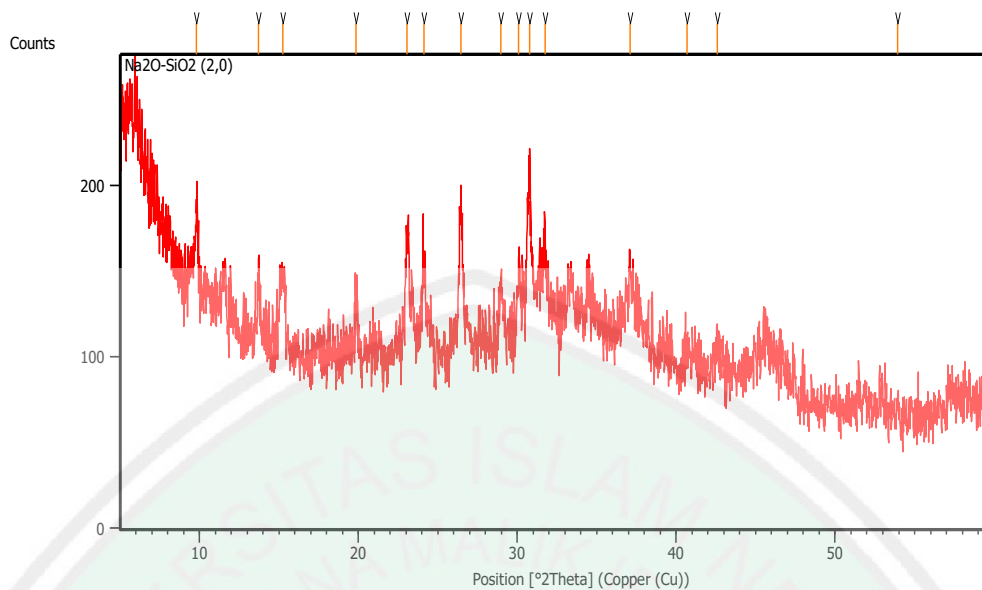
5.5 Hasil XRD zeolit X rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.0180	93.41	0.2676	14.68647	100.00
9.7799	31.59	0.2007	9.04410	33.82
11.5092	33.46	0.2007	7.68876	35.82
15.2496	37.98	0.2342	5.81027	40.66
19.7792	35.00	0.3346	4.48871	37.47
23.0249	79.54	0.3346	3.86278	85.15
26.3597	86.64	0.1673	3.38117	92.76
29.0196	20.46	0.4015	3.07703	21.90
30.6545	89.81	0.2007	2.91655	96.15
31.7790	47.14	0.3346	2.81587	50.46
33.4222	30.05	0.3346	2.68109	32.17
37.1460	39.69	0.5353	2.42043	42.49
40.8997	9.74	0.5353	2.20654	10.43
42.3328	12.64	0.4015	2.13510	13.54
53.0510	14.97	0.4015	1.72625	16.02
57.3536	14.35	0.4015	1.60656	15.36

5.6 Hasil XRD zeolit X rasio molar $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,67



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
9.8114	47.47	0.2007	9.01512	56.30
13.7143	36.33	0.1338	6.45708	43.09
15.2540	43.38	0.2676	5.80859	51.45
19.8329	37.99	0.1004	4.47668	45.06
23.0749	72.17	0.2007	3.85452	85.60
24.1084	56.10	0.2007	3.69157	66.54
26.4265	84.08	0.2007	3.37278	99.72
28.9476	26.90	0.2676	3.08452	31.90
30.0872	34.88	0.2007	2.97023	41.36
30.7650	84.31	0.2342	2.90633	100.00
31.7661	42.69	0.2007	2.81698	50.63
37.0920	37.16	0.5353	2.42383	44.07
40.6808	16.95	0.3346	2.21791	20.10
42.5797	14.75	0.4015	2.12329	17.49
53.9163	8.49	0.2007	1.70057	10.07

Lampiran 6. Data Standar XRD Zeolit

6.1 Standar Zeolit X

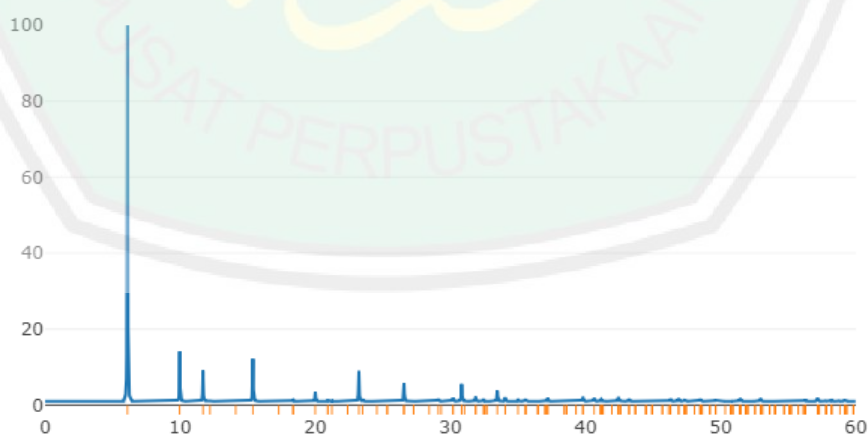
Data Kristal

Grup luar angkasa:	F d -3	(# 227)	Pengaturan 2
Parameter sel:	$a = 25.099 \text{ \AA}$	$b = 25.099 \text{ \AA}$	$c = 25.099 \text{ \AA}$
	$\alpha = 90^\circ$	$\beta = 90^\circ$	$\gamma = 90^\circ$
Perbaikan:	Perbaikan kristal tunggal sinar-X, R = 0,046		
Komentar:	pilihan asal kedua di IT		
Referensi:	Olson, DH Zeolit, 15, 439-443 (1995)		

Koordinat Atom:

Atom	Faktor bentuk	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	HAI	-0,1099	0,0003	0,1056	1	2.47
O2	HAI	-0,0011	-0,0028	0,1416	1	2.45
O3	HAI	-0,0346	0,0758	0,0711	1	2.61
O4	HAI	-0,0693	0,0726	0,18	1	2.37

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



6.2 Standar 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)

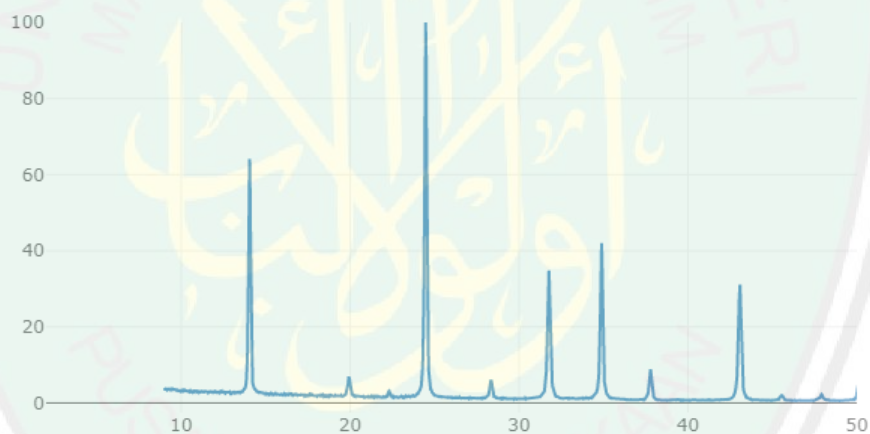
$a = 8.848 \text{ \AA}$ $b = 8.848 \text{ \AA}$ $c = 8.848 \text{ \AA}$

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

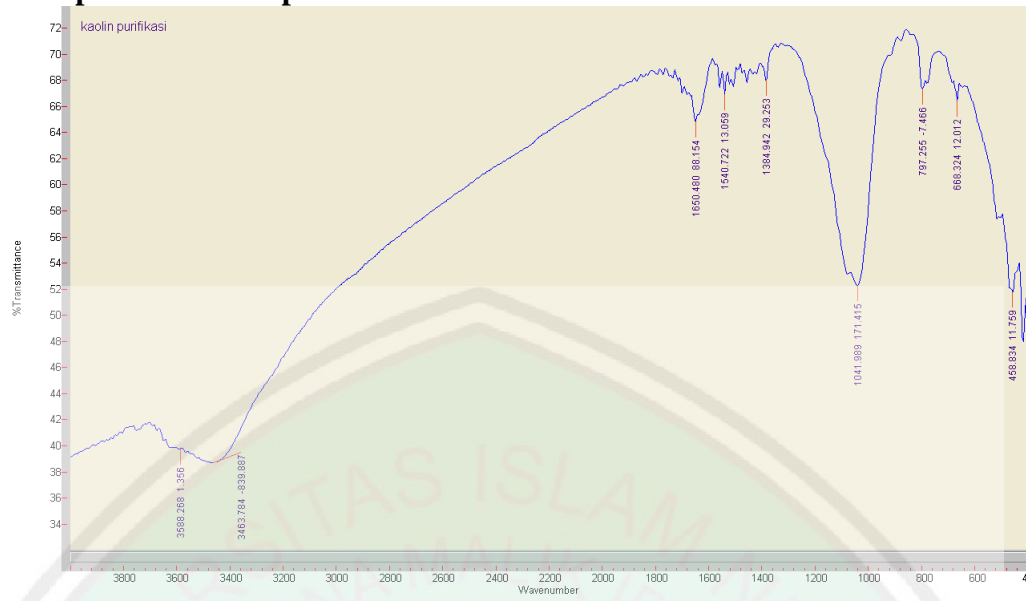
X-ray Rietveld refinement, $R_{\text{wp}} = 0.091$, $R_{\text{F}} = 0.047$

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

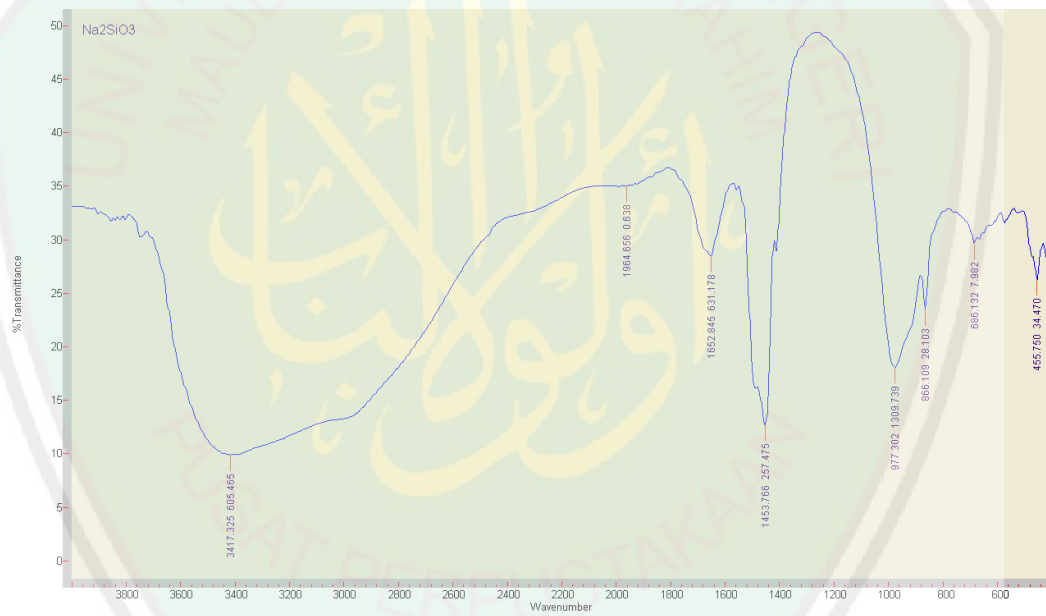
h	k	l	2θ	d	M	I_{rel}	h	k	l	2θ	d	M	I_{rel}	h	k	l	2θ	d	M	I_{rel}	
1	1	0	14.16	6.256	12	61.8	3	1	0	31.99	2.798	24	94.6	4	1	1	43.39	2.085	24	19.6	
2	0	0	20.07	4.424	6	15.1	2	2	2	35.13	2.554	8	75.7	4	2	0	45.86	1.978	24	4.9	
2	1	0	22.47	3.957	24	3.6	3	2	1	38.05	2.365	48	13.9	4	2	1	47.06	1.931	48	0.1	
2	1	1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



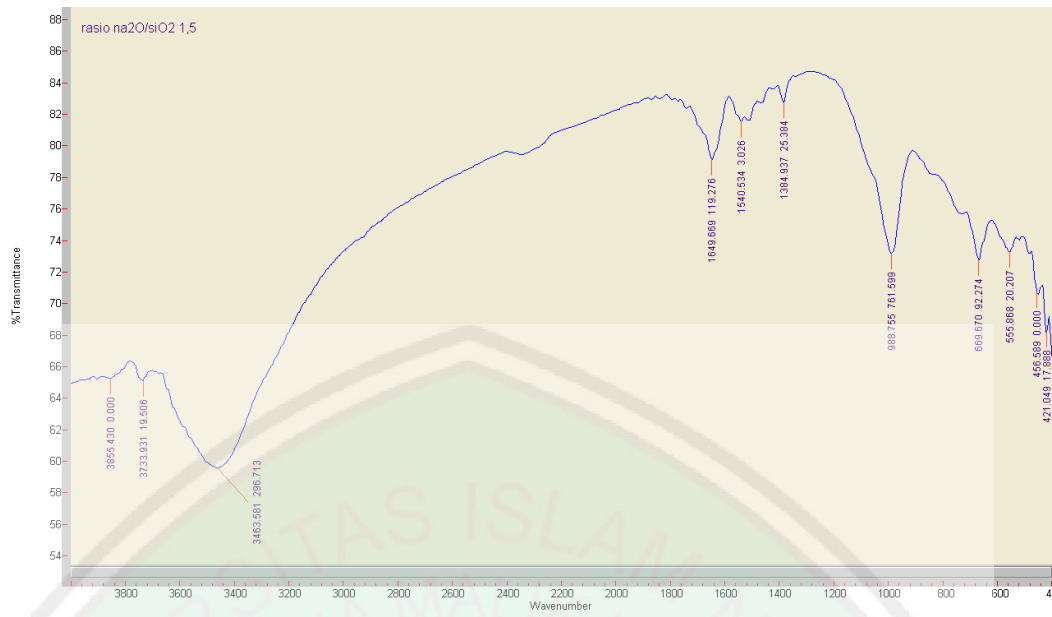
Lampiran 7. Data Spektra Inframerah



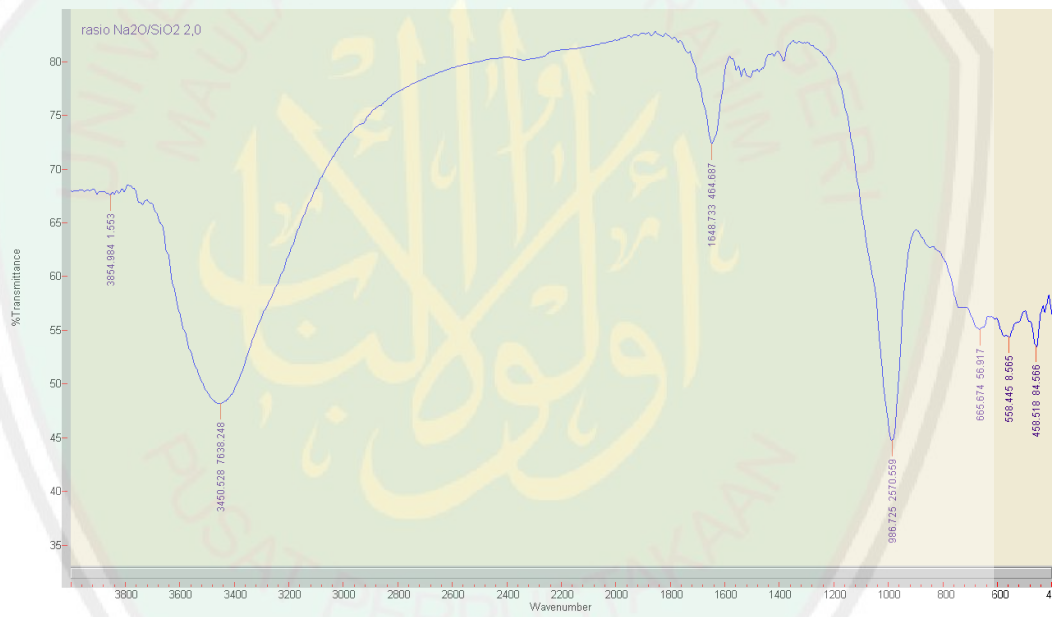
Gambar L.7.1. Spektrum inframerah kaolin Blitar



Gambar L.7.2 Spektrum inframerah kaolin setelah alkali fusi

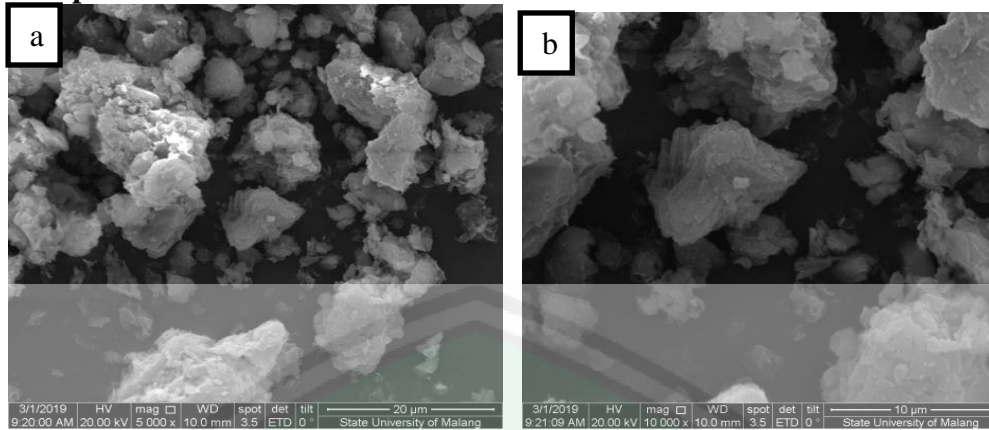


Gambar L.7.5 Spektrum inframerah zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5

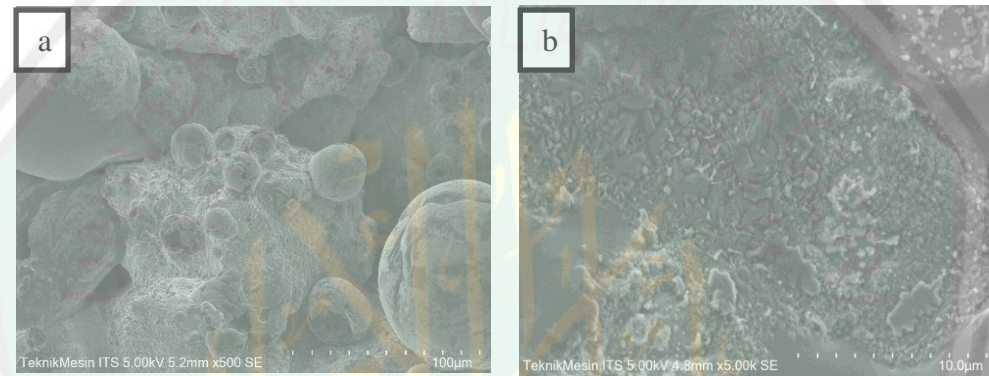


Gambar L.7.6 Spektrum inframerah zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,67

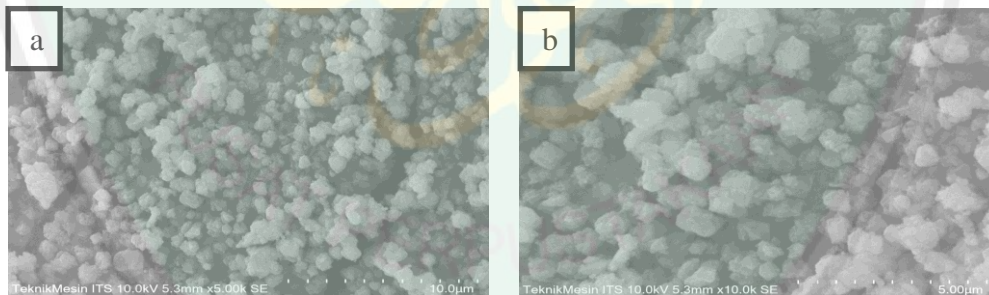
Lampiran 8. Data Karakterisasi SEM



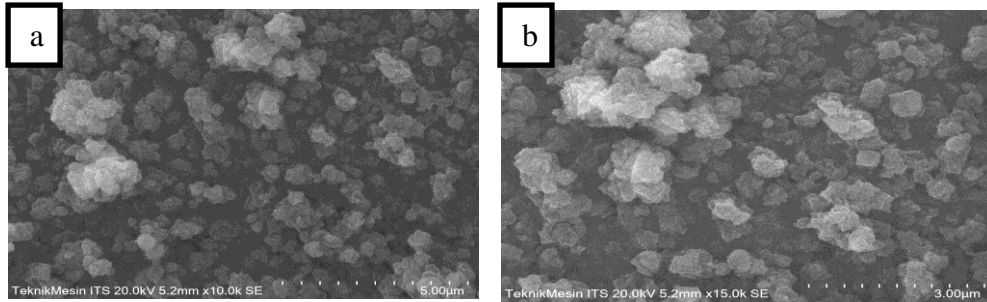
L.8.1 Hasil SEM kaolin alam Blitar dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x



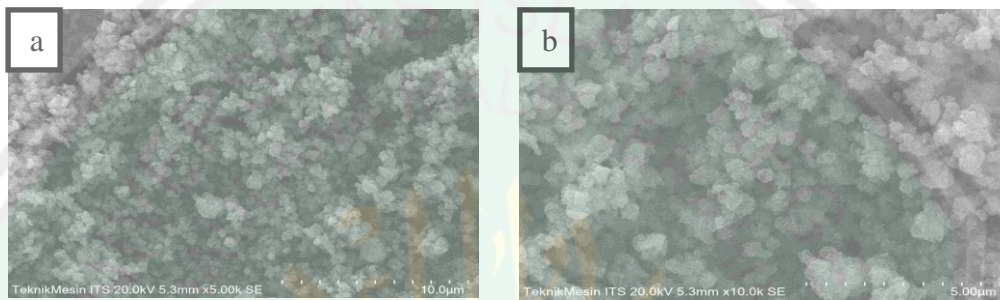
L.8.2 Hasil SEM kaolin setelah alkali fusi dengan perbesaran (a) 500x dan (b) 5.000x



L.8.3 Hasil SEM zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34 dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x



L.8.4 Hasil SEM zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5 dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x



L.8.5 Hasil SEM zeolit X rasio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,67 dengan perbesaran (a) 5.000x dan (b) 10.000x

Lampiran 9. Analisis Ukuran Kristal Zeolit X Hasil Sintesis

Berikut ini adalah contoh menghitung ukuran kristal menggunakan

persamaan Debye Scherrer:

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

$$\beta = \frac{FWHM}{180} \times \pi \dots \dots \dots (9.2)$$

dengan :

D = Ukuran kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (0,15406 nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

Ex: Rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,34

1. Jika nilai $\lambda = 0,154060$ nm; $2\theta = 6,04$; $\theta = 3,02$; $\text{Cos } \theta = 0,9986$; dan $\text{FWHM} = 0,0502$

Maka didapatkan,

Nilai β :
$$\beta = \frac{0,0502}{180} \times 3,14 = 0,000876$$

Nilai D (ukuran kristal) :

$$D = \frac{0,9 \times 0,154060 \text{ nm}}{0,000876 \times 0,9986} = 158 \text{ nm}$$

2. Jika nilai $\lambda = 0,154060$ nm; $2\theta = 23,23$; $\theta = 11,61$; $\text{Cos } \theta = 0,9795$; dan $\text{FWHM} = 0,2007$

Maka didapatkan,

Nilai β :
$$\beta = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$$

Nilai D (ukuran kristal) :

$$D = \frac{0,9 \times 0,154060 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,9795} = 38,77 \text{ nm}$$

3. Jika nilai $\lambda = 0,154060$ nm; $2\theta = 26,58$; $\theta = 13,29$; $\text{Cos } \theta = 0,9732$; dan $\text{FWHM} = 0,1673$

Maka didapatkan,

Nilai β :
$$\beta = \frac{0,1673}{180} \times 3,14 = 0,0029$$

Nilai D (ukuran kristal) :

$$D = \frac{0,9 \times 0,154060 \text{ nm}}{0,0029 \times 0,9732} = 46,21 \text{ nm}$$

4. Jika nilai $\lambda = 0,154060 \text{ nm}$; $2\theta = 30,89$; $\theta = 15,44$; $\text{Cos } \theta = 0,9639$; dan $\text{FWHM} = 0,2007$
Maka didapatkan,

Nilai β : $\beta = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$

Nilai D (ukuran kristal) :

$$D = \frac{0,9 \times 0,154060 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,9639} = 38,15 \text{ nm}$$

Sehingga nilai D rata-rata adalah:

$$D \text{ rata - rata} = \frac{(158 + 38,77 + 46,21)\text{nm}}{3} = 80,99 \text{ nm}$$

Tabel L.9.1 Ukuran kristal zeolit X variasi rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$

Produk	2 Theta (°)	Ukuran Kristal (nm)	Ukuran Kristal Rata-Rata (nm)
Zeolit X rasio 0,34	6,04	158	80,99
	23,23	38,77	
	26,58	46,21	
Zeolit X rasio 0,5	6,01	29,64	33,04
	23,02	23,26	
	26,35	46,23	
Zeolit X rasio 0,67	9,81	39,43	38,91
	23,07	38,78	
	26,42	38,53	

Lampiran 10. Analisis Diameter Ukuran Partikel Zeolit X Hasil Sintesis Menggunakan Software Image-J

Untuk menghitung diameter ukuran partikel dapat menggunakan rumus:

$$- \text{jari-jari } (r) = \sqrt{\frac{A}{\pi}} \text{ lalu, diameter } (d) = 2 \times r \dots\dots\dots (9.3)$$

1. Zeolit X rasio 0,34

No	Rasio	Luas Area (A)
1	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0489-0078	543250.6
2	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0708-0486	936234.1
3	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0488-1091	419524.4
4	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0871-0668	269750.7
5	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0155-1088	485432.8
6	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0643-0852	485728.8
7	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0354-0344	672502
8	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0436-0841	478230.2
9	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0639-0848	413505.8
10	Na2O-SiO2 1 10K.tif:0777-0291	266001.4
Mean		497016.1

$$(r) = \sqrt{\frac{497016,1}{3,14}} = 397,75 \text{ Jadi, } (d) = 2 \times 397,75 = 795,50$$

2. Zeolit X rasio 0,5

No	Rasio	Luas Area (A)
1	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0293-1089	142544.8
2	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0423-0857	221910.8
3	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0310-0919	204742.6
4	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0797-0978	159418.7
5	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0772-0375	210923.2
6	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0797-0833	209451.6
7	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0858-0250	222793.7
8	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0545-0714	224853.9
9	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0461-0236	211217.5
10	Na2O-SiO2 1.5 10K.tif:0767-1118	296273.5
Mean		210413

$$(r) = \sqrt{\frac{210413}{3,14}} = 258,79 \text{ Jadi, } (d) = 2 \times 258,798 = 517,59$$

2. Zeolit X rasio 0,67

No	Rasio	Luas Area (A)
1	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0551-0639	128908.4
2	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0426-0696	197973.5
3	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0488-0804	130968.6
4	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0198-0907	163244.7
5	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0287-0571	98005.7
6	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0678-1203	111740.2
7	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0679-1206	81426.16
8	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0046-0400	147940.5
9	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0778-0659	155396.4
10	Na ₂ O-SiO ₂ 2 10K.tif:0203-0751	59549.01
Mean		127515.3

$$(r) = \sqrt{\frac{127515,3}{3,14}} = 201,46 \text{ Jadi, } (d) = 2 \times 201,46 = 402,93$$