

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KOMPOSISI $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh :
ACHMAD ASSOLAH
NIM. 11630028



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2015**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KOMPISISI SiO₂/Al₂O₃ MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD ASSOLAH
NIM. 11630028

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

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2015

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KOMPISISI SiO₂/Al₂O₃ MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

**Oleh:
ACHMAD ASSOLAH
NIM. 11630028**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 02 November 2015**

Pembimbing I

Pembimbing II

**Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007**

**Achmad Nashichuddin, M.A
NIP. 19730705 200031 1 002**

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI LUMPUR LAPINDO
DENGAN VARIASI KOMPISISI $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD ASSOLAH
NIM. 11630028

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 02 November 2015**

Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)
NIP. 19770720 200312 2 001

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si (.....)
NIPT. 20130902 2 317

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc (.....)
NIP. 19821104 200901 2 007

Anggota Penguji : Achmad Nashichuddin, M.A (.....)
NIP. 19730705 200031 1 002

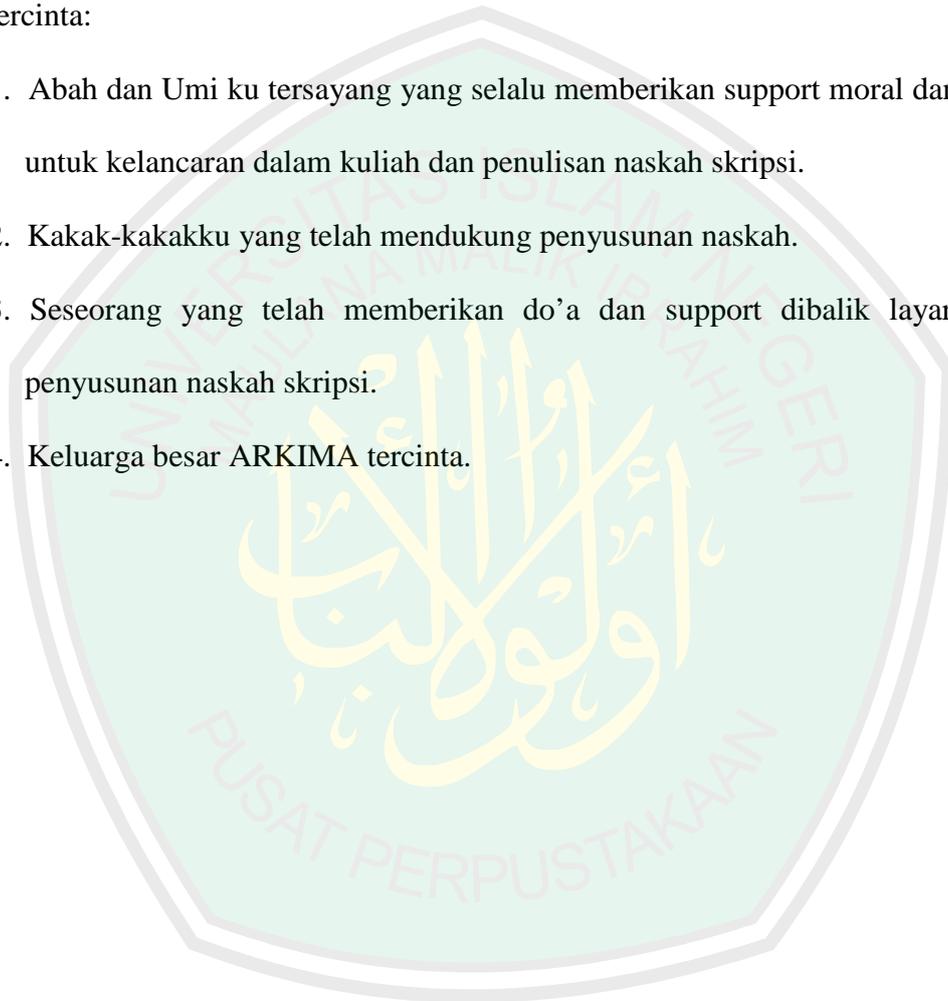
**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**

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

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT pencipta dan penguasa jagad raya. Tanpa kehendak-Nya tidak mungkin penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Tulisan kecil ini saya persembahkan kepada yang tercinta:

1. Abah dan Umi ku tersayang yang selalu memberikan support moral dan materi untuk kelancaran dalam kuliah dan penulisan naskah skripsi.
2. Kakak-kakakku yang telah mendukung penyusunan naskah.
3. Seseorang yang telah memberikan do'a dan support dibalik layar dalam penyusunan naskah skripsi.
4. Keluarga besar ARKIMA tercinta.



MOTTO

“Hormati, Hargai dan jaga alam kita”

Bumi adalah tempat kecil yang ditakdirkan oleh Tuhan untuk umat manusia..

Takdir manusia di bumi adalah seorang khalifah..

Maka, cintailah bumi ini!

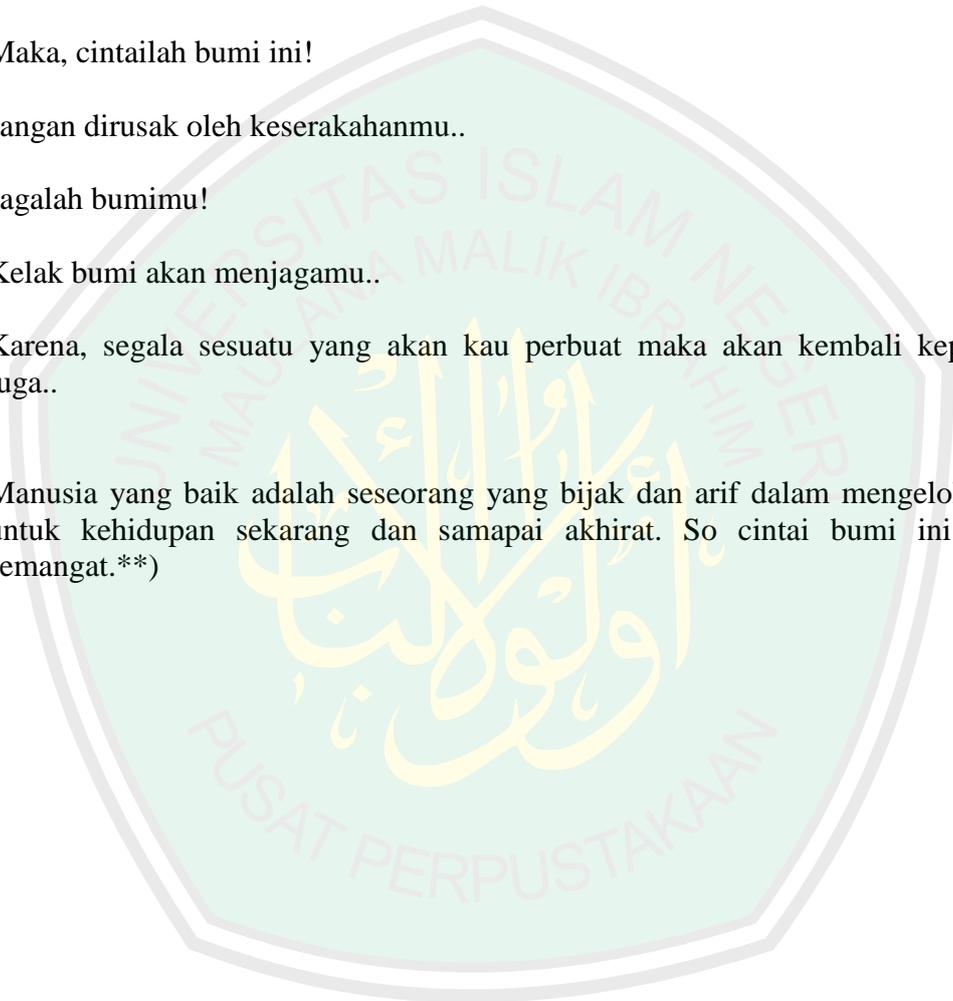
Jangan dirusak oleh keserakahanmu..

Jagalah bumimu!

Kelak bumi akan menjagamu..

Karena, segala sesuatu yang akan kau perbuat maka akan kembali kepadamu juga..

Manusia yang baik adalah seseorang yang bijak dan arif dalam mengelola alam untuk kehidupan sekarang dan samapai akhirat. So cintai bumi ini gaess. semangat.**)



**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Achmad Assolah
NIM : 11630028
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan Metode Sol-Gel”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 30 Oktober 2015

Yang Membuat Pernyataan,

Achmad Assolah
NIM. 11630028

KATA PENGANTAR

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI LUMPUR LAPINDO DENGAN VARIASI KOMPOSISI $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan personal dalam membangun “role model” budaya pemikiran dan peradaban akademik. Untuk itu, iringan doa dan ucapan terimakasih yang sebesar-besanya penulis sampaikan kepada:

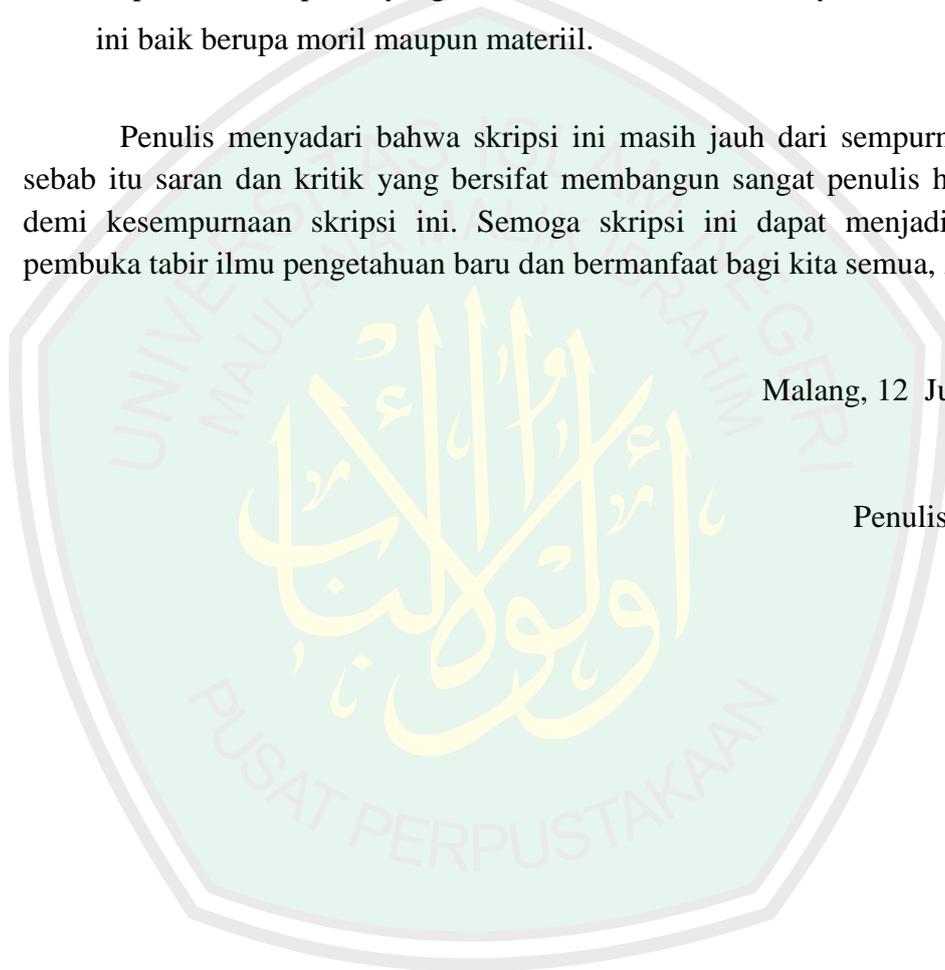
1. Bapak Prof. DR. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Suci Amalia, M.Sc, Bapak Achmad Nasichuddin, M.A dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.
5. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen penguji dalam skripsi yang telah memberikan saran-saran untuk kesempurnaan dalam penulisan skripsi ini.
6. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.
7. Abah, Umi dan keluarga tercinta yang senantiasa memberikan doa kepada penulis dalam menuntut ilmu dan membangun nilai kejujuran.
8. Fikriyatul Azizah Su'ud, S.Si yang telah membantu uji sampel, serta memberikan kesabaran dan waktu luang untuk mengajarkan materi analisis kualitatif program dan memberikan semangat untuk menyelesaikan skripsi.

9. Kepada keluarga besar kontrakan indah gang makam Merjosari yang telah memberikan inspirasi dan semangat untuk mengerjakan skripsi.
10. Kepada keluarga besar ARKIMA yang telah memberikan semangat untuk tercapainya skripsi.
11. Kepada teman-teman riset di laboratorium anorganik yang telah membantu dalam penelitian.
12. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materiil.

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, 12 Juni 2015

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN PERSETUJUAN	i
HALAMAN PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv

BAB I	PENDAHULUAN	
1.1	Latar Belakang	1
1.2	Rumusan Masalah	5
1.3	Tujuan	6
1.4	Batasan Masalah	6
1.5	Manfaat Penelitian	7

BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	
2.1	Lumpur Lapindo	8
2.2	Zeolit X	11
2.3	Metode Sintesis Zeolit X	15
2.3.1	Sol-gel	15
2.4.1	Hidrotermal	18
2.4	Karakterisasi Sintesis Zeolit X	20
2.4.1	<i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	20
2.4.2	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	21
2.4.3	<i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	23
2.5	Metode penghalusan dengan metode rietveld	25
2.6	Manusia sebagai pemelihara dan khalifah di dunia	26

BAB III	METODOLOGI PENELITIAN	
3.1	Waktu dan Tempat Penelitian	32
3.2	Alat dan Bahan	32
3.2.1	Alat-alat	32
3.2.2	Bahan-bahan	32
3.3	Rancangan Penelitian	32
3.4	Tahapan Penelitian	33
3.5	Prosedur Penelitian	33
3.5.1	Preparasi Lumpur Lapindo	33
3.5.2	Ekstraksi SiO ₂ dari Lumpur Lapindo	34

3.5.3 Sintesis Zeolit X.....	35
3.5.4 Karakterisasi.....	35
3.5.4.1 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	35
3.5.4.2 Difraksi Sinar-X (XRD).....	36
3.5.4.3 <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	36
3.5.5 Analisis Data	36
3.5.5.1 Mencari Jarak Antar Atom.....	36
3.5.5.2 Mencari Ukuran Kristal.....	37

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Lumpur Lapindo	38
4.2 Ekstraksi SiO ₂ dari Lumpur Lapindo.	39
4.3 Sintesis Zeolit X	42
4.4 Karakterisasi Sintesis Zeolit X	45
4.4.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	45
4.4.3 <i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	48
4.5 Analisis Data.....	50
4.5.1 Jarak Antar Atom.....	50
4.5.2 Ukuran Kristal	51
4.6 Pemanfaatan lumpur Lapindo dalam prespektif islam	54

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	62
5.2 Saran	62

DAFTAR PUSTAKA	64
-----------------------------	----

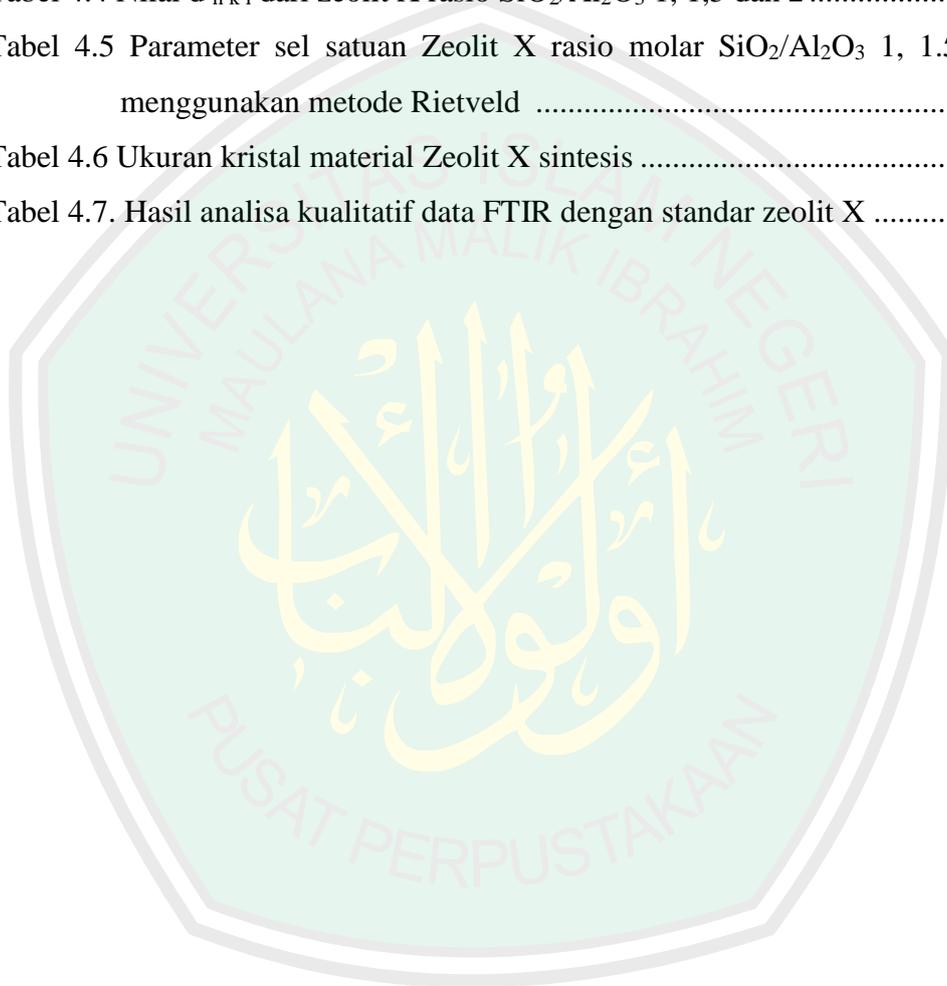
LAMPIRAN	70
-----------------------	----

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 700 °C.....	9
Gambar 2.2 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 800 °C.....	10
Gambar 2.3 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 900 °C.....	10
Gambar 2.4 Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit	12
Gambar 2.5 Bentuk Zeolit X.....	13
Gambar 2.6 Proses sol-gel.....	17
Gambar 2.7 Prinsip kerja XRF.....	21
Gambar 2.8 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg	22
Gambar 2.9 Pola difraktogram sampel zeolit X.....	23
Gambar 2.10 Spektra IR zeolit X.....	25
Gambar 4.1 Hasil difraktogram SiO ₂ dari lumpur Lapindo	41
Gambar 4.2 Hasil analisis SiO ₂ dengan program Match! 2	41
Gambar 4.3 Hasil Analisis kualitatif dengan standar JCPDS, X = zeolit X dan A = zeolit A	46
Gambar 4.4 Hasil analisis variasi komposisi SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 0,8 dengan program Match! 2.....	49
Gambar 4.5 Hasil analisis variasi komposisi SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 1,04 dengan program Match! 2	50
Gambar 4.6 Hasil analisis variasi komposisi SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 1,3 dengan program Match! 2	51
Gambar 4.7 Hasil analisis FTIR.....	57

DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Komposisi campuran pembuatan zeolit X	29
Tabel 4.1 Komposisi awal senyawa kimia dalam lumpur Lapindo	38
Tabel 4.2 Hasil ekstraksi SiO ₂ dari lumpur Lapindo	40
Tabel 4.3 Hasil analisa kualitatif dengan standar dalam JCPDS, X = zeolit X dan A = zeolit A	46
Tabel 4.4 Nilai d _{hkl} dari zeolit X rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 1, 1,5 dan 2	52
Tabel 4.5 Parameter sel satuan Zeolit X rasio molar SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 1, 1.5 dan 2 menggunakan metode Rietveld	53
Tabel 4.6 Ukuran kristal material Zeolit X sintesis	54
Tabel 4.7. Hasil analisa kualitatif data FTIR dengan standar zeolit X	57



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema kerja	70
Lampiran 2. Perhitungan komposisi reaktan	74
Lampiran 3. Perhitungan pembuatan larutan	77
Lampiran 4. Perhitungan data dan hasil analisis data	79
Lampiran 5. Data hasil penelitian	86
Lampiran 6. Data standar acuan analisis kualitatif manual.....	91
Lampiran 7. Gambar hasil penelitian.....	93



ABSTRAK

Assolah, A. 2015. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan Metode Sol-Gel**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Achmad Nashichuddin, M.A; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata Kunci: Lumpur Lapindo, SiO_2 , zeolit X, zeolit A, zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, metode sol-gel.

Lumpur Lapindo memiliki kandungan mineral alam yang sangat besar. Senyawa SiO_2 merupakan komponen terbesar kedua penyusun lumpur Lapindo. Oleh karena itu kandungan SiO_2 digunakan sebagai bahan baku pembuatan zeolit sintesis. Memanfaatkan kembali limbah yang terbuang ini adalah cerminan manusia sebagai *khalifah fil ardl* dan ulul albab. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan karakterisasi zeolit X yang dibuat menggunakan lumpur Lapindo sebagai sumber silika.

Tahap pertama yang dilakukan yaitu preparasi sampel, dan dilanjutkan dengan proses ekstraksi SiO_2 dan dilanjutkan dengan proses sintesis zeolit X. Metode sintesis zeolit yang digunakan dalam penelitian ini adalah sol-gel. Dilakukan pencampuran NaOH dengan material SiO_2 dan Al_2O_3 , pencampuran ini membentuk rantai polimer melalui proses pengadukan selama 30 menit dan dieramkan selama 1 jam. Inti kristal yang terbentuk dilakukan kristalisasi selama 5 jam dengan suhu $75\text{ }^\circ\text{C}$. Karakterisasi struktur dilakukan dengan XRD dan gugus fungsi dilakukan dengan FTIR.

Hasil sintesis dilakukan analisis kualitatif manual dan program. Hasil kualitatif manual diketahui bahwa zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3 yang dihasilkan dalam penelitian ini adalah zeolit campuran, yakni zeolit X dan zeolit A. Tingkat kemurnian terbentuknya zeolit A lebih besar dibandingkan zeolit X. Hasil tersebut diperkuat dengan hasil analisis kualitatif dengan program Match! 2 yang menunjukkan kecenderungan zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3 didominasi oleh zeolit A dan faujasit berturut-turut sebesar (48 % dan 52 %), (92,8 % dan 7,2 %) dan (62,7 % dan 27,3 %). Analisis FTIR menunjukkan puncak khas dari zeolit tipe faujasite yang sensitif terhadap perubahan pada bilangan gelombang $1100 - 700\text{ cm}^{-1}$ dan $470 - 450\text{ cm}^{-1}$. Jarak antar partikel zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3 yang dihasilkan berturut-turut adalah 1,2 μm ; 0,3 μm ; dan 0,5 μm . Ukuran Kristal zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3 adalah 159 nm; 59,2 nm; dan 159 nm.

ABSTRACT

Assolah, A. 2015. **Synthesis and Characterization Zeolite X from Lapindo Mud with Variation of Composition $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ using Sol-Gel Method.** Thesis. Chemistry Department of Sains and Technology Faculty State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. 1st supervisor: Suci Amalia, M.Sc; 2nd supervisor: Achmad Nashichuddin, M.A; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords: Lapindo mud, SiO_2 , zeolite X, zeolite A, zeolite composition variation $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, sol-gel methods.

Lapindo mud has big womb of mineral nature. SiO_2 compound is the second of bigger component Lapindo mud. Therefore SiO_2 contain use as basic material to make synthesis zeolite. The return benefit of expelled useless waste is humanitic reflection as *khalifah fil ardl* and ulul albab. This research purpose to synthesis and characterization zeolite X was made using Lapindo mud as silica source.

Firstly, has to do is preparation of sample and continue with SiO_2 extraction process and then continue with synthesis zeolite X process. The methods of synthesis zeolite in this research using sol-gel. That doing is admix NaOH with SiO_2 and Al_2O_3 material, this mixture polimer chain form pass through with stirring process during 30 minutes dan ageing during 1 hour. The core of crystal formed doing cristalization during 5 hour with temperature 75 °C. Characterization of structure done with XRD and fungtion groups done with FTIR.

The result of synthesis which doing qualitative analyze manual and program. The result of manual qualitative known that zeolite composition variation $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 and 1,3 have done in this research are zeolite mixture that zeolite X and zeolite A. The purity level of zeolite A higher than zeolite X. This result powered by result of analysis qualitative with match! 2 program that is show tendency of zeolite composition variation $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 and 1,3 are dominated by zeolite A and faujasite as big as successively (48 % and 52 %), (92,8 % and 7,2 %) and (62,7 % and 27,3 %). FTIR analysis show spesial peak from zeolite type faujasite that is sensitive with change wavenumber 1100 – 700 cm^{-1} and 470 – 450 cm^{-1} . The distance intermolecule of zeolite composition variation $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 and 1,3 show the result successively are 1,2 ; 0,3 ; and 0,5 . Crystal size of zeolite molar composition variation $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 and 1,3 are 159 nm; 59,2 nm; and 159 nm.

الملخص

الصلاح أحمد. 2015. تحضير وتوصيف الزيوليت "Zeolit" من وحل "Lapindo" باختلاط تنوع التركيب " SiO_2/Al_2O_3 " بطريقة سول جل "Sol-Gel". بحث جامعي. قسم كيمياء. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأول: سوجي أماليا الماجستير. المشرف الثاني: أحمد نصيح الدين الماجستير. المستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير.

الكلمات الأساسية: وحل "Lapindo"، " SiO_2/Al_2O_3 "، الزيوليت "Zeolit A"، الزيوليت "Zeolit X"، تنوع التركيب " SiO_2/Al_2O_3 "، طريقة سول جل "Sol-Gel".

للحل "لافيندوا" محتويات من المعادن الطبيعية الكبيرة. مركب SiO_2 هو من أكبر العناصر "لافيندوا". فلذلك، استعملت محتويات SiO_2 كمادة خام لصناعة تركيب "الزيوليت". استعادة هذه النفايات المضيع من التفكير البشرى كخليفة في الأرض و أولو الألباب. يهدف هذا البحث لتحضير وتوصيف الزيوليت "Zeolit X" المصنع باستعمال وحل "لافيندوا" كمصدر من سيليكيا.

طريقة الأول يعني إعداد العينات ثم الاستمرار بعملية الاستخراج SiO_2 وتليها بعملية تحضير الزيوليت "Zeolit X" طريقة تحضير الزيوليت في هذا البحث وهي طريقة سول جل "Sol-Gel". عملت اختلاط $NaOH$ مع مادة SiO_2 Al_2O_3 . هذا الاختلاط تشكل سلسلة البوليمر من خلال عملية التحريك لمدة ثلاثين دقيقة وافخرت لمدة خمس ساعات على درجة حرارة 75 درجة مئوية. يتم توصيف هيكل ب XRD ويتم مجموعة وظيفية ب FTIR.

عملت حاصل التحضير على التحليل النوعي والبرامج. يعرف من حاصل الكيفي والبرامج أن تنوع التركيب الزيوليت من SiO_2 / Al_2O_3 0.8 و 1.04 و 1.3 وعرفت في هذه البحث وهي خلط الزيوليت وهي الزيوليت X والزيوليت A. مستوى تشكيل الزيوليت نقاء أكبر من X. ويهيمن عليه الزيوليت A و "faujasit" على قدم المساواة على التوالي (48 52) (7.2 92.8) (27.3 62.7). يظهر تحليل FTIR ذروة نموذجية من الزيوليت من نوع "faujasit" التي تعتبر حساسة للتغيرات في عدد موجة 700 - 1100 سم⁽¹⁾ و 450-470 سم⁽¹⁾. المسافة بين الجسيمات الزيوليت تنوع التركيب من SiO_2 / Al_2O_3 0.8 و 1.04 و 1.3 إنتاجها على التوالي 0.3 . . 0.5 . وكانت الزيوليت الكريستال نسبة حجم على SiO_2 / Al_2O_3 المولي 0.8 و 1.04 و 1.3 159 نانومتر. 59.2 نانومتر. و 159 نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Lumpur Lapindo merupakan suatu bencana nasional yang terjadi di Desa Siring, Kecamatan Porong, Kabupaten Sidoarjo, Provinsi Jawa Timur pada tahun 2006 silam. Lumpur Lapindo muncul karena kesalahan pengeboran minyak oleh PT. Lapindo Brantas Inc. Mineral yang seharusnya berada di dalam tanah terangkat ke atas dalam bentuk lumpur yang dikenal sebagai lumpur panas Sidoarjo (LUSI). Selain itu lumpur panas yang keluar disertai gas beracun yang muncul dititik semburan lumpur Lapindo (Herawati, 2007). Bencana yang terjadi karena ulah tangan manusia telah disebutkan dalam kitab suci Al-Quran. Salah satu contoh bencana nasional yang terjadi adalah lumpur Lapindo. Bencana lumpur Lapindo akibat ulah manusia yang mana telah disebutkan dalam firman Allah Surat Yunus ayat 23:

فَلَمَّا أَنْجَاهُمْ إِذَا هُمْ يَنْعُونَ فِي الْأَرْضِ بِغَيْرِ الْحَقِّ يَا أَيُّهَا النَّاسُ إِنَّمَا بَعَيْتُمْ عَلَىٰ أَنْفُسِكُمْ
مَتَاعَ الْحَيَاةِ الدُّنْيَا ثُمَّ إِلَيْنَا مَرْجِعُكُمْ فَنُنَبِّئُكُمْ بِمَا كُنْتُمْ تَعْمَلُونَ (٢٣)

Yang artinya “Maka tatkala Allah menyelamatkan mereka, tiba-tiba mereka membuat kezaliman di muka bumi tanpa (alasan) yang benar. Hai manusia, sesungguhnya (bencana) kezalimanmu akan menimpa dirimu sendiri; (hasil kezalimanmu) itu hanyalah kenikmatan hidup duniawi, kemudian kepada Kami-lah kembalimu, lalu Kami kabarkan kepadamu apa yang telah kamu kerjakan” (Q.S Yunus: 23).

Ayat di atas menunjukkan bahwa Allah sangat adil untuk manusia atas segala karunia yang telah diberikannya. Menurut Ibnu Abbas dalam kitab Tafsir Tanwīr al-Miqbās (2007) bahwa manusia adalah makhluk yang aneh, ketika Tuhan

menyelamatkan mereka dari badai dan banjir, sesungguhnya mereka memberontak. Mereka berbuat kerusakan di bumi maka Tuhan memberikan balasan yang setimpal dengan apa yang telah mereka perbuat. Sesungguhnya semua yang telah mereka perbuat akan dipertanggungjawabkan kelak setelah mereka kembali pada-Nya. Jika dikaji lebih mendalam tugas manusia hanya untuk menjadi khalifah di bumi. Manusia dasarnya terciptakan atas beberapa sifat namun ada salah satu sifat yang menjadi belenggu untuk manusia karena sifat manusia yang serakah ingin mengeksplorasi alam sebesar-besarnya dapat menyebabkan sebuah bencana. Bencana yang terjadi karena campur tangan manusia itu sendiri, akan pula kembali kepada manusia itu sendiri.

Peran manusia sebagai khalifah sangatlah penting untuk berlangsungnya kehidupan makhluk hidup. Penunjukkan manusia sebagai khalifah membuatnya mendapat hak untuk menggunakan apa saja yang ada di bumi. Kendatipun, mereka juga harus memikul tanggung jawab berat untuk mengelolanya. Dari sini tampak jelas bagaimana islam memperuntukkan bumi dan apa saja yang ada di atasnya sepenuhnya untuk kepentingan manusia. Namun manusia tidak boleh memperlakukan bumi semaunya (Kementrian agama, 2012).

Lumpur Lapindo memiliki mineral alam yang sangat besar. Hasil EDX kandungan senyawa yang ada dalam lumpur Lapindo adalah Na_2O 1,57 %, MgO 2,90 %, Al_2O_3 25,07 %, SiO_2 54,92 %, Cl 0,91 %, K_2O 2,32 %, CaO 2,16 %, FeO 10,15 %. Senyawa silika merupakan komponen terbesar penyusun lumpur Lapindo (Jalil, dkk., 2010). Menurut Fadli, dkk. (2013) bahwa lumpur Lapindo merupakan potensi

yang sangat memungkinkan untuk digunakan sebagai salah satu pengembangan sumber produksi silika.

Zeolit adalah mineral kristal alumina silika tetrahidrat berpori yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi, terbentuk oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubungkan oleh atom-atom oksigen yang terikat kation alkali atau alkali tanah. Zeolit merupakan material yang memiliki banyak kegunaan. Zeolit telah banyak diaplikasikan sebagai adsorben, penukar ion, dan sebagai katalis (Chetam, 1992). Zeolit secara garis besar terbagi atas zeolit sintetis dan zeolit alam. Zeolit alam merupakan zeolit yang diambil langsung dari alam sedangkan zeolit sintetis merupakan zeolit yang dibuat dengan cara sintesis. Zeolit alam mudah ditemukan dan harganya murah akan tetapi banyak kelemahannya. Diantaranya seperti banyak mengandung pengotor (seperti logam maupun non logam), bercampur dengan material lain dan kristalinitasnya yang rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai katalis dan adsorben (Breck, 1974).

Zeolit sintetis memiliki beberapa jenis salah satunya yaitu zeolit X. Zeolit X mempunyai komposisi silika yang rendah dan kaya alumina dengan perbandingan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1 – 1,5 (Kasmui, dkk., 2008), sedangkan menurut Htun, dkk. (2012) telah melakukan sintesis zeolit X dari sumber silika dan alumina sintetis dengan menggunakan rasio 1-3. Namun pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 > 3$ tidak hanya terbentuk zeolit X saja, melainkan terbentuk juga jenis *Faujasite A*.

Masoudian, dkk. (2013) telah mensintesis zeolit X dari sumber silika dan alumina sintetis dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,08 dihasilkan zeolit X murni. Hal ini terindikasikan dari puncak-puncak difraktogram yang dihasilkan yaitu

zeolit X tanpa adanya campuran *Faujasite* tipe lain. Fathizadeh dan Aroujalian. (2011) telah mensintesis zeolit X dari silika dan alumina sintetik dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,25 dihasilkan zeolit Na-X murni karena dihasilkan kristalinitas yang tinggi. Wang, dkk. (2012) telah mensintesis zeolit X menggunakan *raw material* dari *low grade bauxite* dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,0 yang menghasilkan zeolit campuran antara zeolit X, zeolit A dan zeolit P. Sedangkan Franus, dkk. (2012) telah melakukan sintesis zeolit X dari abu layang yang didapatkan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,2 yang menghasilkan zeolit X murni yang ditandakan dalam puncak-puncak difaktogram. Asfadiyah (2014) telah melakukan sintesis zeolit X dari abu ampas tebu menggunakan rasio 1: 1,5 dan 2 dengan suhu kristalisasi $75\text{ }^\circ\text{C}$ dihasilkan zeolit X dengan campuran yaitu zeolit A. Zeolit X terbaik dapat disintesis dengan menggunakan suhu yang rendah $< 100\text{ }^\circ\text{C}$ dengan rasio sebesar 1 sampai dengan 1,5.

Berdasarkan studi literatur, dapat disimpulkan bahwa penggunaan silika dari bahan alam tidak memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan penggunaan silika sintetik hal ini karena pada mineral bahan alam masih banyak pengotor, sehingga untuk mendapatkan silika murni dari *raw material* harus dilakukan proses ekstraksi silika. Silika dalam suatu *raw material* dapat dipisahkan dengan cara dilarutkan dalam pelarut basa. Pelarut yang sering digunakan untuk ekstraksi yaitu natrium hidroksida. Untuk mendapatkan hasil yang baik, perlu memperhatikan hal-hal yang mempengaruhi proses ekstraksi yaitu suhu, konsentrasi pelarut, waktu ekstraksi dan pengadukan. Ekstraksi SiO_2 dari lumpur Lapindo menggunakan NaOH akan menghasilkan larutan Na_2SiO_3 . Larutan ini selanjutnya ditambah HCl sehingga didapat endapan silika (Sodiq., dkk. 2012).

Rosmawati, dkk. (2013) telah melakukan ekstraksi lumpur Lapindo yang telah dikalsinasi dengan suhu 900 °C. Abu lumpur Lapindo direaksikan dalam NaOH 3 M dengan pemanasan pada suhu 98 °C. Filtrat yang dihasilkan dititrasi dengan HCl 1 M dan didapatkan endapan putih berupa silika. Adziimaa, dkk. (2013) telah melakukan ekstraksi lumpur Lapindo dengan merendam lumpur Lapindo dalam larutan HCl 2 M. Kemudian direaksikan dengan NaOH 7 M selama 5 jam yang menghasilkan warna kuning keemasan. Natrium silikat yang didapatkan dititrasi dengan HCl 3 M. Dihasilkan ekstrak silika yang berbentuk endapan putih dengan tingkat kemurnian 98,81 %. Mubarak, dkk. (2014) telah melakukan ekstraksi silika dari lumpur Lapindo dengan menambahkan NaOH 6 M selama 6 jam pada suhu 90 °C. Natrium silikat yang terbentuk dititrasi dengan HCl teknis dan dihasilkan ekstrak silika dengan kemurnian 98,1 %. Selain itu Fadli, dkk. (2013) telah melakukan ekstraksi kontinu pada lumpur Lapindo dengan direndam dengan HCl 2 M selama 12 jam dan dicuci dengan aquades. kemudian dikeringkan pada suhu 100-110 °C sampai kering. Lumpur yang telah kering direaksikan dengan variasi pelarut KOH 1, 3, 5, 7 dan 10 M dengan laju alir 2 mL/menit. Filtrat direaksikan dengan HCL 2 M. Didapatkan ekstrak terbaik yaitu dengan pelarut KOH 10 M yang menghasilkan rendeman 36,10 % dengan tingkat kemurnian 98,81 %.

Sintesis zeolit X dapat dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel banyak digunakan dalam sintesis zeolit karena metode ini menghasilkan derajat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi, memperkecil distribusi ukuran partikel, selain itu sintesisnya satu tahap (Romimoghadam, dkk., 2012). Sintesis dengan metode sol-gel akan sangat maksimal hasilnya jika

ditambahkan dengan proses hidrotermal. Keuntungan hidrotermal adalah dapat dilakukan pada suhu rendah dan juga dapat menghasilkan produk kristal yang homogen, tidak membutuhkan waktu banyak dan menjaga kemurnian bahan karena sampel dimasukkan ke dalam teflon dan bejana baja (reaktor hidrotermal) yang tertutup rapat sehingga terjaga dari kontaminasi luar (Sugiarti, 2012).

Tanaka (2005) menggunakan suhu hidrotermal 85 °C selama 24 jam untuk proses sintesis zeolit X menunjukkan hasil zeolit X dengan *single phase*. Menurut Bondareva, dkk. (2003) sintesis zeolit NaX pada suhu hidrotermal 100 °C dengan waktu sintesis selama 6 jam, 12 jam dan 24 jam menunjukkan tingkat kristalinitas tertinggi pada waktu 6 jam yang merupakan waktu yang optimal karena dihasilkan puncak tertinggi jika dibandingkan dengan waktu yang lain.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit X dari mineral alam yang terkandung dalam lumpur Lapindo yaitu sumber silika menggunakan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Ekstrak lumpur Lapindo yang berupa silika dicampurkan dengan prekursor yang lain dan menghasilkan zeolit X. Hasil zeolit X dikarakterisasi menggunakan instrumen XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui persentase kandungan silika dari lumpur Lapindo. XRD (*X-Ray Diffraction*) digunakan untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan kemurnian zeolit X sintetik dan digunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) untuk menganalisa gugus fungsi zeolit X sintetik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut maka dapat dirumuskan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakter hasil sintesis zeolit X dengan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel?

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah mengetahui karakter hasil sintesis zeolit X dengan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel.

1.4 Batasan Masalah

1. Sumber silika yang digunakan untuk sintesis zeolit X dari lumpur Lapindo Sidoarjo.
2. Lumpur Lapindo diambil dari jarak ± 2 km dari pusat semburan.
3. Variasi yang digunakan adalah komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.
4. Karakterisasi lumpur preparasi dan setelah proses ekstraksi menggunakan instrumen XRF.
5. Karakterisasi hasil sintesis zeolit menggunakan instrumen XRD dan FTIR

1.5 Manfaat Penelitian

1. Mengetahui hubungan langsung antara ilmu kimia teoritis dan praktik khususnya pada proses sintesis zeolit X dari lumpur Lapindo yang telah diperoleh selama penelitian.
2. Memberikan informasi tentang proses sintesis zeolit X dari lumpur Lapindo yang efektif dengan variasi komposisi, sehingga masyarakat dapat memanfaatkan lumpur Lapindo yang terbuang sia-sia.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Lumpur Lapindo

Lumpur Lapindo (dikenal sebagai LUSI) adalah jenis lumpur vulkanik yang meliputi area seluas lebih dari 6,5 km³ dan telah mendislokasi penduduk lebih dari 30.000 orang sejak semburan pertama pada tanggal 29 Mei 2006 di Kecamatan Porong, Sidoarjo di Jawa Timur, Indonesia. Pada 30 Oktober 2008, aliran lumpur mencapai 100.000 m³/hari, dan hal ini diperkirakan akan terus berlangsung selama 30 tahun mendatang (Jalil, dkk., 2010).

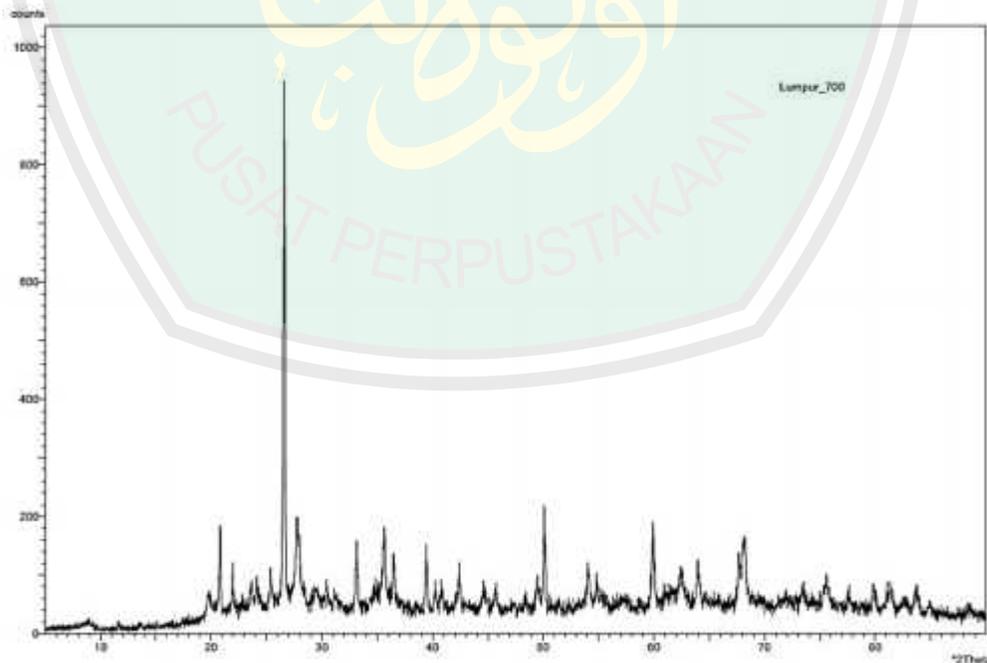
Semburan lumpur panas terjadi di Desa Siring, Kecamatan Porong, Kabupaten Sidoarjo Jawa Timur yang telah berlangsung selama delapan tahun, namun sampai saat ini belum dapat dihentikan. Berawal pada tanggal 29 Mei 2006, di dekat sumur pengeboran Banjar Panji-1 milik PT Lapindo Brantas, Inc menyemburkan gas beracun dan lumpur panas. Kegiatan eksplorasi oleh PT. Lapindo Brantas ini merupakan salah satu rangkaian kegiatan yang dilakukan karena sifat cadangan minyak dan gas bumi tidak dapat ditentukan secara pasti (Herawati, 2007). Menurut Aristianto (2006), kandungan lumpur Lapindo adalah SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, TiO₂, CaO, MgO, Na₂O, K₂O, dan SO₂ dengan kandungan alumina (Al₂O₃) sebesar 18,27 % dan silika (SiO₂) sebesar 60 %.

Menurut Mustopa dan Risanti (2013) bahwa hasil EDX lumpur tidak teraktivasi menunjukkan bahwa unsur terbanyak adalah O, Si dan Al. Hal ini menunjukkan bahwa lumpur didominasi oleh senyawa alumina (Al₂O₃) dan silika

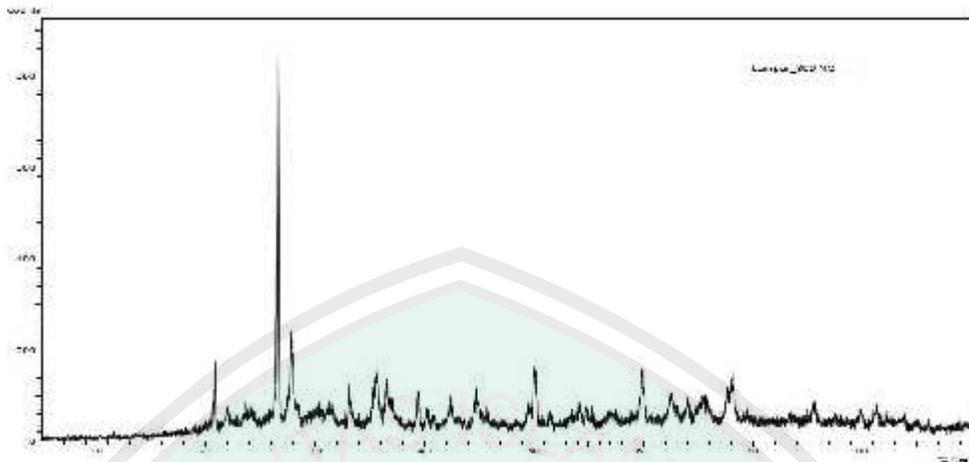
(SiO₂).

Perubahan morfologi lumpur tidak terpengaruh pada kondisi basa maupun asam, tetapi perubahan morfologi lumpur lebih dipengaruhi oleh perubahan suhu kalsinasi. Menurut Antoni, dkk (2013) bahwa kalsinasi dapat meningkatkan kadar silika dan alumina. Hal ini ditunjukkan oleh persen silika dan alumina yang meningkat signifikan berturut-turut adalah 28 % menjadi 38 % dan 5 % menjadi 7,5 %.

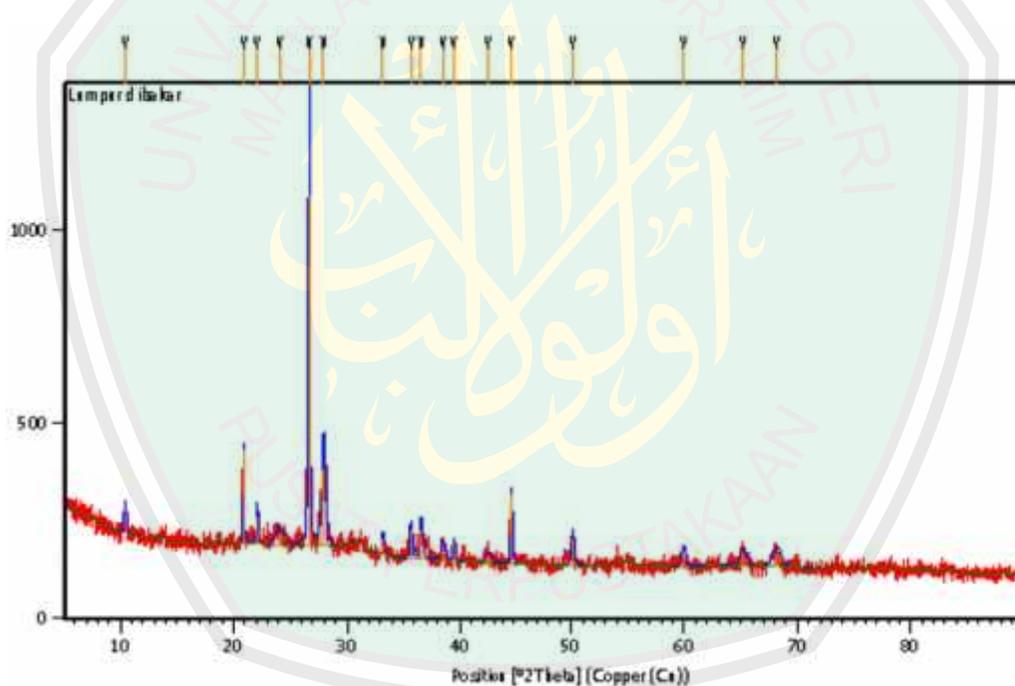
Lumpur Lapindo memiliki kandungan silika yang cukup besar sebelum dikalsinasi. Antoni, dkk (2013) melakukan kalsinasi lumpur Lapindo dengan suhu 700 °C, 800 °C, 900 °C selama 5 jam. Pola difraksi yang ditunjukkan pada Gambar 2.1 sampai 2.3 merupakan hasil kalsinasi yang dilakukan pada suhu 700 °C sampai 900 °C. Kalsinasi ini dapat meningkatkan kandungan silika (Antoni, dkk., 2013).



Gambar 2.1 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 700 °C (Antoni, dkk., 2013)



Gambar 2.2 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 800 °C (Antoni, dkk., 2013)



Gambar 2.3 Hasil XRD pada suhu kalsinasi 900 °C (Antoni, dkk., 2013)

Perbandingan dari Gambar 2.1 sampai 2.3 dapat dinyatakan bahwa pada suhu 800 °C merupakan suhu optimum kalsinasi. Hal itu ditunjukkan pada rendahnya intensitas yang diperoleh pada kalsinasi suhu 700 °C dan 900 °C (Antoni, dkk., 2013). Lumpur pada kalsinasi suhu 800 °C dapat dimanfaatkan sebagai adsorben air pada

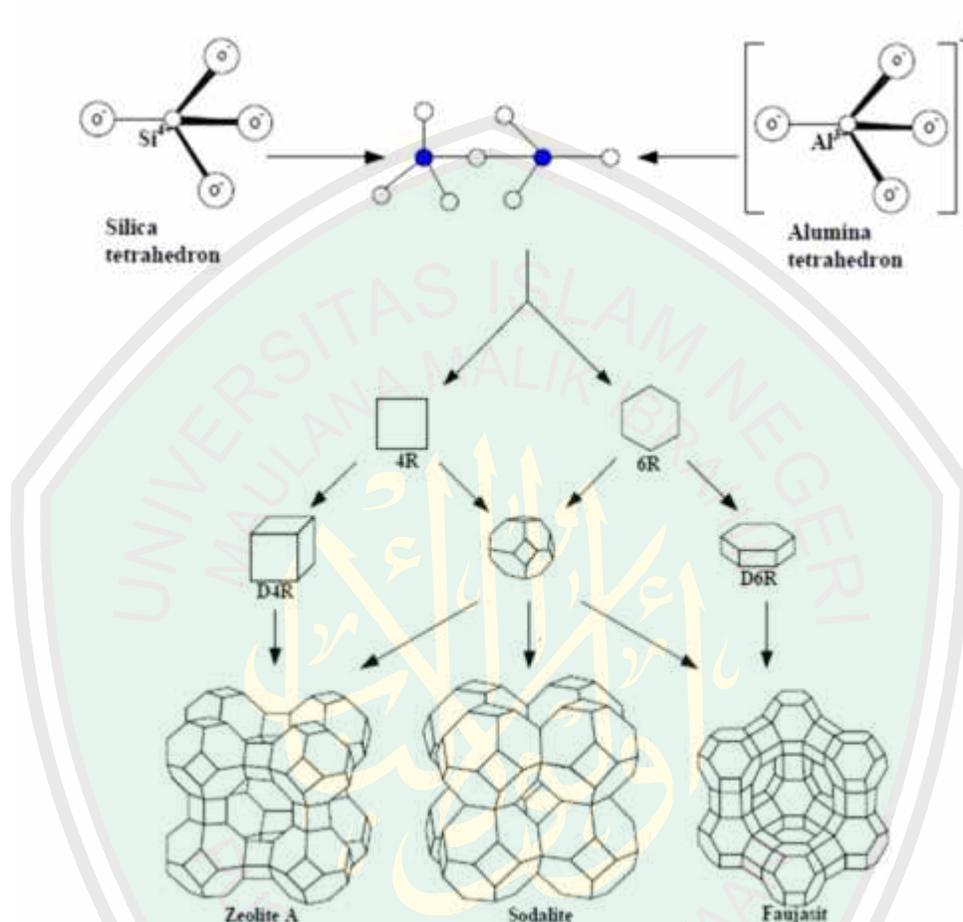
pemurnian etanol, tetapi potensinya masih kecil jika dibandingkan dengan adsorben lainnya. Selain adsorben, berdasarkan kandungannya lumpur juga mampu digunakan sebagai bahan baku bangunan seperti batu bata merah, beton geopolimer, dan semen portland. Sesuai dengan hasil XRF lumpur Lapindo yang menunjukkan bahwa kandungan oksida logam pada lumpur sesuai dengan standar bahan baku bata merah. Selain itu, spektrum XRD yang dikalsinasi pada suhu 800 °C memiliki puncak lebih banyak jika dibandingkan dengan spektrum XRD lumpur yang teraktivasi secara kimia (Mustofa dan Risanti, 2013).

Menurut Aristanto dalam penelitiannya terhadap kandungan lumpur Lapindo, didapatkan bahwa kandungan silika dalam *raw material* mencapai 53,08 %. Dari hal tersebut dapat disimpulkan bahwa material lumpur Lapindo memiliki potensi yang cukup besar untuk dijadikan sebagai sumber silika di Indonesia (Adziimaa, dkk., 2013) Oleh karena itu bisa dijadikan sumber silika dalam pembuatan zeolit X.

2.2 Zeolit X

Zeolit X merupakan tipe zeolit sintetis yang termasuk dalam kelompok faujasit (FAU) karena mempunyai topologi struktur kerangka yang sama walaupun keduanya merupakan spesi zeolit dengan karakteristik yang berbeda (Kurniawan, 2006). Menurut Widati, dkk. (2010) rumus molekul dari zeolit X sintesis adalah $\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106}]\cdot 264\text{H}_2\text{O}$. Zeolit X dapat digunakan pada berbagai aplikasi terutama dalam industri karena stabilitas yang sangat baik dari struktur kristalnya serta jumlah pori dan luas permukaan yang besar (Kwakye, 2008). Zeolit A mempunyai ukuran pori yang kecil dibandingkan zeolit X. Zeolit A adalah salah satu

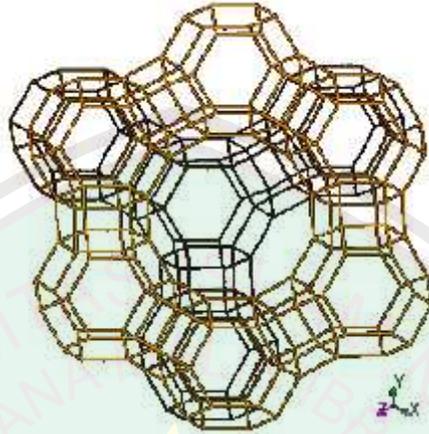
zeolit sintetik yang banyak digunakan dalam aplikasi industri terutama sebagai katalis dan adsorben. Proses penyusunan kerangka zeolit seperti pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit (Masoudian, dkk., 2013)

Struktur kerangka aluminasilika zeolit X dengan muatan negatif merupakan sistem pori tiga dimensi yang berisi kation penetrasi muatan dan terisi oleh cincin 6 tetrahedral yang membentuk prisma heksagonal cincin 6 ganda, D6R (6-2) yang mengandung 12 tetrahedral (SiO₄ dan Al₂O₄) dan cincin tunggal 4, 6 dan 8 sebagai unit pembangun sekunder. Unit polihedral zeolit X terbentuk dari kerangka 26 hedron

sehingga menghasilkan rongga yang lebih besar dengan diameter sebesar 13 (Anna, 2004). Struktur zeolit X sebagai berikut dalam Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Bentuk Zeolit X (Riyanto, 2007)

Zeolit X digunakan secara komersial sebagai penukar ion untuk pengolahan air. Zeolit ini memiliki kapasitas pertukaran ion yang tinggi (sama dengan zeolit A) dan ukuran pori besar yang memungkinkan untuk pertukaran semua ion yang sulit, termasuk magnesium terhidrasi dan ion besi. Zeolit X memiliki ukuran pori yang besar 7,3 Å dan KTK (Kapasitas Tukar Kation) tinggi. Selain itu zeolit dapat digunakan sebagai penukar ion juga dapat berfungsi sebagai katalis. Zeolit merupakan material yang sangat atraktif untuk teknologi dan aplikasi keramahan lingkungan. Mikro pori-pori yang luas dapat berguna untuk pemurnian dan pemisahan gas dan komponen organik (Ozdemir dan Piskin, 2013).

Proses pembuatan zeolit secara komersial terbagi menjadi tiga kelompok yaitu pembuatan zeolit dari gel reaktif aluminasilika atau hidrogel, konversi dari mineral tanah liat menjadi zeolit, dan proses berdasarkan pada penggunaan material mentah zeolit yang sudah ada di alam. Proses hidrogel didasarkan pada proses konversi hidrogel dengan tanah liat. Bentuk hidrogel diperoleh dari reaksi alumina dengan

silika. Material yang digunakan adalah natrium silikat, tanah aluminat, dan natrium hidroksida. Pembentukan zeolit X diperoleh dengan cara menambahkan campuran yang mengandung kristal zeolit X (Yvonne dan Thompson, 2002).

Zeolit X dapat disintesis dengan berbagai metode diantaranya adalah metode sol-gel, metode hidrotermal, dan metode presipitasi. Namun metode yang paling efektif untuk menghasilkan zeolit X adalah metode sol-gel. Fathizadeh dan Araoujalian. (2011) telah mensintesis zeolit X menggunakan komposisi molar rasio $5,5 \text{ Na}_2\text{O} : 1,0 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 4,0 \text{ SiO}_2 : 190 \text{ H}_2\text{O}$, campuran *raw material* untuk sintesis zeolit X dimasukkan ke dalam botol kristalisasi. Kemudian pindahkan botol ke shaker untuk kristalisasi hidrotermal. Digunakan suhu $60 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam dishaker dengan kecepatan 250 rpm. Menurut hasil XRF didapatkan zeolit X dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,25.

Htun, dkk. (2012) telah mensintesis zeolit X menggunakan komposisi molar $3 \text{ SiO}_2 : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 4,2 \text{ Na}_2\text{O} : 180 \text{ H}_2\text{O}$, waktu pengadukan selama 1 jam pada suhu kamar, waktu pemeraman pada suhu kamar selama 24 jam, kristalisasi pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam dan waktu pengeringan untuk zeolit X sintesis pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 12 jam. Menurut hasil XRD zeolit yang terbentuk merupakan zeolit NaX dan jenis *Faujasite* yang lain. Morfologi dari SEM untuk zeolit X adalah berbentuk segi delapan. Menurut hasil penyelidikan, kondisi optimum produk zeolit NaX dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,77.

Masoudian, dkk. (2013) telah mensintesis zeolit X menggunakan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, kemudian campuran tersebut *distirrer* selama 30 menit, lalu dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi

pada suhu 75 °C selama 4 jam dalam oven. Selanjutnya padatan yang terbentuk dikeringkan dalam oven selama semalam pada suhu 120 °C. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,08.

Kiti (2012) menunjukkan bahwa sintesis zeolit X dapat dilakukan menggunakan metode yang dipakai oleh Lechert dan Kacirek (1992), dengan komposisi molar 18 Na_2O : Al_2O_3 : 4 SiO_2 : 325 H_2O kemudian dikristalisasi selama 7 jam pada suhu konstan 95 °C dan padatan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 77 °C selama 8 jam dalam oven. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,45.

Variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dalam zeolit X sangat mempengaruhi sifat fisik zeolit (Georgiev, dkk., 2009). Das (2011) telah mensintesis zeolit X dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1 – 1,5. Kondisi yang digunakan adalah waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 6 jam pada 90 °C. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,4. Berdasarkan kajian beberapa variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tersebut, penelitian ini akan dilakukan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ untuk mengetahui pengaruh variasi tersebut pada produk akhir sintesis zeolit X.

2.3 Metode Sintesis Zeolit X

2.3.1 Sol-gel

Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2011).

A. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat (Fernandez, 2011).

B. Kondensasi

Tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan senyawa hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol (Fernandez, 2011).

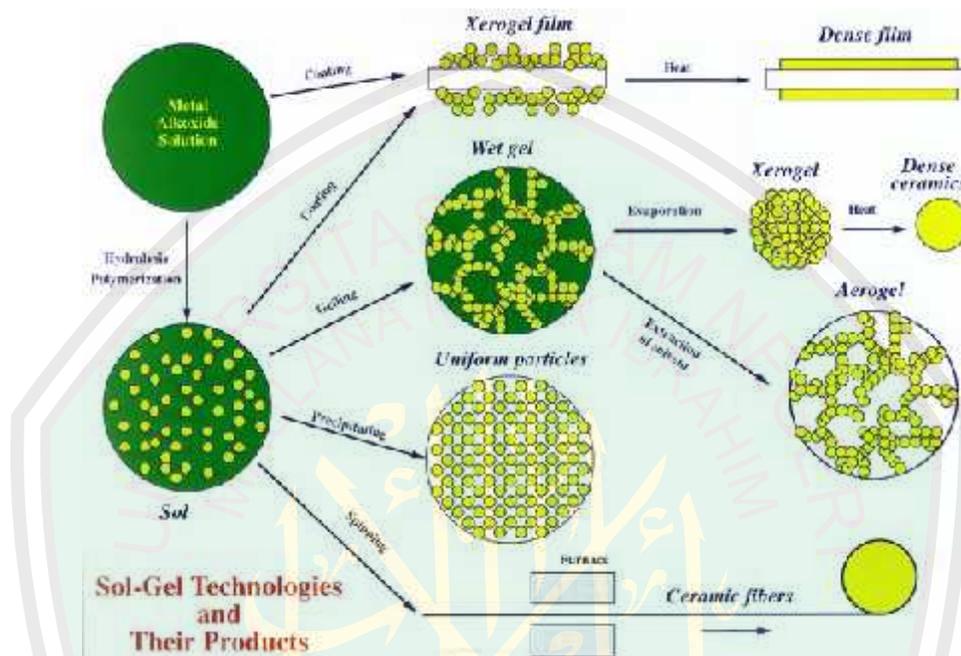
C. Pemeraman (Ageing)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses ageing. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan (Fernandez, 2011).

D. Pengeringan

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi (Fernandez, 2011).

Proses pembuatan sol-gel dalam sintesis zeolit X dilakukan untuk mendapatkan xerogel yang akan dijadikan powder dengan proses pemanasan. Hal ini dijelaskan dalam Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Proses sol-gel (Widodo, 2010)

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu “*wet method*” karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Fernandez, 2011).

Kelebihan metode sol gel dibandingkan dengan metode konvensional, antara lain (Fernandez, 2011):

- a. Kehomogenan yang lebih baik
- b. Kemurnian yang tinggi

- c. Suhu relatif rendah
- d. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa
- e. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil
- f. Mengurangi pencemaran udara

Zeolit X dapat disintesis dengan metode sol-gel. Untuk mendapatkan silika dari lumpur Lapindo perlu diekstraksi dengan NaOH dan direaksikan dengan HCl. Reaksi yang terjadi di tunjukkan pada Persamaan 2.1 sampai 2.3 (Rosmawati, 2013):



Setelah didapatkan silika dari ekstrak lumpur Lapindo, maka dilakukan proses sintesis dengan metode sol-gel dengan prekursor pembuatan zeolit X. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Persamaan 2.4 dan 2.5 (Yu, dkk., 2013):



2.3.2 Hidrotermal

Hidrotermal terbentuk dari kata hidro yang berarti air dan termal yang berarti panas, sehingga dapat diperkirakan metode hidrotermal menggunakan panas dan air yang sifatnya merubah larutan menjadi padatan. Pada praktiknya, metode ini melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (*autoclave*) menggunakan air.

Dalam wadah tertutup, tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan. Metode hidrotermal (penggunaan air sebagai pelarut di atas titik didihnya) harus dilakukan pada sistem yang tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan di atas titik didihnya. Jika pemanasan air mencapai di atas titik didih normalnya yaitu 100 °C, maka disebut “*super heated water*”. Kondisi saat tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi hidrotermal. Kondisi hidrotermal terdapat secara alamiah dan beberapa mineral seperti zeolit alam terbentuk melalui proses ini (Ismagilov, 2012).

Sintesis hidrotermal merupakan teknik atau cara kristalisasi suatu bahan atau material dari suatu larutan dengan kondisi suhu dan tekanan tinggi. Sintesis hidrotermal secara umum dapat didefinisikan sebagai metode sintesis suatu kristal yang sangat ditentukan oleh kelarutan suatu mineral dalam air yang bersuhu (suhu maksimum pada alat 400 °C) dan bertekanan tinggi (tekanan maksimum pada alat 400 Bar). Proses pelarutan dan pertumbuhan kristalnya dilakukan dalam bejana tertentu yang disebut otoklaf (*autoclave*), yaitu berupa suatu wadah terbuat dari baja yang tahan pada suhu dan tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal terjadi karena adanya gradient suhu yang diatur sedemikian rupa sehingga pada bagian yang lebih panas akan terjadi reaksi larutan, sedangkan pada bagian yang lebih dingin terjadi proses supersaturasi dan pengendapan kristal. Teknologi ini dikenal dengan istilah metode hidrotermal (Agustinus, 2009).

Metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, yaitu (Lee, 2000):

1. Suhu relatif rendah untuk reaksi.

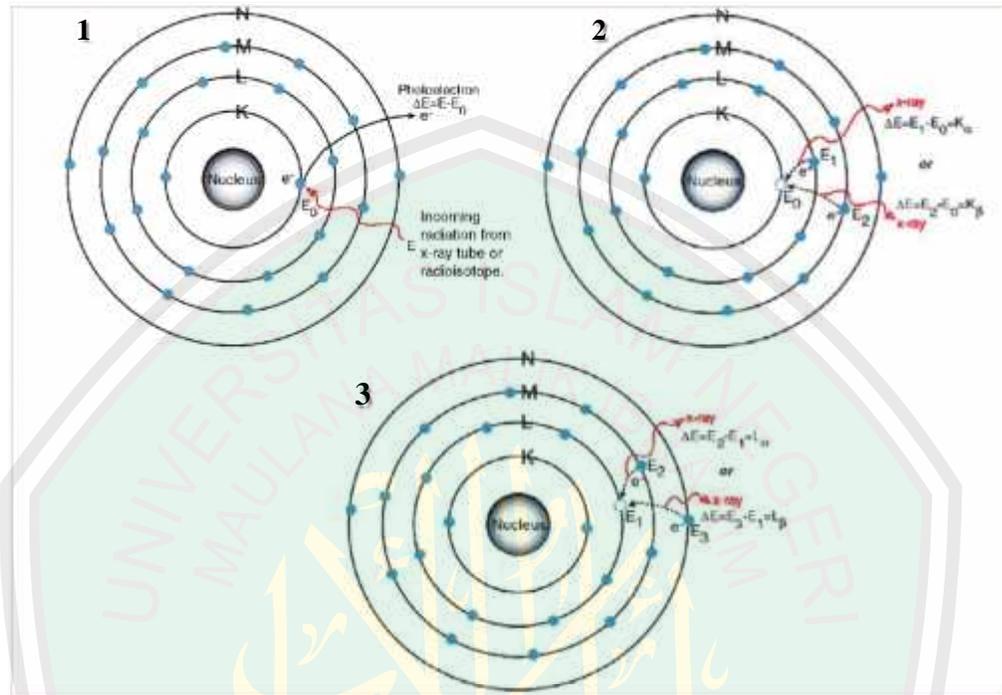
2. Dengan menaikkan suhu dan tekanan dapat menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi yang tidak biasanya.
3. Pada kondisi super-heated water, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. atau bila suhu dan tekanan tersebut belum mampu, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut.
4. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi.
5. Kemurnian tinggi.
6. Distribusi ukuran partikel yang homogen.

2.4 Karakterisasi Sintesis Zeolit X

2.4.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar X dari sumber sinar X (Jenkin, 1988). Bagian dari skema XRF ditunjukkan Gambar 2.8 nomor 1 menunjukkan selama proses jika *X-ray* mempunyai energi yang cukup maka elektron akan terlempar dari kulitnya yang lebih dalam (terekstisasi), menciptakan *vacancy* pada kulitnya, *vacancy* itu mengakibatkan kondisi yang tidak stabil pada atom. Untuk menstabilkan kondisi maka elektron dari luar ditransfer untuk menutupi *vacancy* tersebut seperti ditunjukkan oleh nomor 2. Proses tersebut memberikan karakteristik dari *X-ray*, yang energinya berasal dari perbedaan energi ikatan antar kulit yang berhubungan. Karena sepektrum *x-ray* maka

pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan *multiple peak* pada intensitas yang berbeda (Astini, 2008).



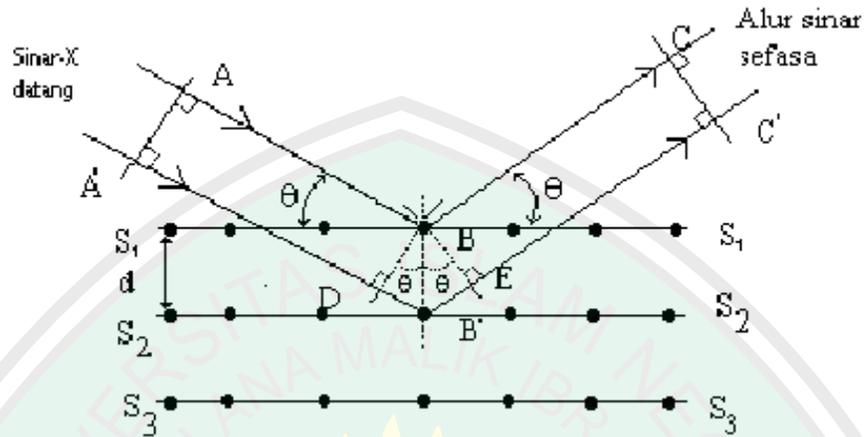
Gambar 2.8 Prinsip kerja XRF (dimulai dari no 1 - 3) (Astini, 2008)

2.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, dkk., 2004).

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk dan menghitung tingkat kristalinitas berdasarkan intensitas tertinggi. Fasa padatan sintesis

diidentifikasi dengan membandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari *collection of simulated XRD powder patterns for zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001).



Gambar 2.9 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg (Hayati, 2007)

Spektroskopi XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg seperti ditunjukkan pada Persamaan 2.1. W.L Bragg menggambarkan difraksi sinar X oleh kristal ditunjukkan seperti pada Gambar 2.9 (Aji dan Anjar, 2009). Sedangkan hasil difraktogram zeolit X ditunjukkan Gambar 2.10 yang menunjukkan bahwa 3 puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$, $10,7^\circ$, dan $15,4^\circ$ (Ulfah, dkk., 2006).

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

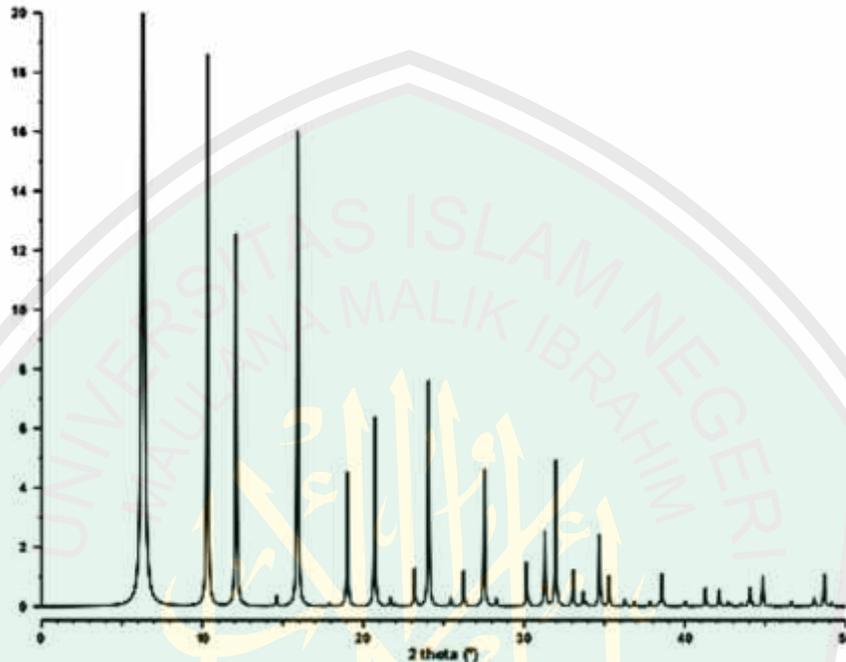
keterangan :

λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

d : Jarak antara dua bidang kisi

n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan



Gambar 2.10 Pola difraktogram sampel zeolit X (Treacy dan Higgins, 2001)

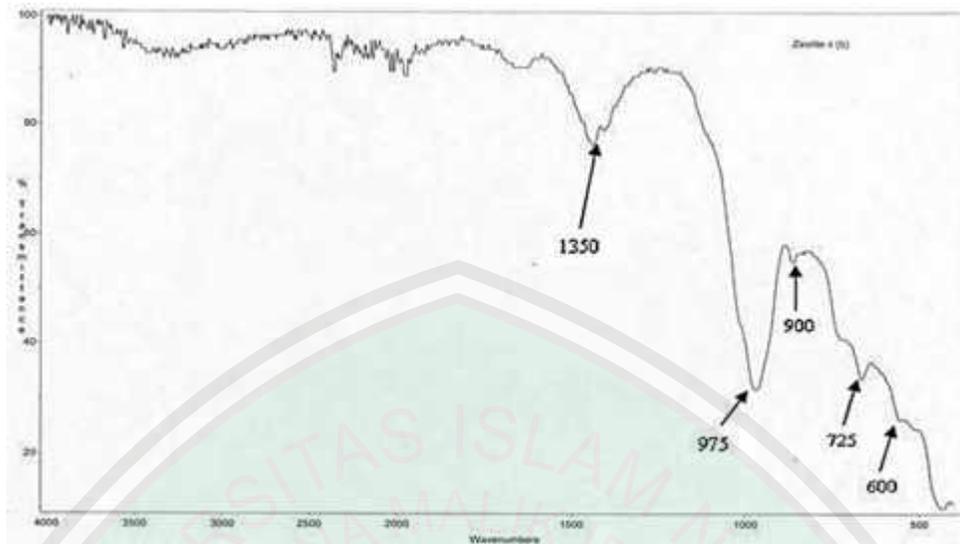
Dari hasil XRD zeolit X literatur pada Gambar 2.10, diketahui bahwa tiga puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$, $10,7^\circ$, dan $15,4^\circ$ (Ulfah, dkk., 2006).

2.4.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektroskopi inframerah atau *fourier transform infrared* (FTIR) adalah metode analisis yang digunakan untuk identifikasi jenis senyawa berdasarkan spektra absorpsi sinar inframerahnya. Metode ini dapat menentukan komposisi gugus fungsi dari senyawa sehingga dapat membantu memberikan informasi untuk penentuan struktur molekulnya. Sampel yang digunakan dapat berupa padatan, cairan ataupun

gas. Analisa dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi (Sibilia, 1996).

Karakterisasi zeolit hasil dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa, seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain maka molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila menyerap radiasi inframerah. Pada spektroskopi inframerah, inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran bila molekul menyerap radiasi inframerah dan energi yang diserap menyebabkan kenaikan pada amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang karakteristik yang berlainan. Akibatnya setiap molekul akan mempunyai spektrum inframerah yang karakteristik pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lainnya melalui posisi dan intensitas pita serapan, sehingga dapat digunakan untuk penjelasan struktur, identifikasi dan analisis kuantitatif (Sastrohamidjojo, 1992).



Gambar 2.11 Spektra IR zeolit X (Kiti, 2012)

Hasil FTIR Penelitian Kiti (2012) yang ditunjukkan Gambar 2.11 merupakan spektra zeolit X yang menunjukkan adanya serapan IR yang kuat di daerah spektra di bawah bawah 1200 cm^{-1} . Puncak yang kuat diamati pada daerah 480 cm^{-1} yang bergeser ke 600 cm^{-1} . Puncak lainnya yang dapat diamati di daerah 975 dan 1600 cm^{-1}

2.5 Metode Penghalusan dengan Metode Rietveld

Analisis Rietveld adalah sebuah metode pencocokan tak-linier kurva pola difraksi terhitung (model) dengan pola difraksi terukur yang didasarkan pada data struktur kristal dengan menggunakan metode kuadrat terkecil (*least-squares*). Penamaannya bisa bermacam-macam, misalnya metode Rietveld, analisis Rietveld atau penghalusan Rietveld. Penamaan 'Rietveld' tidak lain dinisbatkan pada pembuat metode ini, seorang berkebangsaan Belanda, yang bernama Hugo Rietveld. Pada mulanya, metode Rietveld digunakan untuk memecahkan struktur kristal dengan data difraksi serbuk neutron (*neutron powder diffraction data*). Dalam perkembangannya,

metode Rietveld dapat diaplikasikan pada data difraksi sinar-x. Perkembangan selanjutnya menunjukkan bahwa metode ini dapat digunakan sebagai alat bantu karakterisasi material kristalin guna mengekstraksi berbagai informasi kimiawi maupun struktur-mikro. Berbagai pendekatan untuk analisis material anorganik pun turut berkembang seiring dengan kemajuan tentang pemahaman mengenai metode ini. Sedangkan informasi struktur mikro ukuran kristal dan regangan tak-seragam diperoleh dari pelebaran puncak difraksi yang diindikasikan oleh parameter-parameter dalam fungsi profil yang digunakan dalam analisis Rietveld. Analisis Rietveld juga dapat digunakan secara khusus untuk menentukan parameter kisi secara akurat (Pratapa, 2007).

2.6 Manusia Sebagai Pemelihara dan Khalifah di Dunia

Alam semesta merupakan suatu tempat berkumpulnya ciptaan Tuhan. Penciptaan alam semesta telah tertuang dalam berbagai kitab-Nya, salah satunya yaitu Al-Qur'an. Al-Qur'an merupakan sumber dari ilmu pengetahuan dan hukum-hukum islam. Apabila kita menyimak dan mengkaji Al-Qur'an, kita akan menemukan sebuah korelasi antara makhluk hidup dengan lingkungan. Makhluk hidup yang berada dalam suatu lingkaran lingkungan hidup mempunyai hubungan yang sangat erat antara satu dengan yang lainnya. Efek yang ditimbulkan oleh hubungan erat ini membuat suatu tatanan lingkungan hidup (*ekosistem*) yang mempunyai sebuah keseimbangan didalamnya. Kaitan penciptaan alam semesta ini tertuang dalam Qur'an surat Ali Imron 190-191 :

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ
 الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ
 رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ)

Yang artinya “Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.(190). (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka(191)”.

Surat Ali Imron 190-191 memiliki korelasi dengan ayat sebelumnya yang ditafsirkan tentang penciptaan alam semesta. Abi Fida dalam tafsir *al-Qur’an al-Adzim* menafsirkan firman Allah **إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ** dijelaskan bahwa ihwal ketinggian dan keluasan langit, kerendahan dan ketebalan bumi serta tanda-tanda kekuasaan yang besar terdapat pada keduanya, baik tanda-tanda yang bergerak maupun yang diam, lautan, hutan, pepohonan, barang tambang, serta berbagai jenis makanan, warna dan buah-buahan yang bermanfaat. Selanjutnya Firman Allah **فِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ** dijelaskan bahwa pergantian malam dan siang yang pergi dan datang serta susul-menyusul dalam hal panjang, pendek dan sedang, semua itu merupakan penetapan dari yang Maha perkasa lagi Maha mengetahui (Al-fida, 1991). Penggalan ayat terakhir **لايْت لاولي الباب** dijelaskan dengan makna *tazakkur* (mengingat) dan *tafakkur* (berfikir) ia akan sampai kepada khidmah yang ada di balik proses mengingat dan berfikir, yaitu mengetahui, memahami dan menghayati, bahwa dibalik fenomena alam dan segala sesuatu yang ada di dalamnya menunjukkan adanya sang penciptaan. Adanya aturan-aturan yang dibuatnya serta karunia dan berbagai manfaat yang terdapat di dalamnya (alam semesta) (Nata, 2002). Kajian diatas menunjukkan

kepada manusia agar merenungkan segala ciptaan-Nya karena manusia telah diberikan akal sebagai alat untuk berfikir.

Manusia sebagai makhluk Tuhan yang paling sempurna dan mempunyai kedudukan serta martabat yang mulia di dunia. Manusia telah diberikan akal oleh Tuhan agar selalu berfikir dan merenungi ciptaan Tuhan, Oleh karena itu manusia di bumi bertugas sebagai khalifah. Hal ini tertera dalam surat Al An'am 165:

وَهُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ الْأَرْضِ وَرَفَعَ بَعْضَكُمْ فَوْقَ بَعْضٍ دَرَجَاتٍ لِيُبْلُوَكُمْ فِي مَا آتَاكُمْ إِنَّ رَبَّكَ سَرِيعُ الْعِقَابِ وَإِنَّهُ لَعَفُورٌ رَّحِيمٌ)

Yang artinya “Dan Dia lah yang menjadikan kamu penguasa-penguasa (khalifah-khalifah) di bumi dan Dia meninggikan sebahagian kamu atas sebahagian (yang lain) beberapa derajat, untuk mengujimu tentang apa yang diberikan-Nya kepadamu. Sesungguhnya Tuhanmu amat cepat siksaan-Nya dan sesungguhnya Dia Maha Pengampun lagi Maha Penyayang”.

Manusia Sebagai khalifah di bumi mengemban amanat besar Tuhan mempunyai dua fungsi dan tugas utama yaitu: melaksanakan pengabdian kepada Tuhan yang telah memberikan kedudukan dan kehormatan sebagai khalifah dan pengemban amanatnya di muka bumi. Pangabdian disini mengandung pengertian yang luas yaitu tunduk dan patuh melaksanakan segala peraturan dan ketentuan-Nya (perintah dan larangan) yang telah ditetapkan. Fungsi dan tugas manusia yang kedua adalah mengolah, mengelola dan memanfaatkan sumber kekayaan alam untuk mewujudkan kemaslahatan umat manusia dan makhluk-makhluk lainnya (Gani, dkk.,1986).

Selain itu dijelaskan dalam Kitab Tafsir Jalalain tentang surat al an'am 165 yang menyatakan bahwa Dialah yang menjadikan kamu penguasa-penguasa di bumi,

kata penguasa ini jamak dari kata khalifah; yakni sebagian di antara kamu mengganti sebagian lainnya di dalam masalah kekhalifahan ini (dan Dia meninggikan sebagian kamu atas sebagian yang lain beberapa derajat) dengan harta benda, kedudukan dan lain sebagainya (untuk mengujimu) untuk mencobamu (tentang apa yang diberikan kepadamu) artinya Dia memberi kamu agar jelas siapakah di antara kamu yang taat dan siapakah yang maksiat. Sesungguhnya Tuhanmu itu adalah amat cepat siksaan-Nya terhadap orang-orang yang berbuat maksiat kepada-Nya dan sesungguhnya Dia Maha Pengampun terhadap orang-orang mukmin serta lagi Maha Penyayang terhadap mereka (Syaf, dkk., 1990).

Ibnu zaid menjelaskan dalam kitab tafsir Ibnu Katsir tentang surat Al An'am 165. Ayat tersebut menerangkan adanya manusia yang menjadikan dan meramaikan bumi melalui generasi demi generasi sampai kiamat tiba. Dengan adanya banyak manusia itu dibeda-bedakan di antara kalian dalam hal rezeki, akhlak, kebaikan, kejahatan, penampilan, bentuk, dan warna. Hanya dialah yang mengetahui hikmah di balik semua. Manusia yang sudah mendapatkan rezeki masing masing akan mengalami proses ujian dari Tuhan. Rezeki itu menguji kalian dalam nikmat yang telah dikaruniakan-Nya kepada kalian. Orang kaya diuji dalam kekayaannya yang menuntutnya harus mensyukuri nikmat itu, dan orang yang miskin diuji dalam kemiskinannya yang menuntutnya untuk bersikap sabar. Yakni Maha Pengampun lagi Maha Penyayang kepada orang yang taat kepadaNya dan mengikuti rasul-rasul-Nya dalam mengamalkan apa yang mereka sampaikan, baik berupa berita maupun perintah. Menurut Muhammad ibnu Ishaq, makna yang dimaksud ialah Allah Swt.

Benar-benar mengasihi hamba-Nya, sekalipun mereka berlumuran dengan dosa (Bakar, 2000).

Membicarakan masalah peran dan tanggung jawab manusia memang tak akan ada habisnya. Adanya manusia berhubungan erat dengan istilah khalifah yang disebutkan di beberapa ayat dalam al-Qur'an. Dawam Raharjo dalam bukunya Ensiklopedi al-Qur'an, menyebutkan bahwa kata khalifah yang cukup dikenal di Indonesia mengandung makna ganda. Berdasarkan kajian tematisnya terhadap istilah khalifah dalam Al-Qur'an. Dapat disimpulkan bahwa memiliki banyak makna terhadap istilah khalifah. Pertama, khalifah yang berarti Adam as. Sebagai simbol manusia pertama, manusia adalah penguasa di muka bumi. Kedua, khalifah berarti generasi penerus atau pengganti, sehingga fungsi khalifah diamanatkan secara kolektif kepada suatu generasi. Dan terakhir, khalifah berarti kepala negara atau raja suatu kaum (Raharjo, 2002).

Khalifah dalam pembahasan ini cenderung kepada pengertian khalifah yang kedua yang berhubungan dengan fungsi dan tanggungjawab manusia di muka bumi yang mengemban amanat Tuhan. Hal ini dimaksudkan tidak untuk membatasi fungsi manusia yang tertumpu hanya pada kepemimpinan yang formal atau kekuasaan tertinggi. Sebab dalam mengemban amanat tidak harus selalu dalam bentuk kekuasaan atau menjadi pemimpin. Pada dasarnya, semua manusia mempunyai kewajiban untuk menyampaikan kebenaran (Raharjo, 2002).

Manusia sebagai *Khalifah fil ardl* dapat diartikan pengemban amanat yang diberikan Allah kepada manusia. Tugas manusia dalam rangka mengemban amanat "*khalifah fil ardl*" yang terkandung dalam surat Al-baqoroh ayat 29 dengan

maksud mengelola dan memakmurkan bumi dengan menggali sumber daya alam yang ia miliki untuk kesejahteraan manusia. Kesejahteraan yang dimaksud adalah kemampuan manusia untuk mengambil manfaat dari kekayaan alam yang tersedia. Karena Allah menciptakan kekayaan alam tidak lain diperuntukkan bagi manusia.

Berdasarkan uraian diatas, cukup beralasan jika Allah memberikan tanggung jawab kepada manusia untuk menjadi khalifah di muka bumi. Alasan tersebut adalah adanya kualitas dan kemampuan manusia dalam berfikir, menangkap, dan mempergunakan simbol-simbol komunikasi (Raharjo, 2002).



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April - Mei 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Organik, Laboratorium Kimia Dasar & Anorganik Edukasi, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang dan Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat-alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, pengaduk magnet, spatula, *hot plate*, oven, neraca analitik, botol akuades, botol *polypropilena*, pH universal, *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *X-Ray Fluorescence* (XRF).

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini silika (SiO_2) dari ekstraksi lumpur Lapindo, aquades, natrium hidroksida (NaOH), alumina (Al_2O_3) dan asam klorida (HCl).

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan ditujukan untuk mengetahui karakter zeolit sintetik dengan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang menggunakan metode sol gel. Sintesis zeolit X ini menggunakan metode sol gel hidrotermal menggunakan

komposisi molar sebagai $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$ (Masoudian, dkk. 2013).

Zeolit X yang dihasilkan dianalisis kristalinitas dan kemurniannya menggunakan XRD dan dianalisis gugus fungsinya dengan FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel
 - a. Karakterisasi lumpur Lapindo dengan XRF
2. Ekstraksi SiO_2 dari lumpur Lapindo
 - a. Karakterisasi ekstrak lumpur Lapindo dengan XRF
 - b. Karakterisasi ekstrak lumpur Lapindo dengan XRD
3. Sintesis zeolit X
4. Karakterisasi
 - a. XRD
 - b. FTIR
5. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel (Adziimaa, dkk., 2013)

Lumpur Lapindo yang digunakan adalah lumpur yang berjarak 2 km dari pusat semburan. Lumpur Lapindo direndam dengan menggunakan aquades dengan perbandingan 1:2 (b/v) selama 1 jam untuk menghilangkan pengotornya berupa kerikil, rumput-rumputan, dan pengotor lainnya. Setelah itu disaring dengan kertas saring sampai didapatkan endapan lumpur. Filtrat dibuang dengan cara didekantasi sedangkan endapan lumpur diletakkan pada wadah loyang

aluminium. Lumpur dikeringkan pada suhu ruang selama 7 hari untuk menghilangkan kadar airnya. Setelah kering kemudian lumpur digerus dengan menggunakan mortar untuk memudahkan proses ekstraksi silika. Kemudian lumpur yang telah kering dikarakterisasi dengan XRF untuk mengetahui persentase awal mineral Si dalam lumpur Lapindo.

3.5.2 Ekstraksi SiO₂ dari Lumpur Lapindo (Adziima, dkk., 2013)

Lumpur Lapindo yang sudah dikeringkan ditimbang sebanyak 500 gram lalu direndam perbandingan 1:2 (b/v) di dalam HCl 2 M selama 4 jam. Dipisahkan endapan dengan filtrat melalui proses penyaringan. Dan dicuci endapan dengan aquades sampai netral. Kemudian endapan direaksikan dengan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (b/v) dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam pada suhu 80 °C. Dipisahkan endapan dengan filtrat melalui penyaringan. Filtrat dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 10 menit yang kemudian ditambah HCl 3 M hingga pH mendekati 7 dan terbentuk endapan putih silika. Endapan silika yang dihasilkan kemudian disaring menggunakan kertas saring. Endapan silika lalu dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor yang berupa senyawa garam NaCl dan endapan SiO₂ dikeringkan dengan suhu 100 °C selama 2 jam. Kemudian ekstrak silika kering dikarakterisasi menggunakan XRF untuk menghitung persentase dan kemurnian Si. SiO₂ yang digunakan sebagai sumber silika dalam proses sintesis zeolit X ini minimal memiliki kemurnian sebesar 50 %. Karakterisasi menggunakan XRD untuk melihat kristalinitas SiO₂.

3.5.3 Sintesis Zeolit X dari Lumpur Lapindo (Masoudian, dkk., 2013)

Zeolit X sintetik akan dibuat dengan komposisi molar yaitu: $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, nilai x yakni 1; 1,5 dan 2. Prekursor awal dibuat dengan mencampurkan bahan 1/250 resep sesuai yang ada di tabel 3.1.

Tabel 3.1. Komposisi campuran pembuatan zeolit X

SiO ₂	Al ₂ O ₃	NaOH	H ₂ O	Komposisi SiO ₂ /Al ₂ O ₃
1,1629 g	1,5264 g	1,4545 g	21,84 g	0,8
1,1629 g	1,1184 g	1,4545 g	21,84 g	1,04
1,1629 g	0,9144 g	1,4545 g	21,84 g	1,3

Larutan campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Kemudian larutan campuran dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang. Selanjutnya campuran dipindahkan ke dalam botol *polypropilen* plastik tertutup dan dikristalisasi dalam oven selama 4 jam pada suhu 75 °C. Kristal zeolit yang terbentuk disaring menggunakan corong *buchner* dan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat < 10, kemudian padatan zeolit dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam dalam oven. Selanjutnya produk sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan XRD dan FTIR.

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Analisis Prosentase unsur dengan *X-Ray Fluoresence (XRF)*

Karakterisasi XRF lumpur Lapindo dilakukan sebelum dan setelah di preparasi dengan cara sebagai berikut: sampel yang akan dikarakterisasi dihaluskan kemudian diletakkan dalam *sample holder*, kemudian disinari dengan sinar-X. Setelah itu akan diperoleh data berupa prosentase unsur yang terkandung pada sampel yang diuji.

3.5.4.2 Analisis Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada sampel ekstrak lumpur Lapindo dan zeolit X hasil sintesis variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K pada sebesar $1,541 \text{ \AA}$, sudut 2θ sebesar $5 - 50^\circ$ dan kecepatan scan $0,02^\circ/\text{detik}$.

3.5.4.3 Analisis Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap zeolit X hasil sintesis variasi rasio komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortar batu agate dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pelet. Selanjutnya ditempatkan pada *sampel holder* dan dianalisa menggunakan FTIR.

3.5.5 Analisis Data

3.5.5.1 Mencari jarak antar partikel

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka jarak antar partikel dapat ditentukan menggunakan hukum Bragg:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

Dimana d_{hkl} adalah jarak antar bidang atom dalam kristal (); λ adalah panjang gelombang radiasi (nm) dan θ adalah sudut peristiwa sinar-X.

3.5.5.2 Mencari ukuran kristal

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran partikel dapat ditentukan menggunakan persamaan Debye-Scherrer:

$$D = \frac{K \lambda}{\beta c \theta}$$

Dimana D adalah ukuran partikel (nm); K adalah konstanta (0,9); λ adalah panjang gelombang radiasi (nm); β adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian) dan θ adalah sudut peristiwa sinar-X.



BAB IV

PEMBAHASAN

Penelitian dengan judul “sintesis dan karakterisasi zeolit X dari lumpur Lapindo dengan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel” bertujuan untuk mempelajari bagaimana hasil karakter sintesis zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel. Fokus penelitian ini untuk mengetahui pengaruh variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada proses sintesis zeolit X. Zeolit sintetis yang telah dihasilkan dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR).

4.1. Preparasi Lumpur Lapindo

Ekstraksi SiO_2 dari sumber lumpur Lapindo diawali dengan proses preparasi. Endapan lumpur Lapindo perlu dipisahkan dari pengotornya melalui perendaman dengan aquades beserta pengadukan selama 1 jam dan didiamkan selama 2 jam. Proses ini akan memisahkan lumpur berdasarkan densitasnya, hasil pemisahannya terbentuk 2 lapisan yang berbeda. Bagian dasar merupakan sekumpulan bebatuan kecil dan juga pasir. Bagian atas merupakan endapan lumpur beserta air.

Endapan lumpur dapat dipisahkan dengan cara penyaringan secara dekantasi. Lumpur yang terpisah dari air dan pasir dikeringkan dengan suhu ruang selama 7 hari. Lumpur yang telah kering dilakukan karakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* yang ditujukan sebagai analisis awal untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat dalam lumpur. Berikut merupakan prosentase kandungan awal lumpur Lapindo yang tertera pada Tabel 4.1

Tabel 4.1. Hasil komposisi awal senyawa dalam lumpur Lapindo dengan instrumen XRF

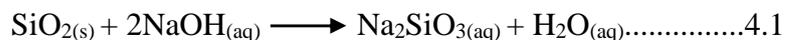
Senyawa	Prosentase
Al	5,60 %
Si	19,70 %
S	1,05 %
K	3,43 %
Ca	8,84 %
Ti	2,43 %
Cr	0,13 %
Fe	54,65 %
Ni	0,18 %
Cu	0,26 %
Zn	0,10 %
Re	1,60 %
V	0,13 %
Eu	0,40 %

Pada Tabel 4.1 menunjukkan kandungan 4 terbesar dalam lumpur lapindo berturut-turut yaitu logam Fe, Si, Ca dan Al. Ketiga logam ini memiliki prosentase sebesar 54,65 %, 19,70 %, 8,84 % dan 5,60 %.

4.2. Ekstraksi SiO₂ dari lumpur Lapindo

Lumpur Lapindo memiliki kandungan logam SiO₂ yang besar setelah Fe sehingga dapat dilakukan ekstraksi untuk mendapatkan senyawa produk silika. Proses pertama dalam ekstraksi SiO₂ dengan cara merendam lumpur dengan HCl 2 M selama 1 jam untuk mengikat logam-logam yang tidak dibutuhkan. Endapan dipisahkan dengan filtrat dengan penyaringan dan endapan lumpur dinetralkan dengan aquades. Endapan lumpur netral kemudian direaksikan dengan basa kuat NaOH 7 M selama 5 jam dengan pemanasan suhu 80 °C. Larutan NaOH ini melarutkan silika yang ada dalam lumpur, karena kelarutan silika dalam basa sangat besar. Selain silika, alumina (Al₂O₃) juga larut dalam basa (Vogel, 1990). Selain dalam basa, alumina juga larut dalam suasana asam karena alumina bersifat

amfoter. Reaksi silika dan alumina dengan pelarut NaOH ditunjukkan pada Persamaan 4.1 dan 4.2 (Zaemi, dkk., 2013):



Larutan natrium silikat yang terbentuk berwarna kuning emas dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 10 menit, ketika larutan dalam kondisi panas maka dilakukan ditambahkan larutan HCl 3 M sampai suasana asam. SiO₂ akan terbentuk dan mengendap ketika kondisi panas dengan penambahan senyawa asam. penambahan HCl untuk memisahkan senyawa SiO₂ dengan senyawa yang lain. Pada perlakuan ini terjadi endapan koloid putih yang diduga senyawa SiO₂ terbentuk pada pH 9 dan proses penambahan HCl tersebut sampai mencapai pH 7. Proses pengendapan SiO₂ sampai mencapai pH 7 karena pada suasana asam tidak terbentuk gel yang diinginkan. Seharusnya untuk mendapatkan senyawa SiO₂ dengan kemurnian tinggi maka perlu dilakukan penambahan HCl sampai pH 1 karena kelarutan SiO₂ menjadi sangat kecil pada pH asam. Hal ini dindikasikan oleh banyak faktor yang mempengaruhi proses ekstraksi diantaranya suhu dan konsentrasi larutan. Hasil ekstraksi dapat dilihat dari Gambar gel SiO₂ yang terlampir dalam Lampiran 7. Setelah gel silika terbentuk maka dilakukan proses pencucian dengan aquades sampai netral. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Persamaan 4.3 (Adziimaa, dkk., 2013):



Proses pencucian SiO₂ dengan aquades dilakukan untuk menetralkan senyawa SiO₂ dari ion pengganggu yaitu Cl⁻, ion ini diperoleh ketika penambahan larutan asam klorida ke dalam larutan panas natrium silikat. Selain itu digunakan

larutan AgNO_3 10 % untuk mendeteksi adanya senyawa Cl^- yang ditandai oleh endapan putih dalam filtrat ketika proses penambahan larutan AgNO_3 . Selain itu dengan menambahkan aquades berlebih maka akan mengionkan senyawa Cl^- sehingga senyawa Cl^- akan terpisah dari ekstrak SiO_2 . Data hasil ekstraksi dapat diketahui dari hasil analisis *X-Ray Fluorescence* yang tertera pada Tabel 4.2

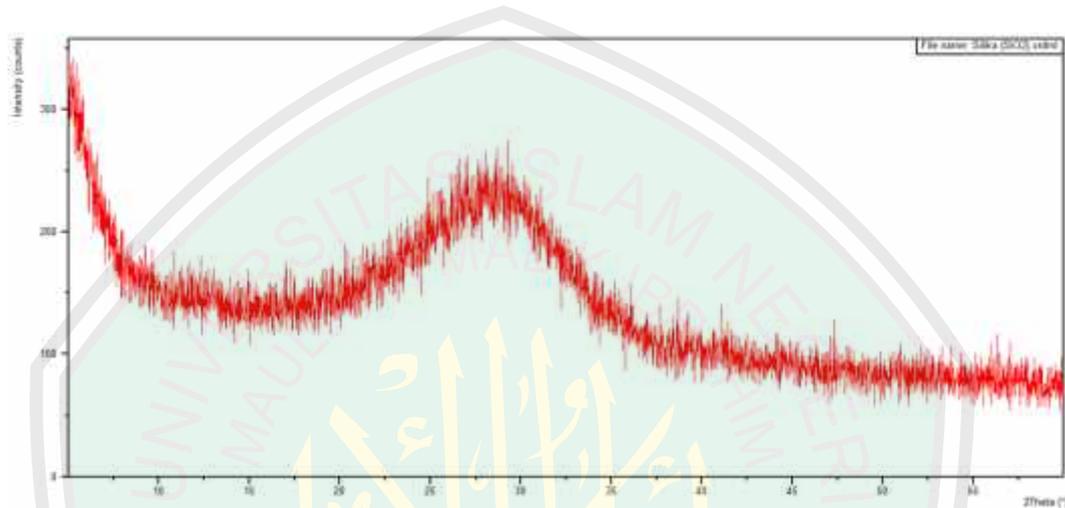
Tabel 4.2. Hasil ekstraksi SiO_2 dari lumpur Lapindo dengan instrumen XRF

Senyawa	Prosentase
Al	25,5 %
Si	61,6 %
P	3,5 %
K	0,7 %
Ca	5,0 %
Ti	0,2 %
Cr	0,2 %
Fe	1,9 %
Ni	0,8 %
Cu	0,2 %
Zn	0,4 %
Re	0,1 %

Dari Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa terjadi peningkatan signifikan dari senyawa SiO_2 hal ini dikarenakan oleh proses ekstraksi. Proses ekstraksi dengan pengikatan oleh basa sehingga menyebabkan beberapa senyawa larut di dalamnya. Keadaan ini berbalik dengan senyawa Fe yang memiliki kelarutan kecil dalam basa sehingga menyebabkan kandungan Fe berkurang signifikan setelah proses ekstraksi.

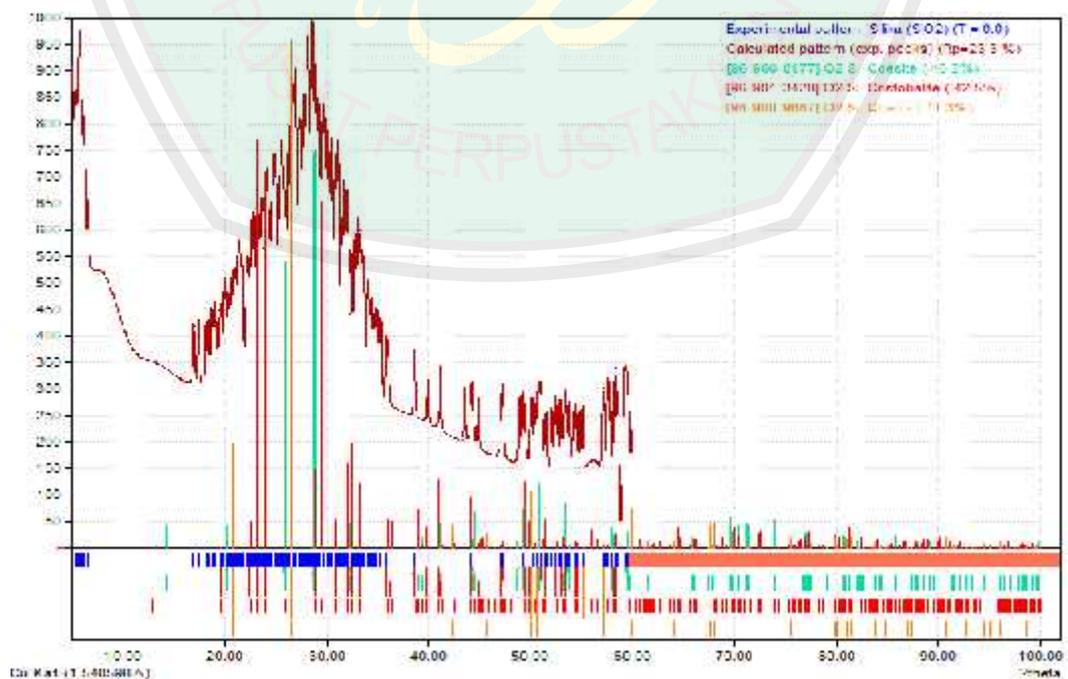
Setelah mendapatkan persentase komposisi unsur maka perlu diketahui fasa kristalinitas dari SiO_2 karena hal ini berhubungan dengan proses sintesis. Analisis kristalinitas dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffraction*. Hasil analisis *X-Ray Diffraction* berupa difraktogram yang berupa puncak-puncak intensitas. Intensitas yang ditampilkan dalam difraktogram menunjukkan fasa

kristalinitas dari senyawa SiO_2 . Sumber silika yang digunakan sebagai bahan sintesis harus bersifat amorf karena masih memiliki keteraturan puncak yang seragam sedangkan jika silika bersifat kristalin maka kurang memaksimalkan hasil proses sintesis. Berikut merupakan difraktogram hasil analisis dengan *X-Ray Diffraction* yang ditampilkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram SiO_2 dari lumpur Lapindo

Difraktogram SiO_2 dengan banyak intensitas puncak yang kecil dan seragam menunjukkan SiO_2 bersifat amorf.



Gambar 4.2 Hasil analisis SiO_2 dengan program Match! 2.

Selain itu dilakukan analisis kualitatif dengan program Match! 2 yang tertera pada Gambar 4.2. Analisis dengan program Match! 2 akan mendapatkan informasi berupa kecocokan fasa dan juga persen kecocokan dengan standar. Hasil pencocokan SiO₂ yang terbentuk yakni *coesite*, *crystalite* dan *quartz*. *Coesite* merupakan polimorf silika yang stabil pada suhu dan tekanan tinggi, *crystalite* merupakan polimorf silika yang stabil dalam suhu tinggi dan tekanan rendah sedangkan *quartz* merupakan polimorf silika yang stabil dalam suhu dan tekanan rendah. Silika terbedakan dari kristalografinya, macam-macam silika mempunyai perbedaan pada jenis sistem kristalnya. Sistem kristal *coesite*, dan *crystalite* merupakan jenis silika dengan sistem kristal membentuk kristal monoklinik. Monoklinik merupakan sistem kristal yang mempunyai satu sumbu yang miring dari tiga sumbu yang dimilikinya. Sedangkan SiO₂ *quartz* merupakan jenis silika dengan sistem kristal trigonal. Trigonal merupakan sistem kristal yang mempunyai sumbu simetri dan sudut perpotongan yang sama dengan sistem kristal heksagonal. Sistem trigonal ini merupakan kombinasi rombohedral dan hexagonal dengan hanya rangkap 3.

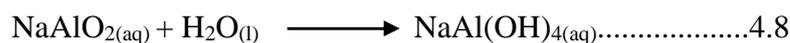
Hasil analisis dengan program Match! ditunjukkan oleh warna. Warna hijau muda merupakan fase SiO₂ *coesite* sebesar 46,2 %. warna merah menunjukkan fase SiO₂ *crystalite* sebesar 42,5 % dan warna oranye merupakan fase SiO₂ *quartz* sebesar 11,3 %.

4.3. Sintesis Zeolit X

SiO₂ yang telah terekstrak dari lumpur digunakan sebagai salah satu bahan baku utama pembuatan zeolit X. Logam alkali maupun alkali tanah yang masih terdapat dalam ekstrak SiO₂ akan mempengaruhi hasil akhir produk zeolit. Kation

ini bukan hanya sebagai penyeimbang dalam kerangka zeolit namun memiliki pengaruh terhadap terbentuknya produk akhir zeolit sintesis. Sintesis zeolit X dilakukan dengan metode sol-gel hidrotermal, metode ini merupakan metode pembuatan material anorganik (perubahan dari sol menjadi gel) melalui reaksi kimia dengan menggunakan suhu hidrotermal yang dilakukan dalam suatu pelarut (aquades). Komposisi molar sintesis zeolit X yaitu: $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, nilai x digunakan dari senyawa Al_2O_3 hal ini berkaitan dengan pembentukan zeolit X yang berada pada rentang 1 – 2 dan didapatkan nilai variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 0,8; 1,04; dan 1,3 yang digunakan dalam sintesis zeolit.

Sintesis zeolit dilakukan dengan cara melarutkan bahan-bahan SiO_2 dan Al_2O_3 dengan aquades, bahan-bahan yang telah terlarut dengan aquades dicampurkan dengan larutan NaOH sehingga terbentuk larutan natrium silikat dan natrium aluminat. Proses sol terjadi ketika larutan NaOH ditambahkan ke dalam larutan SiO_2 atau Al_2O_3 yang menghasilkan sebuah koloid putih, sedangkan proses gel terjadi ketika seluruh prekursor telah tercampur dan didiamkan dengan suhu ruangan. Berikut merupakan reaksi yang terjadi (Zhely dan Widiastuti, 2012):



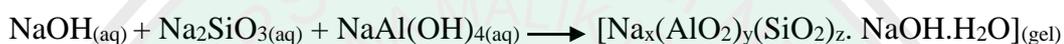
Sintesis zeolit dilakukan dalam keadaan basa karena berkaitan dengan adanya penyusun zeolit yaitu senyawa $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Senyawa $\text{Si}(\text{OH})_4$ serta $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ berinteraksi dan membentuk rantai polimer yang dinamakan

polimer aluminasilika, hal ini akan mempengaruhi laju nukleasi dan pertumbuhan kristal (Hamdan, 1992). Sintesis zeolit yang dilakukan pada tingkat kebasaaan berbeda akan ditemukan beberapa senyawa anion yang berbeda, sehingga pH larutan dalam proses sintesis zeolit akan mempengaruhi jenis anion yang terdapat dalam sintesis zeolit. Apabila sintesis zeolit dilakukan pada kondisi pH 1–4 maka akan dominan kation alumunium oktahedral $[Al(H_2O)_6]^{3+}$. Selain itu pada rentang pH 2–6 akan terbentuk juga kation oksialumunium (Sriatun, 2004). Sistem sintesis zeolit dapat dilakukan di beberapa pH diantaranya pada $pH > 12$ karena akan akan terbentuk $Si(OH)_4$ dan $Al(OH)_4^-$, yang merupakan senyawa utama dalam pembentukan kerangka zeolit (Hamdan, 1992). Pada $pH = 14$ akan membentuk aluminasilika dan $pH = 7$ akan membentuk aluminafosfat).

Nilai pH menentukan protonasi-deprotonasi gugus aktif silika yang ditentukan oleh point zero charge (PZC), suatu harga pH yang netral muatan permukaannya adalah netral atau nol. PZC silika dilaporkan oleh Kosmulski (2009) dan Ha (1998) berharga sangat kecil. Pada pH lebih rendah dari nilai PZC maka permukaan silika cenderung bermuatan positif dan pada pH tinggi bermuatan negatif (Schindler, dkk., 1987). Senyawa $Al(OH)_4^-$ terbentuk pada pH 8 dimana konsentrasi maksimalnya yaitu pada pH 9 sedangkan $Si(OH)_4$ terbentuk pada pH maksimal 12. Prekursor silika dan alumina larut dalam suasana basa, berdasarkan kondisi kelarutan senyawa silika dan alumina maka proses sintesis dilakukan pada pH 14 agar reaksi yang terjadi dapat berlangsung secara maksimal.

Larutan natrium silikat dan natrium aluminat yang telah tercampur dengan aquades maka selanjutnya akan dilakukan proses pemeraman, proses ini

merupakan proses terbentuknya inti kristal. Pemeraman atau *ageing* merupakan proses transisi dari sol menjadi gel, proses ini menyebabkan struktur dari gel mengalami evolusi karena adanya gugus yang reaktif, evolusi ini menyebabkan partikel tumbuh dan memperkuat jaringan (Zaemi, 2013). Pemeraman akan membantu sumber silika yang berupa silika amorf untuk mengalami proses pembentukan zeolit X. Proses pemeraman ini diperoleh suspensi berwarna putih keruh. Reaksi yang terjadi ketika proses pemeraman adalah (Zhely dan Widiastuti, 2012):



Setelah pemeraman berlangsung, selanjutnya dilakukan proses hidrotermal yang bertujuan untuk proses kristalisasi dan menyeragamkan ukuran kristal. Kristalisasi dalam proses sintesis terjadi pada proses transisi dari sol menjadi gel, agar proses kristalisasi dapat berlangsung secara maksimal maka di tambahkan proses hidrotermal. reaksi yang terjadi pada proses hidrotermal adalah (Zhely dan Widiastuti, 2012):

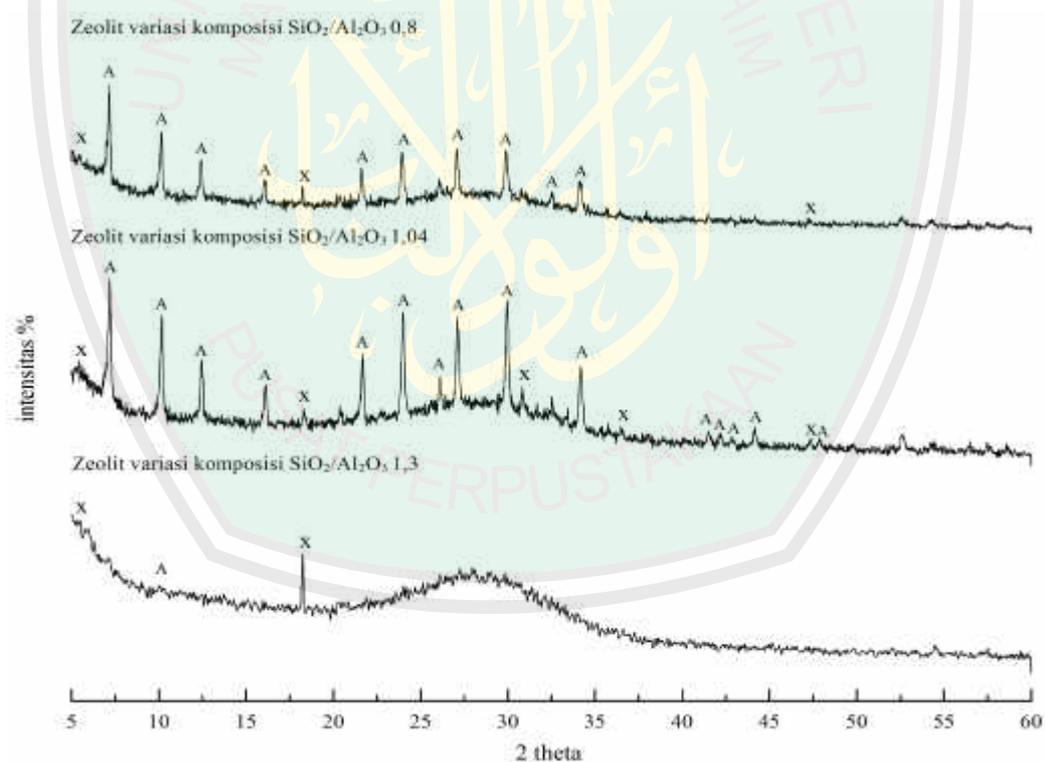


Kristal zeolit yang terbentuk pada pH 14, hasil ini dipengaruhi oleh penambahan basa kuat berupa natrium hidroksida. Kristal zeolit yang terbentuk selanjutnya dicuci dengan akuades untuk menetralkan zeolit dan menghilangkan material yang tidak diperlukan pada permukaan zeolit dari proses sintesis zeolit. Kristal dikeringkan menggunakan oven untuk menguapkan air dan material material yang terperangkap dalam pori-pori zeolit. Warna dasar prekursor dalam sintesis akan mempengaruhi warna zeolit. Zeolit yang terbentuk berupa padatan berwarna putih.

4.4 Karakterisasi

4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD berperan dalam proses analisis padatan kristalin. Analisis kualitatif ini menggunakan sinar X-ray dengan kondisi operasi radiasi CuK sebesar $1,540 \text{ \AA}$ dengan sudut 2θ sebesar $5 - 50^\circ$. Analisis menggunakan instrumen XRD ini bertujuan untuk mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral penyusun sampel dengan dibandingkan difraktogram hasil uji XRD dengan standar *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Teacy dan Higgins, 2001). Difraktogram hasil XRD dapat diamati pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil analisis kualitatif dengan standar *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, X = zeolit X dan A = zeolit A.

Data difraktogram pada Gambar 4.3, dapat diketahui bahwa hasil difraktogram terbaik dihasilkan pada variasi komposisi SiO₂/Al₂O₃ 1,04 karena kristalinitasnya paling tinggi diantara yang lain. Selain itu pada variasi komposisi

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 lebih banyak terbentuk zeolit X. Menurut Wang, dkk. (2012) dengan menaikkan konsentrasi NaOH akan meningkatkan kristalinitas zeolit X. Pada variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3 secara umum dihasilkan difraktogram amorf. Difraktogram pada variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3 hanya muncul puncak zeolit X di daerah $2\theta = 18^\circ$. Untuk mengetahui jenis zeolit diperlukan analisis secara kualitatif manual dan kualitatif dengan program. Berikut merupakan hasil analisis manual yang tertera pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil analisa kualitatif dengan standar dalam *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, X = zeolit X dan A = zeolit A

Komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8			Komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04			Komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3		
Sudut 2θ	Jenis zeolit	Intensitas %	Sudut 2θ	Jenis zeolit	Intensitas %	Sudut 2θ	Jenis zeolit	Intensitas %
5,3259	X	29,68	5,3797	X	31,49	5,5096	X	36,45
7,1561	A	100,00	7,1834	A	99,85	10,3559	A	52,56
10,1446	A	58,86	10,1775	A	74,89	18,2442	X	100,00
12,3917	A	34,24	12,4511	A	44,37			
16,0785	A	21,07	16,1470	A	28,18			
18,2351	X	11,83	18,2990	X	11,15			
21,6056	A	33,91	20,4265	A	11,98			
23,9356	A	50,02	21,6674	A	47,05			
26,0727	A	23,76	23,9871	A	85,89			
27,0615	A	54,52	26,0907	A	38,42			
29,8892	A	55,98	27,1111	A	81,87			
32,5392	A	15,53	29,9553	A	100,00			
34,1408	A	28,17	30,8305	X	33,55			
47,2810	X	3,53	32,5803	A	20,67			
			34,1690	A	50,77			
			36,5002	X	6,64			
			41,5283	A	8,22			
			42,1950	A	6,42			
			42,8775	A	4,24			
			44,1391	A	12,55			
			47,3273	X	5,62			

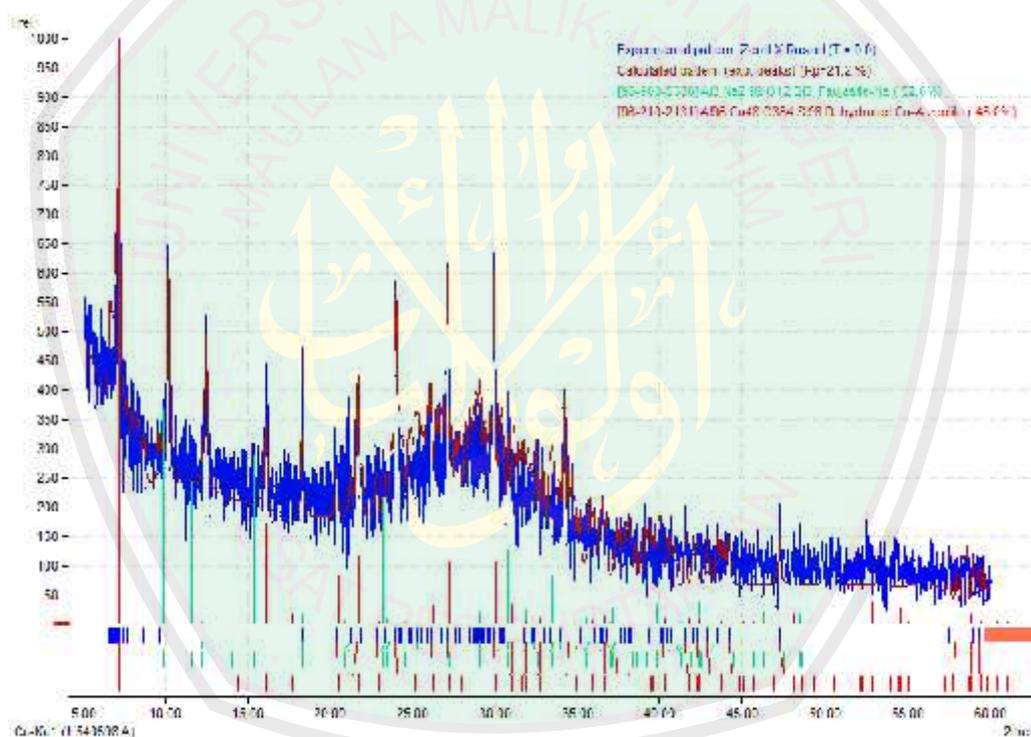
Dari Tabel 4.3, merupakan hasil analisis kualitatif manual dengan standar dalam *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001). Didapatkan hasil zeolit sintesis yang telah dianalisis secara kualitatif yaitu didominasi oleh zeolit A dan sebagian menghasilkan zeolit X. Hal

ini diidentifikasi dari hasil perhitungan puncak zeolit yang teridentifikasi. Variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8 memiliki kecocokan dengan zeolit A 78,6 % sebesar dan zeolit X sebesar 21,4 %. Variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 memiliki kecocokan dengan zeolit A 76,2 % sebesar dan zeolit X sebesar 23,8 % dan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3 memiliki kecocokan dengan zeolit A 33,4 % sebesar dan zeolit X sebesar 66,6 %. Zeolit yang terbentuk merupakan zeolit campuran, hasil ini mengindikasikan penggunaan sampel yang belum murni sepenuhnya sehingga menghasilkan dua hasil yang berbeda.

Selain itu hasil zeolit campuran tersebut dikarenakan zeolit X mempunyai sifat metastabil (mudah berubah) dan sangat kompetitif dengan zeolit A. Hal ini juga dipengaruhi oleh rasio terbentuknya zeolit, zeolit X dan A dapat terbentuk pada variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8 sehingga sifat kompetitif itu memungkinkan terbentuknya hasil yang berbeda ataupun campuran keduanya. Menurut Doneliene, dkk. (2010) bahwa waktu optimum pemeraman untuk terbentuknya zeolit X selama 18 jam, Sedangkan pada waktu pemeraman 0,5 – 1 jam menghasilkan puncak yang amorf. Purnomo, dkk. (2012) dengan memberikan waktu pemeraman selama 60 menit serta dilanjutkan kristalisasi selama 24 jam dengan suhu $90\text{ }^\circ\text{C}$ akan menghasilkan zeolit campuran dari ekstraksi SiO_2 ampas tebu. Kwakye-uwuah, dkk. (2014) telah mensintesis zeolit X dengan memvariasikan waktu kristalisasi, gel campuran dieramkan selama 24 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi selama 5 jam dengan suhu $95\text{ }^\circ\text{C}$. Sumber bahan baku sintesis berasal dari sumber bauksit dan kaolin dihasilkan berupa zeolit *Linde Type A*, zeolit X dan analcim. Dari hasil ini menunjukkan bahwa waktu

pemeraman yang digunakan sebagai sintesis zeolit sangat mempengaruhi hasil akhir produk.

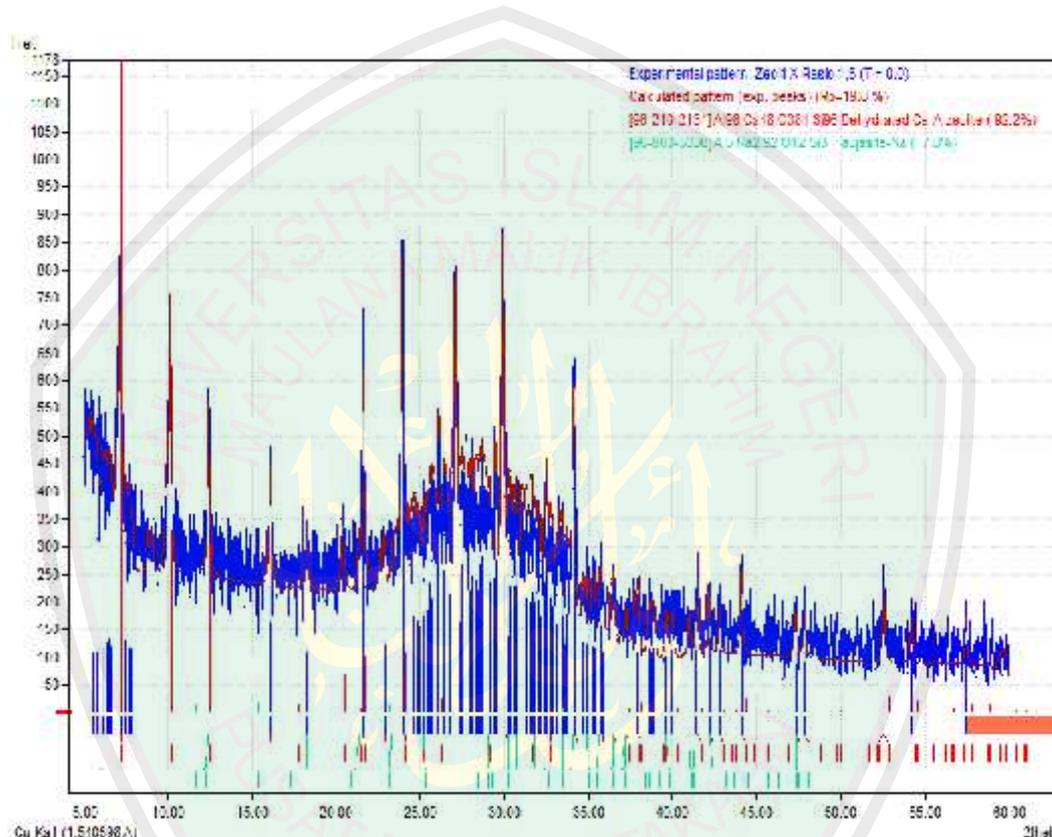
Selain dilakukan analisis kualitatif manual dengan standar dari *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, dilakukan juga *fitting* hasil sintesis menggunakan program Match! 2. Dari hasil analisis menggunakan program Match! 2 didapatkan kecenderungan hasil sintesis zeolit memiliki kecocokan dengan standar dari zeolit A. Hasil analisis menggunakan program Match! 2 pada sampel variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8 seperti pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil analisis variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8 dengan program Match! 2.

Hasil difraktogram pada Gambar 4.4 menunjukkan adanya puncak yang tidak terdeteksi oleh standar dan dimungkinkan itu puncak yang diwakili oleh fase yang lain sehingga hasil difraktogram ini dikatakan tidak fase tunggal melainkan fase campuran. Hasil analisis ini menghasilkan beberapa kecocokan dengan standar yang dimunculkan oleh warna merah dengan standar Ca-A zeolit sebesar

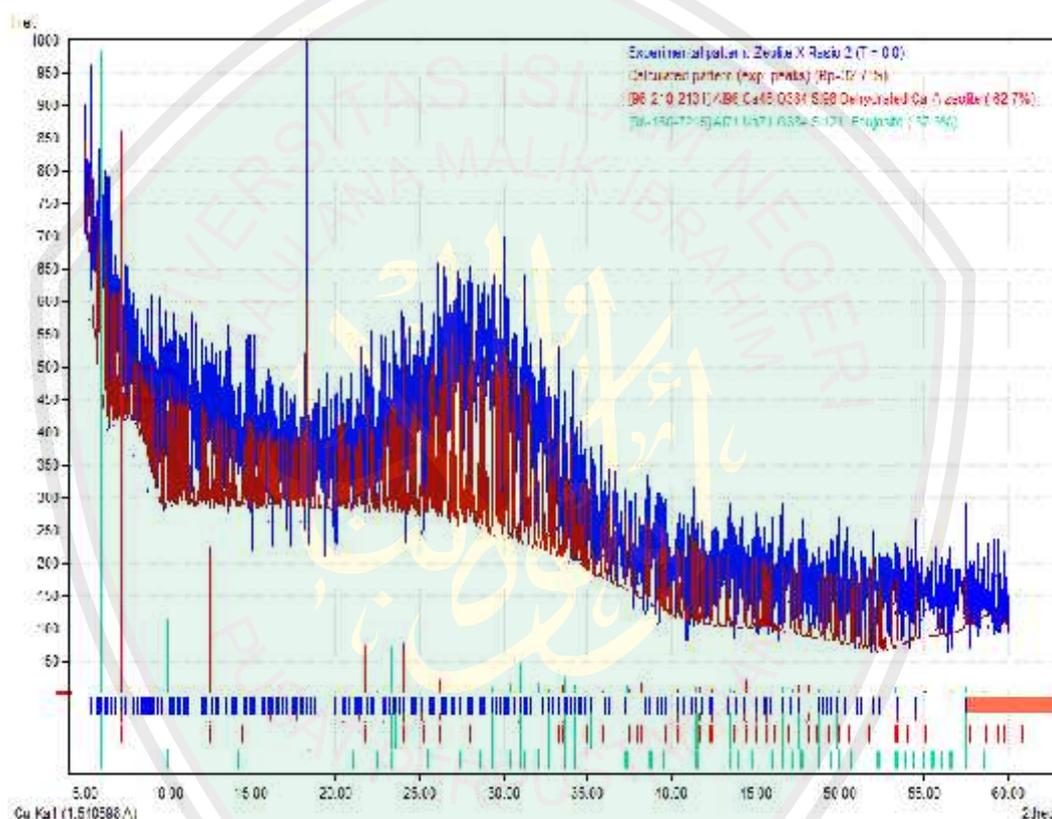
48%. Sedangkan warna hijau muda merupakan standar dari faujasit x dengan kecocokan sebesar 52 %. Perbandingan ini menunjukkan persen komposisi zeolit Ca-A dengan faujasit X yang terkandung dalam produk sintesis zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8. Selanjutnya yakni hasil analisis menggunakan program Match! 2 pada sampel variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 seperti pada Gambar 4.5



Gambar 4.5 Hasil analisis variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 dengan program Match! 2.

Hasil analisis pada Gambar 4.5 menghasilkan kecocokan dengan hasil yang dimunculkan oleh warna merah dengan standar Ca-A zeolit sebesar 92,2 %. Sedangkan warna hijau muda merupakan standar dari faujasit x dengan kecocokan sebesar 7,8 %. Perbandingan ini menunjukkan persen komposisi zeolit Ca-A dengan faujasit X yang terkandung dalam produk sintesis zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04.

Selanjutnya yakni hasil analisis menggunakan program Match! 2 pada sampel variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3 didapatkan hasil analisis yang menghasilkan beberapa kecocokan dengan standar yang dimunculkan oleh warna merah dengan standar Ca-A zeolit sebesar 62,7 %. Sedangkan warna hijau muda merupakan standar dari faujasit x dengan kecocokan sebesar 37,3 %. Hasil analisis ini sesuai pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hasil analisis variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3 dengan program Match! 2.

Ketiga hasil menunjukkan persentase komposisi antara Ca-A zeolit dengan faujasit. Ketiga hasil menunjukkan bahwa tidak terbentuk fasa tunggal melainkan fasa campuran. Hal ini diindikasikan oleh adanya puncak yang masih belum terdeteksi oleh standar dari program Match! 2.

Untuk mendukung data hasil karakterisasi maka ditambahkan analisa jarak antar partikel untuk mengetahui jarak-jarak dari partikel dalam suatu produk.

Analisa jarak antar partikel menganut hukum bragg. Berdasarkan persamaan dalam hukum Bragg, didapatkan jarak antar partikel dalam produk zeolit tertera dalam Tabel 4.4

Tabel 4.4 Nilai d_{hkl} dari zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3

Jenis zeolit	Jarak antar partikel
Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8	1,2
Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04	0,3
Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3	0,5

Dari Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa jarak antar bidang atom yang terkecil berturut-turut yaitu zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 < zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3 < zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8.

Selain itu dilakukan analisis lanjutan berupa refinement dengan program Rietica dan ukuran kristal. Proses *refinement* (penghalusan struktur) untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dan struktur produk dari material yang disintesis. *Refinement* dilakukan dengan metode Rietveld menggunakan program Rietica. Proses awal analisa dengan Rietica yakni pembuatan model awal atau *input* yang diambil dari data analisa kualitatif menggunakan program Match! 2. *Input* merupakan model kecocokan dari difraktogram hasil karakterisasi dibandingkan dengan standar.

Analisa dengan program Rietica dilakukan *refinement* struktur dengan metode Rietveld yang menghasilkan derajat kesesuaian antara data eksperimen dan data standar dengan hasil *refinement* yang tinggi. Data parameter struktur material sintesis zeolit yang berupa hasil *refinement* akhir Rietica disajikan pada Tabel 4.5 kecocokan model yang dibuat ditunjukkan dengan nilai kesesuaian *goodness of fit* (GoF), ² variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3.

Tabel 4.5 Parameter sel satuan Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04 dan 1,3 menggunakan metode Rietveld.

Parameter	Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8	Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04	Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3
Pencocokan	Dehidrat Ca-A zeolite	Dehidrat Ca-A zeolite	<i>Faujasite X</i>
Grup ruang	F -4 3 c (219)	F -4 3 c (219)	F d -3 m (227)
Sistem Kristal	Kubik	Kubik	Kubik
a ()	24,4700	24,4700	24,9460
b ()	24,4700	24,4700	24,9460
c ()	24,4700	24,4700	24,9460
, ,	90,00°	90,00°	90,00°
Rp (%)	14,66	16,61	13,24
Rwp (%)	19,47	21,79	16,85
GoF (²)	4,46	6,58	3,50
<i>Bragg R-Factor</i>	14,78	11,85	7.05

Hasil analisa kualitatif sintesis zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan program Rietica didapatkan bahwa zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8; 1,04; dan 1,3 berturut-turut memiliki kecocokan sesuai standar Dehidrat Ca-A zeolite, Dehidrat Ca-A zeolite dan *Faujasite*. Selain mendapatkan kecocokan puncak didapatkan pula berupa grup ruang dari standar seperti data pada Tabel 4.5. Ketiga standar ini tergolong dalam sistem kristal kubik sehingga sel parameter a, b, dan c memiliki nilai sel parameter yang sama sesuai dengan dalam masing-masing standar. Selain itu informasi berupa data kristalografi yang didapatkan dibuat model dalam program Rietica. Berdasarkan hasil analisa dengan program Rietica, *fitting* puncak hasil eksperimen dengan standar ditunjukkan oleh nilai Rp, Rwp dan *Goodness of Fit* (GoF). Nilai Rp dan Rwp merupakan nilai residu kesalahan (mendekati 0) menunjukkan semakin miripnya

kurva intensitas percobaan dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bisa diterima jika 20 %. Gof adalah nilai indikator penyesuaian terbaik dari percobaan. Parameter hasil *refinement* yang telah dilakukan dapat dikatakan *acceptable* (bisa diterima) apabila nilai GoF (*Good of Fitness*) mencapai kurang dari 4% (Widodo dan Darminto, 2010).

Ukuran kristal dari zeolit sintesis berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye Schererr disajikan dalam Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Ukuran kristal material Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Produk	Ukuran kristal (nm)
Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8	159 nm
Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04	59,2 nm
Zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3	159 nm

Berdasarkan Tabel 4.6 diketahui bahwa ukuran kristal zeolit X sintesis berada lebih besar dari 100 nm. Akan tetapi pada zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 dihasilkan ukuran kristal yang lebih kecil yaitu 59,2 nm. Hal ini sesuai dengan hasil XRD bahwa kristalinitas zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04 lebih tinggi daripada zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8 dan 1,3. Sedangkan zeolit komersial memiliki ukuran partikel sebesar 2300 nm (Fathizadeh, dkk., 2013) jika dibandingkan dengan standar maka ukuran kristal hasil penelitian lebih baik. Thammavong. (2003) menyatakan bahwa Harga FWHM berbanding terbalik dengan ukuran kristal. Harga FWHM yang semakin kecil menunjukkan ukuran kristal yang semakin besar. Semakin tinggi kristalinitas maka akan menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil. Selain itu faktor konsentrasi NaOH dan waktu kristalisasi juga mempengaruhi dalam hasil ukuran kristal.

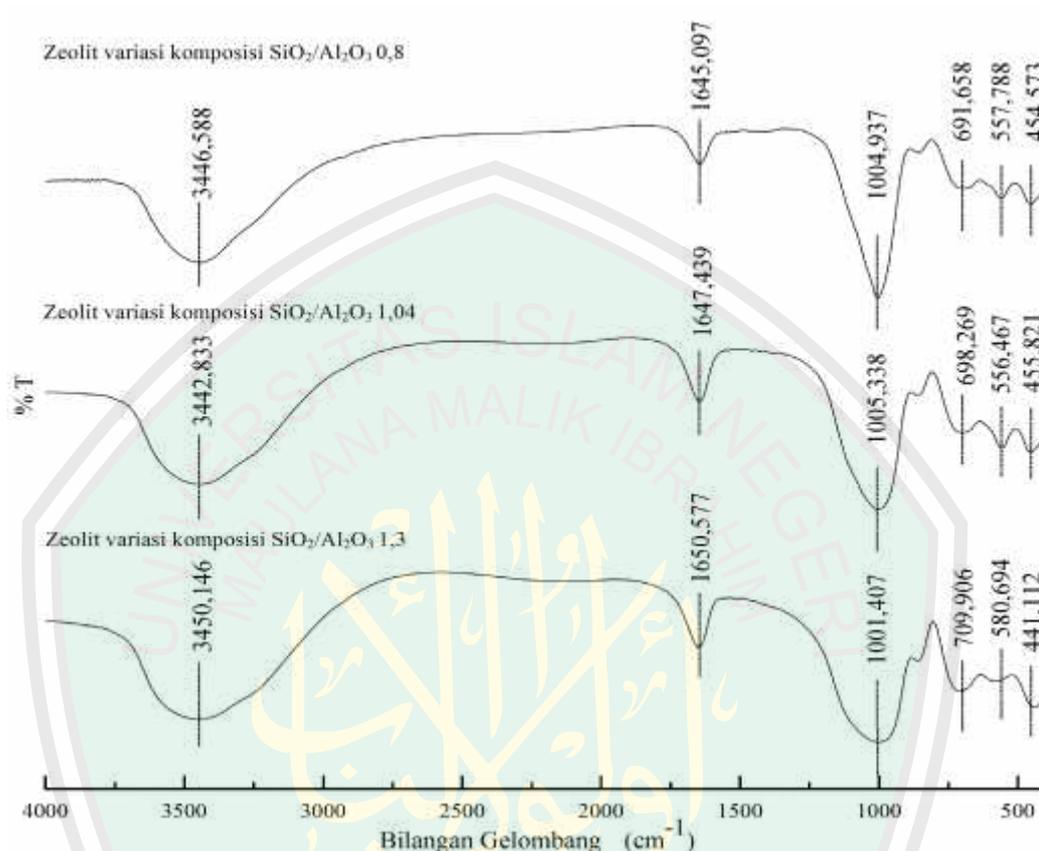
Ukuran kristal yang dihasilkan akan berpengaruh terhadap daya adsorbsinya. Menurut Du, dkk. (2007) menyatakan bahwa ukuran kristal berbanding lurus dengan jarak antar partikel sehingga ukuran kristal kecil maka luas permukaannya akan besar. Luas permukaan total merupakan akumulasi dari luas permukaan pori dan bagian-bagian penyusun zeolit. Semakin banyak jumlah pori yang dimiliki zeolit maka semakin besar luas permukaan total yang dimiliki zeolit. Menurut Dyer (1988), luas permukaan internal zeolit dapat mencapai puluhan bahkan ratusan kali lebih besar dibanding bagian permukaan luarnya. Luas permukaan yang besar ini sangat menguntungkan dalam pemanfaatan zeolit baik sebagai adsorben ataupun sebagai katalis heterogen.

4.4.2 *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

Karakterisasi menggunakan instrumen FTIR dilakukan pada rentang bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Tujuan karakterisasi ini untuk mengetahui keberadaan gugus fungsi dari kerangka zeolit sintesis. Analisis ini dilakukan dengan cara membandingkan puncak spektrum produk sintesis dengan data standar FTIR zeolit. Hasil analisis FTIR digunakan sebagai penunjang untuk mengetahui gugus fungsi dari produk zeolit. Data serapan yang dihasilkan digunakan sebagai data penunjang untuk mengidentifikasi produk zeolit yang dihasilkan.

Zeolit mempunyai gugus fungsi khas pada serapan bilangan gelombang $1100-700 \text{ cm}^{-1}$ dan $470-450 \text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak yang tidak sensitif terhadap perubahan struktur (Goncalves, dkk., 2008). Selain itu yang membedakan antara zeolit A dan zeolit X terletak pada cincin ganda, karena cincin ganda penyusun kedua zeolit berbeda sehingga memungkinkan pada cincin ganda memiliki

serapan yang berbeda pula. Berikut merupakan hasil analisis FTIR yang tertera pada Gambar 4.7



Gambar 4.7 Hasil karakterisasi zeolit sintesis dengan instrumen FTIR

Zeolit mempunyai serapan yang khas yaitu pada daerah 1650 – 1600 cm⁻¹ merupakan gugus O–H dari molekul air yang terserap zeolit (Tafarel dan Rubio, 2001). Gugus –OH silika ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 3700–3400 cm⁻¹. Adanya gugus –OH pada kerangka zeolit menyebabkan terjadinya ikatan hidrogen dengan silika. Pita serapan yang menunjukkan serapan O–H pada silika terjadi pada daerah bilangan gelombang 3400 (Socrates, 1994). Serapan khas pada daerah 1300–400 cm⁻¹ memberikan informasi kerangka aluminasilika (htun, dkk., 2012). Hasil analisa kualitatif data FTIR yang tertera dalam spektra didapatkan gugus fungsi yang telah teridentifikasi pada Tabel 4.7 berikut:

Tabel 4.7 Hasil analisa kualitatif data FTIR dengan standar zeolit X, ¹ Flaningen (1971) dan ² Socrates (1994)

No	Bilangan gelombang FTIR (cm ⁻¹)					Keterangan
	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 0,8	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 1,04	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 1,3	Standar zeolit X	Standar zeolit A	
1	455	456	441	500 – 420 ¹	474 – 463 ¹	Tekukan T–O (T= Si/Al)
2	558	556	581	580 – 565 ¹	580 – 550 ¹	Cincin ganda
3	692	698	710	725 – 670 ¹	700 – 660 ¹	Regangan simetris T–O internal
4	1005	1005	1001	1020 – 970 ¹	1050 – 990 ¹	Rentangan asimetris T–O internal
5	1645	1647	1651	1650 – 1600	1650 – 1600	Tekukan H–O–H
6	3447	3443	3450	3600 – 3100 ²	3100 – 3600 ²	O–H

Semua pita serapan yang disebabkan vibrasi internal akan mempengaruhi struktur dan komposisi kerangka. Dengan naiknya konsentrasi aluminium dalam kerangka, variasi komposisi SiO₂/Al₂O₃ semakin menurun, dan menyebabkan terjadinya pergeseran gugus fungsi. Selain itu bertambahnya senyawa Si akan menggeser puncak ke frekuensi yang lebih tinggi (Sriatun, 2004).

4.5 Pemanfaatan Lumpur Lapindo dalam prespektif Islam

Penelitian dengan judul “sintesis dan karakterisasi zeolit X dari lumpur Lapindo dengan variasi variasi komposisi SiO₂/Al₂O₃ menggunakan metode sol-gel” merupakan penelitian yang dilakukan untuk memanfaatkan kembali limbah berupa bencana lumpur. Limbah berupa lumpur yang mengandung mineral-mineral dapat diekstrak sebagai bahan baku dalam pembuatan sintesis zeolit. Hasil XRF dari ekstrak lumpur lapindo memiliki tingkat kemurnian sebesar 61,6 % dengan sifat amorf.

Lumpur yang telah terjadi selama 11 tahun silam merupakan sebuah bencana yang terjadi akibat kesalahan dalam teknik pengeboran. Kesalahan ini

merupakan campur tangan manusia bukan oleh alam itu sendiri, kerusakan yang ditimbulkan oleh manusia tertera dalam surat ar-Rum ayat 41

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ)

Artinya “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Menurut Shihab (2002) Kata (ظَهَرَ) *zhahara* pada mulanya berarti terjadinya sesuatu di permukaan bumi, sehingga karena di permukaan, maka nampak dan terang serta diketahui. Sedangkan () *Al-fasad* menurut Al-Ashfahani dalam Shihab (2002) keluarnya sesuatu dari keseimbangan, baik sedikit maupun banyak. Ulama kontemporer memahaminya dalam arti kerusakan lingkungan, karena ayat di atas mengaitkan fasad atau kerusakan dengan kata darat dan laut.

Lumpur Lapindo bisa digunakan sebagai bahan baku ekstraksi logam. Namun lumpur yang terbuang sia-sia ini tidak dimanfaatkan sebaik mungkin, karena masyarakat menganggap lumpur sudah meresahkan dan membuat masyarakat kesulitan sehingga masyarakat hanya mengenal lumpur sebagai bencana. Hikmah dalam bencana ini yakni mineral-mineral dalam jumlah yang berlimpah yang bisa diekstrak dengan proses ekstraksi logam, salah satunya yaitu ekstraksi SiO₂. Sintesis zeolit X memerlukan SiO₂ dengan jumlah yang sedikit karena rasio terbentuknya zeolit X yakni pada rentang rasio 1 – 2. Zeolit X yang telah tersintesis dapat diaplikasikan dalam berbagai hal. Zeolit ini mempunyai pori-pori, komposisi dan saluran rongga optimum. Kadar maksimum Al dicapai bila perbandingan Si/Al mendekati 1 dan keadaan ini menyebabkan

daya pertukaran ion dari zeolit maksimum (Prasad, dkk., 1991). Zeolit ini dapat digunakan untuk proses desalinasi air laut. Proses ini merupakan proses pembuatan air layak minum dari air laut. Proses ini melibatkan zeolit yang akan mengikat mineral-mineral dalam air laut sehingga dihasilkan air dengan kadar ion yang dibutuhkan. Penunjukkan air laut sebagai air minum telah terdapat dalam al-qur'an surat al waqiah ayat 68-70:

أَفَرَأَيْتُمُ الْمَاءَ الَّذِي تَشْرَبُونَ)

Artinya “maka terangkanlah kepadaku tentang air yang kamu minum (68) Kamukah yang menurunkannya dari awan ataukah Kami yang menurunkan (69) Kalau Kami kehendaki niscaya Kami jadikan dia asin, maka mengapakah kamu tidak bersyukur? (70)”

Dalam tafsir jalalain disebutkan bahwa tafsir tentang ayat diatas adalah 68.(Maka terangkanlah kepada-Ku tentang air yang kalian minum.) 69.(Kaliankah yang menurunkannya dari awan) lafal *Muzni* adalah bentuk jamak dari lafal *Muznatun*, artinya awan yang membawa air hujan (ataukah kami yang menurunkannya) 70.(Kalau kami kehendaki niscaya kami jadikan dia asin) berasa asin hingga tidak dapat diminum (maka mengapa tidak) kenapa tidak (kalian bersyukur?) (Syaf, dkk., 1970).

Salah satu sumber daya alam yang dapat dieksplorasi adalah air laut. Secara umum keberadaan air sangat banyak manfaatnya, seperti keperluan sehari-hari seperti makan, dan minum. Jadi manusia dapat memanfaatkan potensi sejauh mana ia dapat menggali potensi air laut tersebut. Air akan mendatangkan kesejahteraan umat manusia apabila mampu memanfaatkan air dengan arif. Selain

itu air dapat mendatangkan malapetaka bagi kehidupan manusia apabila mereka tidak mampu mengolah air.

Potensi air laut yang besar harus dikembangkan oleh manusia dalam peran dan tanggung jawabnya sebagai *khalifah fil ardl*. Manusia sebagai *khalifah fil ardl* yang haruslah bersifat inovatif dan kreatif, yang memungkinkan manusia dapat mengolah serta memanfaatkan sumber daya alam yang telah ada serta menciptakan sesuatu yang baru sesuai dengan kebutuhan pertumbuhan dan perkembangan manusia. Jika manusia tidak memanfaatkan apa yang telah disediakan maka hal tersebut telah mensia-siakan apa yang telah diberikan Allah secara cuma-cuma kepada manusia.



BAB V

PENUTUP

5.1 KESIMPULAN

Zeolit X dapat disintesis dengan metode sol-gel. Hasil karakterisasi zeolit sintesis dengan variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan *X-Ray Diffraction* menghasilkan zeolit campuran yakni zeolit X dan A. Hasil ini pula ditunjang oleh hasil analisis kualitatif dengan program yang menyajikan hasil berupa fasa campuran pada produk akhir zeolit. Sedangkan hasil analisis FTIR zeolit sintesis variasi komposisi 0,8; 1,04 dan 1,3 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ berturut-turut menghasilkan serapan 455, 456, 441, serapan ini diindikasikan adanya gugus Si-O atau Al-O. Serapan 558, 556, 581 adalah serapan dari cincin ganda zeolit. Pada serapan 692, 698, 710 dan 1005, 1005, 1001 adalah regangan simetris Si-O atau Al-O dan regangan asimetris Si-O atau Al-O. Selain itu pada serapan 3447, 3443, 3450 adalah serapan O-H yang diikat oleh Si atau Al

5.2 SARAN

1. Pada proses isolasi senyawa SiO_2 dilakukan sampai pH 7 dan didapatkan ekstrak SiO_2 belum murni. Sebaiknya untuk menghasilkan SiO_2 dengan tingkat kemurnian yang tinggi diperlukan ekstraksi mencapai pH 1.
2. Melihat hasil sintesis yang belum tercapai maksimal, maka perlu dipertimbangkan dalam berbagai aspek salah satunya pemeraman. Proses inilah yang akan menentukan hasil sintesis. Sebaiknya untuk penelitian selanjutnya akan lebih efektif jika dilakukan variasi pemeraman (*ageing*).

3. Selain itu difraktogram menunjukkan intensitas yang masih kecil, sebaiknya suhu dan waktu kristalisasi di naikkan agar mendapatkan hasil yang benar-benar kristalin.
4. Sintesis zeolit akan lebih maksimal bila menggunakan bejana teflon dibandingkan dengan botol *polypropilen*.



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., dan Khairurrijal. 2009. Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*. ISSN 1979-0880. Vol. 2, no.1.
- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., dan Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol. 1, no. 1, h. 1-6.
- Agustinus, E.T.S. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal*. Bandung: Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.
- Aji, S.B., dan Anjar. 2009. The Role of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Additive in Building Ceramic. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 26. h. 3783-3787.
- Al-fida, A. 1991. *Tafsir al-Qur'an Adzim*. Beirut: Maktabah al-Nur al-Ilmiah.
- Anna, R. 2004. Pembuatan Zeolit dari Kaolin dan Aplikasinya Sebagai Penyaring Beberapa Kelas Molekul Hirdokarbon. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Antoni., Geman, R., Tjondro, R.T., Anggono, J., dan Hardjito, D. 2013. Effects of Calcination Temperature of LUSI Mud on the Compressive Strength of Geopolymer Mortar. *Advanced Materials Research*. Vol. 626, h. 224-228.
- Aristianto. 2006. *Pemeriksaan Pendahuluan Lumpur Panas Lapindo Sidoarjo*. Bandung: Balai Besar Keramik Departemen Perindustrian.
- Asfadiyah, N.R. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu Dengan Variasi molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi S-1*. Malang: UIN Malang.
- Astini, V. 2008. Efektivitas Penambahan Karbon Terhadap Proses Reduksi Langsung Besi Oksida. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Bakar, B.A. 2000. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Bondareva, G.V., Rat'ko, A.I., dan Azarov, S.M. 2003. Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaX on Porous Ceramic Supports. *Inorganic Materials*, Vol. 39, no. 6, h. 605-609.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*. New York: Jhon Wiley.

- Cheetam, D.A. 1992. *Solid State Compound*. USA: Oxford University Press.
- Don lien , D., Vaiciukynien , D., dan Kantautas, A. 2010. The Influence of Alumosilicate Gel Aging on the Synthesis of NaX Zeolite. *Material Science and Applied Chemistry of Riga Technical University*. Vol, 22. h. 30-34.
- Du, X., dan Wu, E. 2007. Porosity of microporous zeolites A, X and ZSM-5 studied by small angle X-ray scattering and nitrogen adsorption. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. Vol. 68, h. 1692–1699.
- Dyer, A. 1988. *An Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. England: John Wiley and Sons Ltd.
- Fadli, A.F., Rachmat, T.T., dan Darjito. 2013. Ekstraksi Silika dalam Lumpur Lapindo dengan Menggunakan Metode Kontinyu. *Kimia Student Journal*. Vol. 1, no. 2, h 182-187.
- Fathizadeh, M., dan Araujalian, A. 2011. Synthesis and Characterization of Nano Particle Crystals of NaX Zeolite. *Int. J. Ind. Chem*. Vol. 2, No. 3, h. 140-143.
- Fathizadeh, M., Ansari, M., Aroujalian, A., Raisi, A., Dabir, A. 2014. Preparation and characterization of nano-NaX zeolite by microwave assisted hydrothermal method. *Advanced Powder Technology*. vol. 25, hal. 722–727.
- Fernandez, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Flanigen, E.M., Szymanski, H.A., dan Khatami, H. 1971. *Infrared Structural Studies of Zeolites Framework in Molecular Sieve Zeolites I, Advances in Chemistry Series 101*. Washington DC: Gould ed.
- Franus, W., Wdomin, M., dan Franus, M. 2014. Synthesis and Characterization of Zeolites Prepared from Industrial Fly Ash. *Science Direct*: DOI 10.1007/s10661-014-3815-5.
- Gani, B., dan Umam, K. 1986. *Tentang Al-qur'an*. Jakarta: perguruan Tinggi Ilmu Al-Qur'an
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Markovska, I., dan Hristov, Y. 2009. A Study on the Synthesis and Structure of Zeolite NaX. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. vol. 2, h. 168-17.
- Goldberg, A.B., Deitel, H.M. dan Deitel, P.J. 2004. *Internet & World Wide Web How to Program Third Edition*. New Jersey: Prentice Hall.

- Goncalves M.L., L.D. Dimitrov, M.H. Jorda, M. Wallau, Ernesto A. Urquieta-Gonzalez, (2008), "Synthesis of mesopori ZSM-5 by crystallisation of aged gels in the presence of cetyltrimethylammonium cations", *Catalysis Today*, 133–135, 69–79.
- Hamdan, H., 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Kuala Lumpur: Universiti Teknologi Malaysia.
- Hayati, E.K. 2007. *Buku Ajar Dasar-dasar Analisa Spektroskopi*. Malang: UIN Press.
- Herawati, N. 2007. *Analisis Risiko Lingkungan Aliran Air Lumpur Lapindo ke Badan Air*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- 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 (ICCEEI'2012).
- Ismagilov, Z.R., Shikina, N.V., Mazurkova, N.A., Tsikoza, L.T., Tuzikov, F.V., Ushakov, V.A., Ishchenko, A.V., Rudina, N.A., Korneev, D.V., dan Ryabchikova, E.I. 2012. Synthesis of Nanoscale TiO₂ and Study of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The Scientific World Journal*. 498345-498359.
- IUPAC. 1972. Manual of Symbols and Terminology. *Pure appl Chem*. vol 31, h. 578.
- Jalil, A.A., Triwahyono S., Adam, S.H., Rahim, N.D., Aziz, M.A.A., Hairom, N.H.H., Razali, N.A.M., Abidin, M.A.Z., Mohamadiah, M.K.A. 2010. Adsorption of Methyl Orange from Aqueous Solution onto Calcined Lapindo Volcanic Mud. Science Direct. *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 181, h. 755-762.
- Jenkin, R. 1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Toronto: John Wiley & Sons.
- Kasmui, Muhlisin, M.Z., dan Sumarni, W. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Jurnal Kimia: Universitas Negeri Semarang*.
- Kementerian Agama RI. 2012. *Tafsir Ilmi: Penciptaan Manusia Dalam Perspektif Al-Qur'an dan Sains*. Jakarta: PT. Sinergi Pustaka Indonesia.
- Kiti, E.V. 2012. Synthesis Of Zeolites and Their Application to the Desalination of Seawater. *Tesis*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.

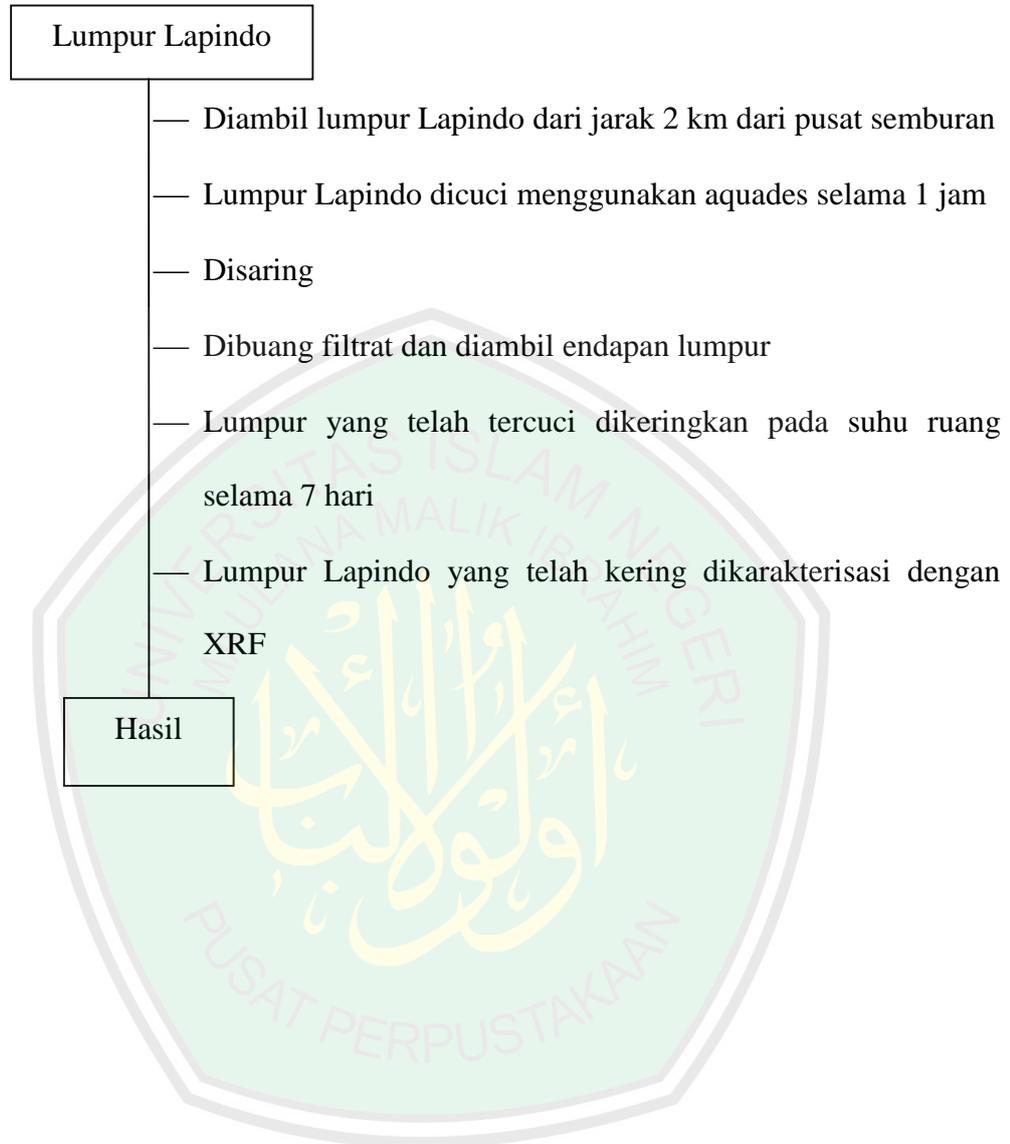
- Kurniasari. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Membran Komposit Alumina Silika Berpori dan Aplikasinya untuk Pemisahan Gas Metanol-Etanol. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Kurniawan, I. 2006. Sintesis Zeolit X dari Kaolin : Modifikasi Kepolaran Struktur dengan Menvariasikan Rasio Si/Al pada Zeolit X. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Kwaky-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Activity. *Thesis*. United Kingdom: University of Wolverhampton.
- Li, G. 2005. FT-IR Studies of Zeolite Materials: Characterization and Environmental Applications. *Disertasi S3* University of Iowa. Iowa City: University of Iowa.
- Masoudian, S.K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X from Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 8 (1). 54 – 60. Iran: RIPI.
- Mubarok, M.A.S.A., Setiawan, L.P., Utami, M dan Trisunaryanti,W. 2014. Study of Acid Leaching in the Preparation of Silicon from Lapindo Mud. *International Journal of Academic and Scientific Research*. Vol. 2, H. 31-36.
- Mustopa, R.S., dan Risanti, D.D. 2013. Karakterisasi Sifat Fisis Lumpur Panas Sidoarjo dengan Aktivasi Kimia dan Fisika. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol. 2(2), h. 256-261.
- Nata, A. 2002. *Tafsir Ayat-ayat Pendidikan*, Terjemah Tafsir al-Ayah al-Tarbawiy. Jakarta: Raja Grafindo Persada.
- Ozdemir, O.D. 2013. Zeolite X Synthesis with Different Sources. *Environmental & Biological Sciences (IJCEBS)*. Volume. 1, Issue. 2, ISSN 2320 –4087.
- Prasad, M. S., Reid, K. J., Murray. 1991. Kaolin, Processing, and applications. *Applied Clay Science*. Vol. 6, h. 97-199.
- Pratapa, S. 2007. *Analisis Data Difraksi dengan Metode Rietveld*. Surabaya: ITS Press.
- Purnomo, C.C., Salim, C., dan Hinode, H. 2012. Synthesis of pure Na-X and Na-A zeolite from bagasse fly ash. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol.162, h. 6-13.
- Raharjo, M. D. 2002. *Ensiklopedi al-Qur'an: Tafsir Sosial Berdasarkan Konsep-Konsep Kunci*. Jakarta: Paramadina.

- Rahman, M.M., Hasnida, N., dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research. J. Sci. Res.* Vol. 1 (2), h. 285-291.
- Ramimoghadam, D., Hussein, M.Z.B., dan Yap, Y.H.T. 2012. The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) on the 10 properties of ZnO Synthesize by Hydrothermal Method. *Int J Mol Sci.* 13:13275-13293.
- Riyanto, A.F. 2007. Studi Reaksi Katalitik o-Metilasi Fenol dan Metanol Menjadi Anisol dengan Menggunakan Katalis Zeolit X dalam Fasa Cair. *Skripsi S-1 UI.* Depok: Universitas Indonesia.
- Rosmawati, A., Tjahjanto, R.T., dan Pranoto, Y.P. 2013. Variasi Metode Preparasi Gel pada Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo. *Kimia Student Journal.* Vol. 1, No. 2, h. 161-167.
- Salaman, S. 2004. Persepsi Karakterisasi dan Modifikasi Katalis Ni₃-Pd₁/Zeolit-Y untuk Hidrorengkah Fraksi Aspaten dari Aspal Buton dengan Sistem Reaktor Semi Batch. *Skripsi S-1 UGM.* Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Spektroskopi.* Yogyakarta: Liberty.
- Schindler, P.W., Lietchi, P., and Westall, J.C. 1987. Adsorption of Copper, Cadmium and Lead from Aqueous Solution to the Kaolinite/Water Interface. *Netherlands Journal of Agricultural Science*, Vol. 35, hal. 219-230.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, 2nd Edition.* New York: John Willey-VCH.
- Sodiq, M.J., Rachmat, T.T., dan Yuniar P.P. 2012. Studi Sintesis Nanopartikel SiO₂ dari Lumpur Lapindo. *Skripsi S-1 Tidak Diterbitkan.* Malang: Universitas Brawijaya.
- Sriatun. 2004. Sintesis Zeolit A Dan Kemungkinan Penggunaannya Sebagai Penukar Kation. *JKSA.* Vol. VII. No. 3.
- Sugiarti, M. 2012. Sintesis Hidrotermal dan Karakterisasi Kristal Titanium Dioksida (TiO₂). *Skripsi S-1 IPB.* Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Syaf, M., dkk. 1990. *Terjemah Tafsir Jalalain: berikut Asbabun Nuzul Ayat.* Bandung: Sinar Baru.
- Thammavong, M. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Thesis S-2.* Thailand: Suranaree University of Technology

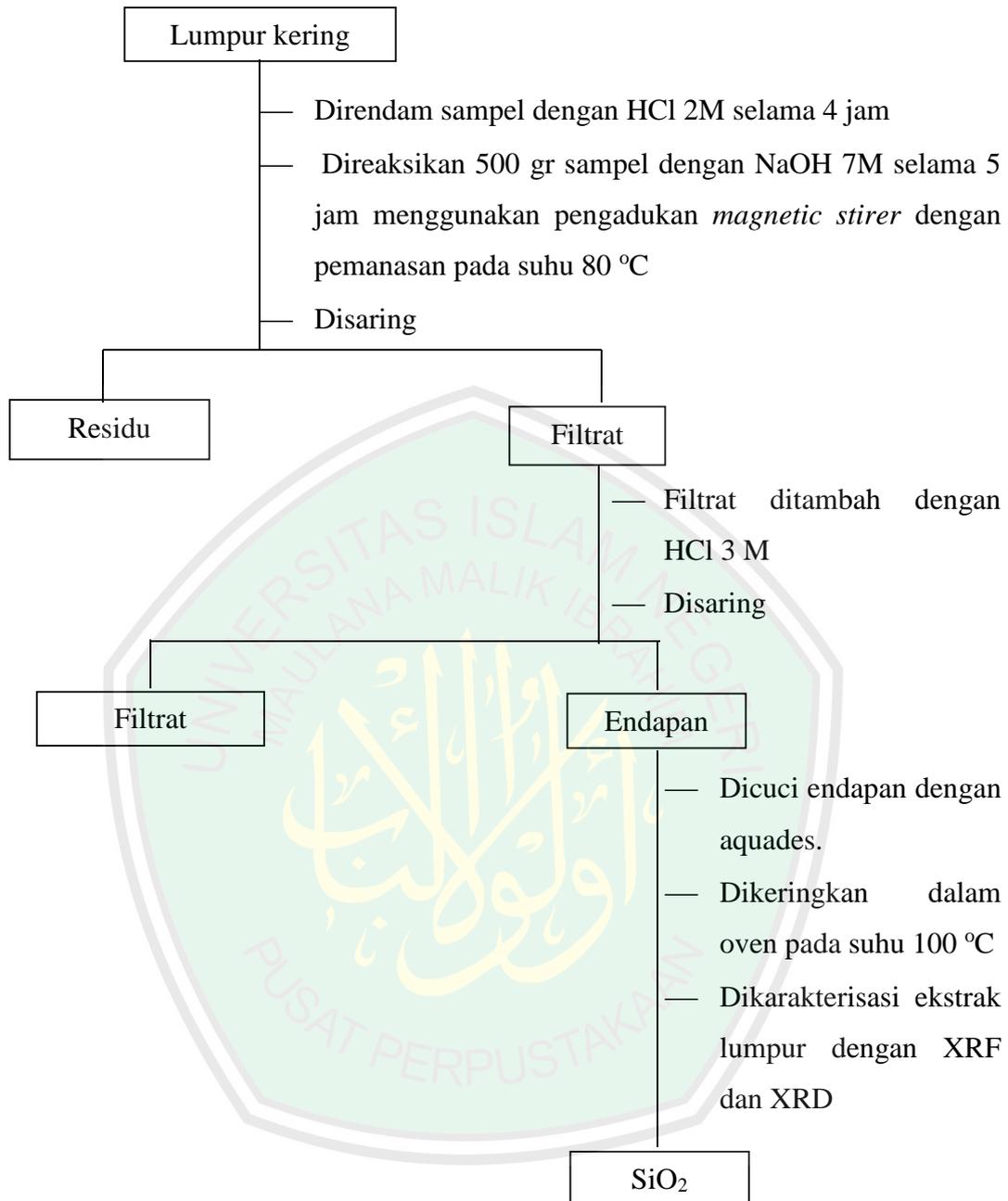
- Treacy, M.M.J., dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Amsterdam: Elsevier.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2012. Synthesis of zeolite X from low-grade bauxite. *J Chem Technol Biotechnol*. Vol. 88, h. 1350–1357.
- Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami., Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis Of Zeolite A From Baggase and it's Antimicrobial Activity on *Candida albicans*. *Jurnal Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Vol. 15, No. 2.
- Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28, h. 6-19.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol-Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayasa dan Proses*. ISSN: 1411-4216.
- Yoshida, A. dan Inoue, K. 1986. *Zeolites*. London: Academic press.
- Yu, Y., Li, X., Zho, X., dan Zhu, X. 2013. Effect of Seawater Salinity on the Synthesis of Zeolite from Coal Fly Ash. *Front Environ Sci. Eng*. DOI 10.1007/s11783-013-0493-4.
- Yvonne, T. dan Thompson. 2002. Controlled Co-Crystallization of Zeolites A and X. *Journal of Material Chemistry*. Vol. 12, h. 496-499.
- Zaemi, H., Tjahjanto, R.T., dan Darjito. 2013. Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo dengan Penambahan Trimetilklorosilan (TMCS). *Kimia Student Journal*. Vol. 1, No. 2, h. 208-214.
- Zhely, M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Jurnal prosiding Kimia FMIPA*. Surabaya: ITS.

Lampiran 1. Skema Kerja

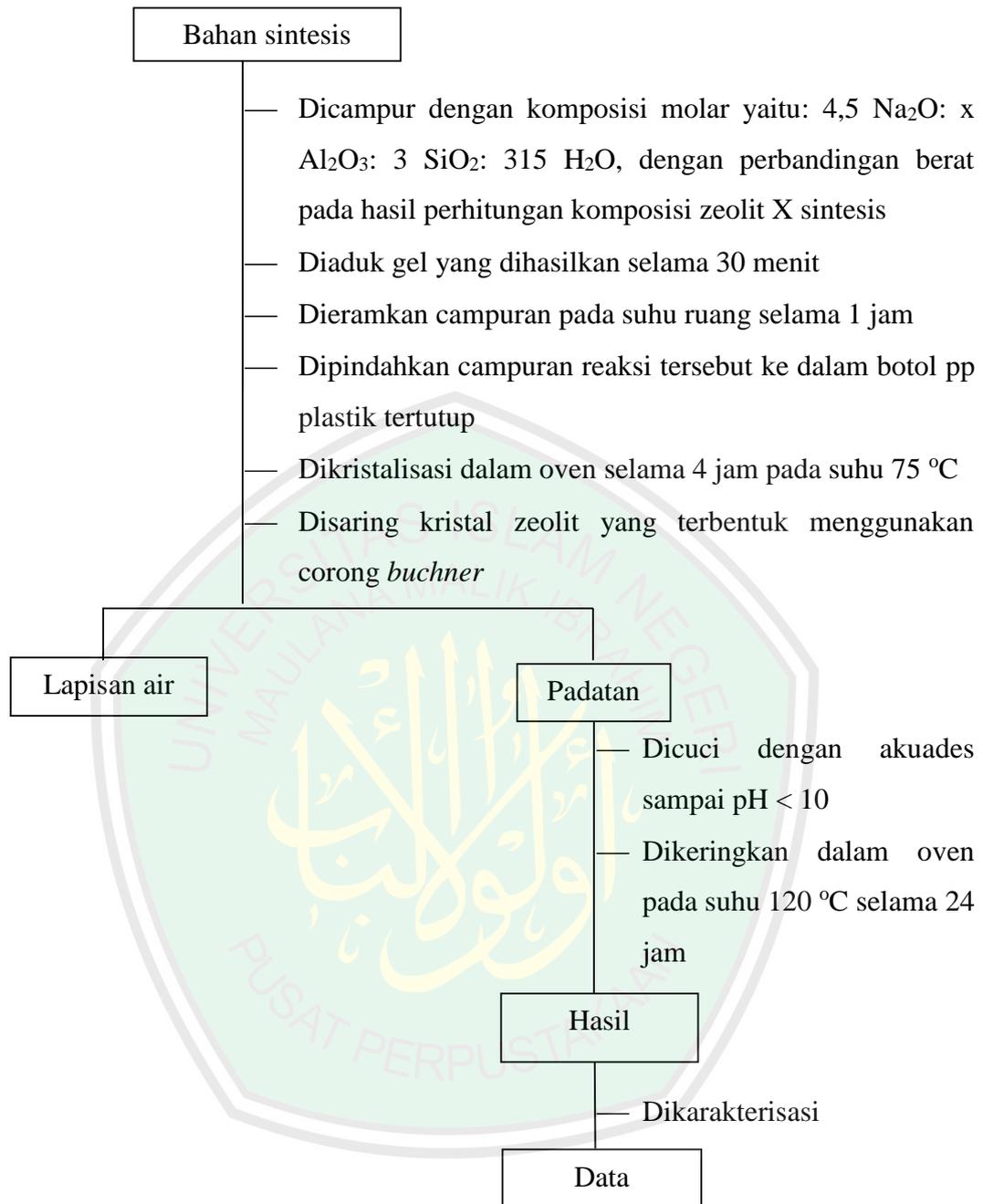
1. Preparasi Lumpur Lapindo (Adziimaa, dkk., 2013)



2. Ekstraksi Lumpur Lapindo (Adziimaa, dkk., 2013)



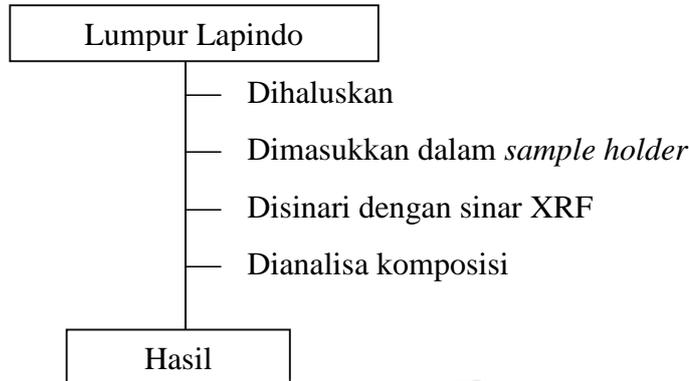
3. Sintesis zeolit X (Masoudian, dkk., 2013)



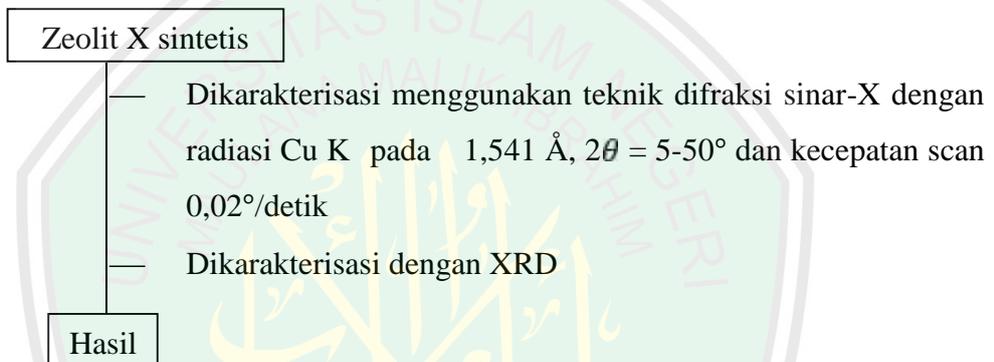
NB: Dilakukan perlakuan yang sama untuk variasi variasi komposisi SiO₂/Al₂O₃ yang lain

3. Karakterisasi

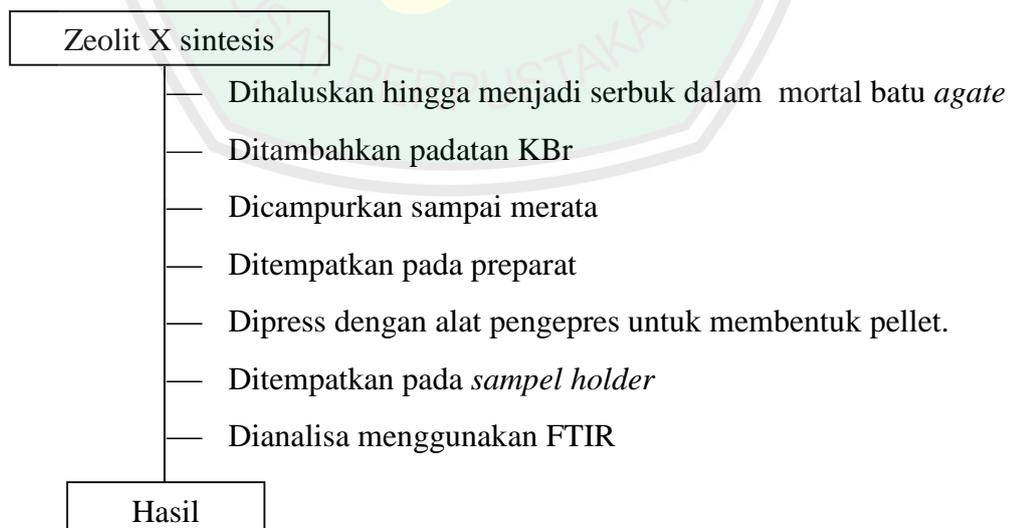
3.1 Karakterisasi dengan XRF



3.2 Karakterisasi dengan XRD



3.3 Karakterisasi dengan FTIR



Lampiran 2. Perhitungan Komposisi Reaktan

4,5 Na₂O : 3 SiO₂ : x Al₂O₃ : 315 H₂O; Rasio terbentuknya zeolit x = 1, 1,5 dan 2



1. Na₂O

4,5 mol Na₂O dari 2 NaOH

$$\begin{aligned} 4,5 \text{ mol} &= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \\ g &= 4,5 \text{ mol} \times 40 \frac{g}{m} \\ &= 2 \times 180 \text{ g} \\ &= 360 \text{ g} \end{aligned}$$

2. NaOH

Misal: 99 %

$$\frac{100}{99} \times 360 \text{ g} = 363,63 \text{ g}$$

3. Ekstrak lumpur Lapindo (SiO₂)

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

$$\begin{aligned} g &= 3 \text{ mol} \times 60,084 \\ &= 180,252 \text{ g} \end{aligned}$$

• Misal: SiO₂ 62 %

$$\frac{100}{62} \times 180,252 \text{ g} = 290,73 \text{ g}$$

Sisa kandungan Al₂O₃ dalam ekstraksi: 26 %

$$\frac{26}{100} \times 290,73 \text{ g} = 75,59 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \bullet \quad \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1) \quad \text{Al}_2\text{O}_3 &= \frac{3}{1} S_2 = 3 \text{ mol} \\ g &= 3 \text{ mol} \times 102 \frac{g}{m} \\ &= 306 \text{ g} + 75,59 \text{ g} \\ &= 381,59 \text{ gr} \end{aligned}$$

- $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1,5) $\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{1,5} S_2 = 2 m$

$$g = 2 m \times 102 \frac{g}{m}$$

$$= 204 g + 75,59 g$$

$$= 279,59 g$$
- $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (2) $\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{2} S_2 = 1,5 m$

$$g = 1,5 m \times 102 \frac{g}{m}$$

$$= 153 g + 75,59 g$$

$$= 228,59 g$$

4. H₂O

$$4,5 m \text{ H}_2\text{O} = \frac{g}{M}$$

$$g = 4,5 m \times 18 \frac{g}{m}$$

$$= 81 g$$

$$315 m \text{ H}_2\text{O} = \frac{g}{M}$$

$$g = 315 m \times 18 \frac{g}{m}$$

$$= 5670 g$$

❖ Yang ada dalam campuran (1 % NaOH; 4,5 mol H₂O)

$$\text{➤ } N = \frac{1}{1} \times 363,63 = 3,63 g$$

$$\text{➤ } 4,5 m \text{ H}_2\text{O} = 81 g$$

$$\text{➤ } \text{Jadi, H}_2\text{O total} = 3,63 \text{ gr} + 81 \text{ gr} = 84,63 \text{ gr}$$

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. **Ekstrak lumpur Lapindo (SiO₂)** = 290,73 gram
2. **SiO₂/Al₂O₃ (1)** = 381,59 gram
3. **SiO₂/Al₂O₃ (1,5)** = 279,59 gram
4. **SiO₂/Al₂O₃ (2)** = 228,59 gram
5. **NaOH** = 363,63 gram
6. **H₂O** = 5670 – 84,63 = 5585,37 gram = 5585,37 mL

❖ Perhitungan 1/250 resep

Massa komposisi reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. **Ekstrak lumpur Lapindo (SiO_2)** = 1,1629 gram
2. **$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1)** = 1,5264 gram (komposisi Si/Al = 0,8)
3. **$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1,5)** = 1.1184 gram (komposisi Si/Al = 1,04)
4. **$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (2)** = 0,9144 gram (komposisi Si/Al = 1,3)
5. **NaOH** = 1,4545 gram
6. **H_2O** = 22,34 gram = 22,34 mL



Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan NaOH 7 M

Larutan NaOH 7M (BM = 40 g/mol) dibuat dengan cara melarutkan padatan NaOH dalam 1000 mL aquades. Perhitungannya digunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Mol NaOH} = M \times V$$

$$\frac{\text{Massa NaOH}}{\text{BM}} = M \times V$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= M \times V \times \text{BM} \\ &= 7 \text{ mol/L} \times 1 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 280 \text{ gr} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan NaOH 3 M sebanyak 1000 mL, maka diperlukan padatan NaOH sebanyak 280 gram.

2. Pembuatan Larutan HCl 2M

Larutan HCl 2M (BM = 36,5 g/mol) dibuat dengan cara pengenceran larutan HCl 37 % (BJ = 1,19 g/mL) dalam labu ukur 1000 mL. Perhitungan pengenceran digunakan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned} M \text{ HCl} &= \frac{B \times 1 \times x \%}{M} \\ &= \frac{1,1 \text{ g/m} \times 1 \times 3}{3,5 \text{ g/m}} \\ &= 12 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} M_1 \times V_2 &= M_2 \times V_1 \\ 2 \text{ M} \times 1 \text{ L} &= 12 \text{ M} \times V_2 \\ V_2 &= 0,167 \text{ L} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 2M sebanyak 1000 mL, maka diperlukan HCl 37% sebanyak 0,167 L.

3. Pembuatan Larutan HCl 3M

Larutan HCl 3M (BM = 36,453 g/mol) dibuat dengan cara pengenceran larutan HCl 37 % (BJ = 1,19 g/mL) dalam labu ukur 500 mL. Perhitungan pengenceran digunakan rumus sebagai berikut:

$$\begin{aligned} M_{\text{HCl}} &= \frac{B \times 1 \times \%}{M} \\ &= \frac{1,1 \text{ g/m} \times 1 \times 3}{3,5 \text{ g/m}} \\ &= 12 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} M_1 \times V_2 &= M_2 \times V_2 \\ 3 \text{ M} \times 0,5 \text{ L} &= 12 \text{ M} \times V_2 \\ V_2 &= 0,125 \text{ L} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 3M sebanyak 500 mL, maka diperlukan HCl 65% 0,125 L.

Lampiran 4. Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data

1. Jarak Antar Partikel

Persamaan Bragg

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

d_{hkl} = jarak antar bidang atom dalam kristal ();

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

θ = sudut peristiwa sinar-X.

1. Zeolit X komposisi SiO₂/Al₂O₃ 0,8 2. Zeolit X komposisi SiO₂/Al₂O₃ 1,04

$$= 0,1540598 \text{ nm}$$

$$= 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta^2 = 7,1561$$

$$\theta^2 = 29,9553$$

$$= 3,57805$$

$$= 14,97765$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1}{2 \sin 3,5} = 1,23431 \text{ \AA}$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1}{2 \sin 1,9} = 0,29805 \text{ \AA}$$

3. Zeolit X komposisi SiO₂/Al₂O₃ 1,3

$$= 0,1540598 \text{ nm}$$

$$\theta^2 = 18,2442$$

$$= 9,1221$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1}{2 \sin 9,1} = 0,48587 \text{ \AA}$$

2. Ukuran Partikel Zeolit X sintesis

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

= integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)
 = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (101)

1. Zeolit X komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8 2. Zeolit X komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04

$$= 0,1540598 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2 = 7,1561$$

$$= 3,57805$$

$$\cos = 0,998$$

$$= 0,1540598 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2 = 29,9553$$

$$= 14,97765$$

$$\cos = 0,996$$

$$= \frac{0,0}{1} \times 3,14 = 0,000875$$

$$= \frac{0,1}{1} \times 3,14 = 0,00233$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1}{0,0 \times 0,9} \frac{n}{n} = 159 \text{ n}$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1}{0,0 \times 0,9} \frac{n}{n} = 59,2 \text{ n}$$

3. Zeolit X komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3

$$= 0,1540598 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2 = 18,2442$$

$$= 9,1221$$

$$\cos = 0,987$$

$$= \frac{0,0}{1} \times 3,14 = 0,000875$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1}{0,0 \times 0,9} \frac{n}{n} = 159 \text{ n}$$

3. Hasil Analisis Data dengan Program Rietica

1. Zeolit X komposisi SiO₂/Al₂O₃ 0,8

```

+-----+
|                               Phase: 1                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR    = 0.334066E-090.735279E-130.185426E-10
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS      = 24.594109 -0.000002 0.001743
                     = 24.594109 -0.000002 0.001743
                     = 24.594109 -0.000002 0.001743
                     = 90.000008 0.000000 0.000000
                     = 90.000008 0.000000 0.000000
                     = 90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL      = 0.041 0.041 0.041 90.000 90.000
90.000
CELL VOLUME          = ***** 1.826192
SCALE * VOLUME       = 0.000005 0.000000
MOLECULAR WEIGHT     = 56714.879
DENSITY              = 6.328
ABSOLUTE PHASE VALUES:
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 192.449

+-----+
|                               Histogram: 1                               |
+-----+
SCALE FACTOR          = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT            = 0.00000 0.00000 0.00000

SAMPLE DISPLACEMENT = 0.00113 0.00001 0.00528

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -360.045 -0.291882E-02
15.7288
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 33.3990 0.279499E-03
1.02912
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -0.893106 -0.841195E-05
0.254757E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.733654E-02 0.768656E-07
0.209915E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 2684.22 -0.366882E-02
74.0914
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R          = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02293 0.00000 0.00101
                     = 0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = -0.979510 0.000940
0.000310
V                     = -0.005000 0.000000 0.000000
W                     = 0.020000 0.000000 0.000000

```

```

ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING =          0.000000          0.000000
0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER  Gam0   =    1.201712    0.000132    0.139614
PEAK SHAPE PARAMETER  Gam1   =    0.000000    0.000000    0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER  Gam2   =    0.000000    0.000000    0.000000
EXTINCTION PARAMETER   =    0.000000    0.000000    0.000000

```

```

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
| N-P |
+-----+
| 1 | 14.66 | 19.47 | 9.21 | 0.356 | 0.524 |
| 3278 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
| CONDITION |
+-----+
| 0.5663E+05 | 0.3862E+06 | 0.3717E+06 | 0.3862E+06 | 0.4465E+01 |
| 0.3262E+26 |
+-----+
BRAGG R-FACTOR=          14.78

```

2. Zeolit X komposisi SiO₂/Al₂O₃ 1,04

```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.454908E-09-0.363081E-100.337415E-10
OVERALL TEMP. FACTOR = -14.333790 4.018444 1.047217
CELL PARAMETERS = 24.820681 0.014334 0.024540
                  24.820681 0.014334 0.024540
                  24.820681 0.014334 0.024540
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
RECIPROCAL CELL = 0.040 0.040 0.040 90.000 90.000
90.000
CELL VOLUME = ***** 26.185122
SCALE * VOLUME = 0.000007 0.000001
MOLECULAR WEIGHT = 56714.879
DENSITY = 6.156
ABSOLUTE PHASE VALUES:
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 269.374

```

```

+-----+
| Histogram: 1 |
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000

```

```

ZEROPOINT = 0.00000 0.00000 0.00000

SAMPLE DISPLACEMENT = 0.07034 -0.01389 0.05123

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -515.301 -3.91722
20.4928
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 46.5616 0.341072
1.36149
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -1.22973 -0.125555E-01
0.340622E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.100427E-01 0.166245E-03
0.282694E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 3201.79 23.4732
95.3324

PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = -0.01816 -0.00107 0.00874
0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = -0.705497 -1.961065
0.374026
V = 0.005000 0.000000 0.000000
W = 0.020000 0.000000 0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000
0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 2.075736 0.022609 0.080567
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

+-----+
-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
| N-P | | | | | | |
+-----+
-----+
| 1 | 16.61 | 21.79 | 8.49 | 0.201 | 0.340 |
| 3278 | | | | | |
+-----+
-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
-----+
| 0.7557E+05 | 0.4549E+06 | 0.4347E+06 | 0.4549E+06 | 0.6588E+01 |
0.2989E+26 |
+-----+
-----+
| 0.7365E+05 | 0.4549E+06 | 0.4344E+06 | 0.4549E+06 | 0.6262E+01 |
0.1104E+26 |
+-----+
-----+

```

BRAGG R-FACTOR= 11.85

3. Zeolit X komposisi SiO₂/Al₂O₃ 1,3

```

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Phase: 1
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.361612E-100.104688E-110.158030E-1
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000
CELL PARAMETERS = 25.188169 -0.004892 0.155723
                  25.188169 -0.004892 0.155723
                  25.188169 -0.004892 0.155723
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000

RECIPROCAL CELL = 0.040 0.040 0.040 90.000 90.000
90.000
CELL VOLUME = ***** 171.122650
SCALE * VOLUME = 0.000001 0.000000
MOLECULAR WEIGHT = 45137.754
DENSITY = 4.688
ABSOLUTE PHASE VALUES:
INC = NEUTRONS ON SAMPLE/CM^2 ( in cm^-2)
MASS = MASS OF PHASE IN BEAM (in g)
ls/R = RATIO OF DETECTOR HEIGHT TO SAMPLE-DETECTOR
Then:
INC*MASS*ls/R = 17.8101

+-----+
|                               |
|                               |
+-----+
Histogram: 1
+-----+
SCALE FACTOR = 1.0000 0.00000 0.00000
ZEROPOINT = 0.00000 0.00000 0.00000

SAMPLE DISPLACEMENT = 0.08105 -0.01277 0.16984

BACKGROUND PARAMETER B 0 = -435.927 0.106418
15.1098
BACKGROUND PARAMETER B 1 = 40.4840 -0.589760E-02
0.993252
BACKGROUND PARAMETER B 2 = -1.08715 0.124576E-03
0.246365E-01
BACKGROUND PARAMETER B 3 = 0.899005E-02 -0.885812E-06
0.203157E-03
BACKGROUND PARAMETER B 5 = 2937.78 -0.702139
70.7826
PREFERRED ORIENTATION = 1.00000 0.00000 0.00000
ABSORPTION R = 0.00000 0.00000 0.00000
ASYMMETRY PARAMETERS = 0.02000 0.00000 0.00000
0.00000 0.00000 0.00000
HALFWIDTH PARAMETERS U = 0.010000 0.000000 0.000000
V = -0.005000 0.000000 0.000000
W = 0.020000 0.000000 0.000000
ANISOTROPIC GAUSSIAN BROADENING = 0.000000
0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam0 = 0.200000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam1 = 0.000000 0.000000 0.000000
PEAK SHAPE PARAMETER Gam2 = 0.000000 0.000000 0.000000
EXTINCTION PARAMETER = 0.000000 0.000000 0.000000

```

```

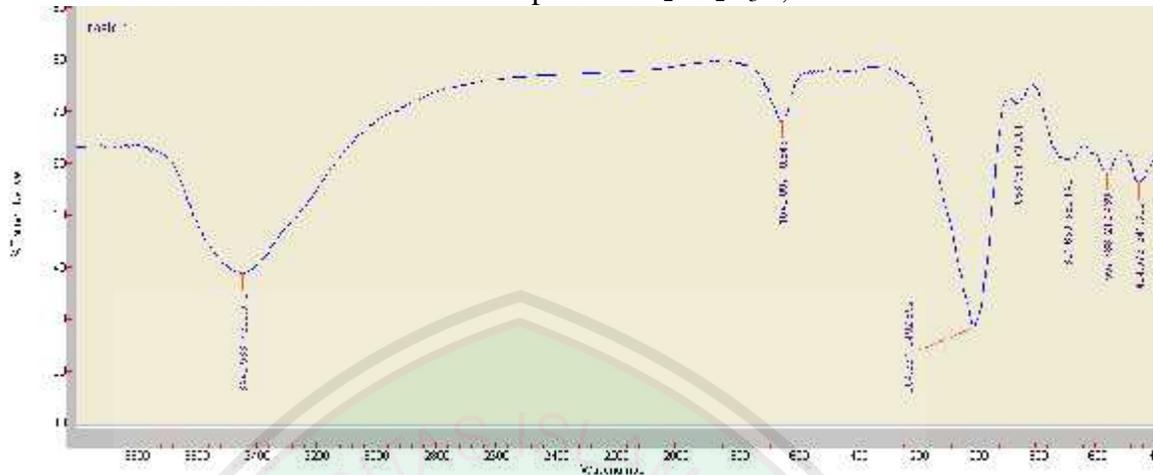
+-----+
-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght |
N-P |
+-----+
-----+
| 1 | 13.24 | 16.85 | 8.99 | 0.606 | 0.686 |
3282 |
+-----+
-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
-----+
| 0.5374E+05 | 0.4060E+06 | 0.3945E+06 | 0.4060E+06 | 0.3512E+01 |
0.2847E+26 |
+-----+
-----+
BRAGG R-FACTOR= 7.05

```

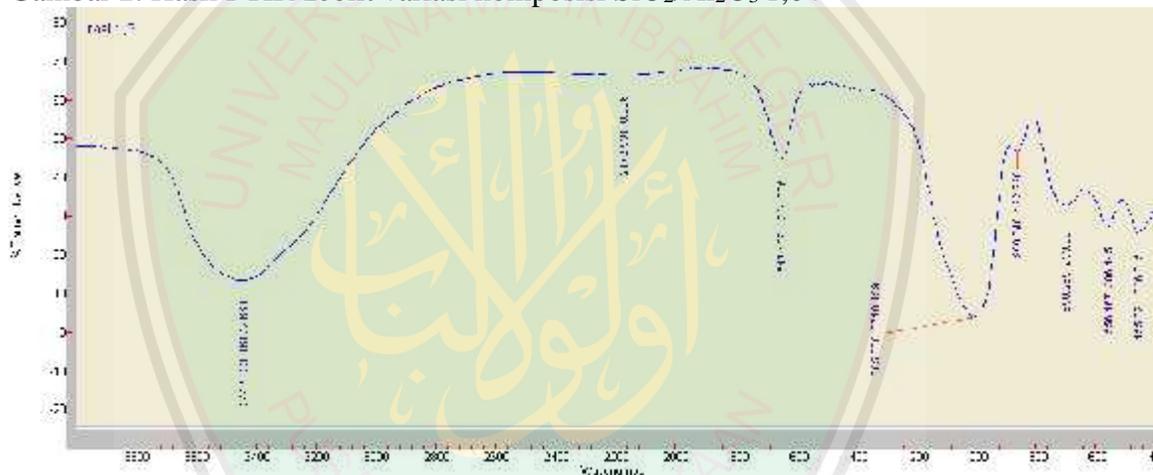


Lampiran 5. Data Hasil penelitian

Gambar 1. Hasil FTIR zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8



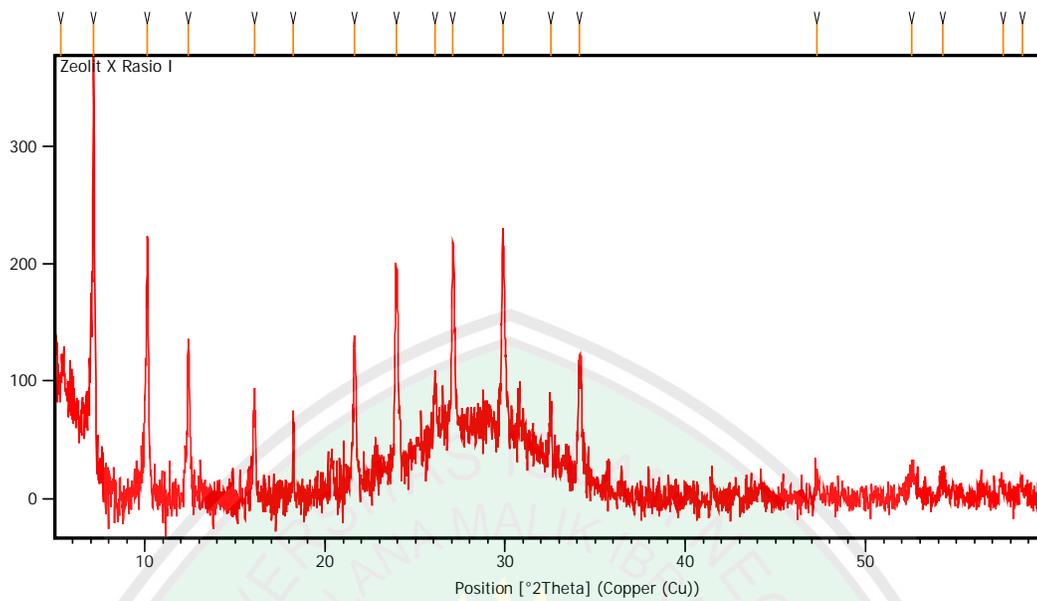
Gambar 2. Hasil FTIR zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04



Gambar 3. Hasil FTIR zeolit variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3

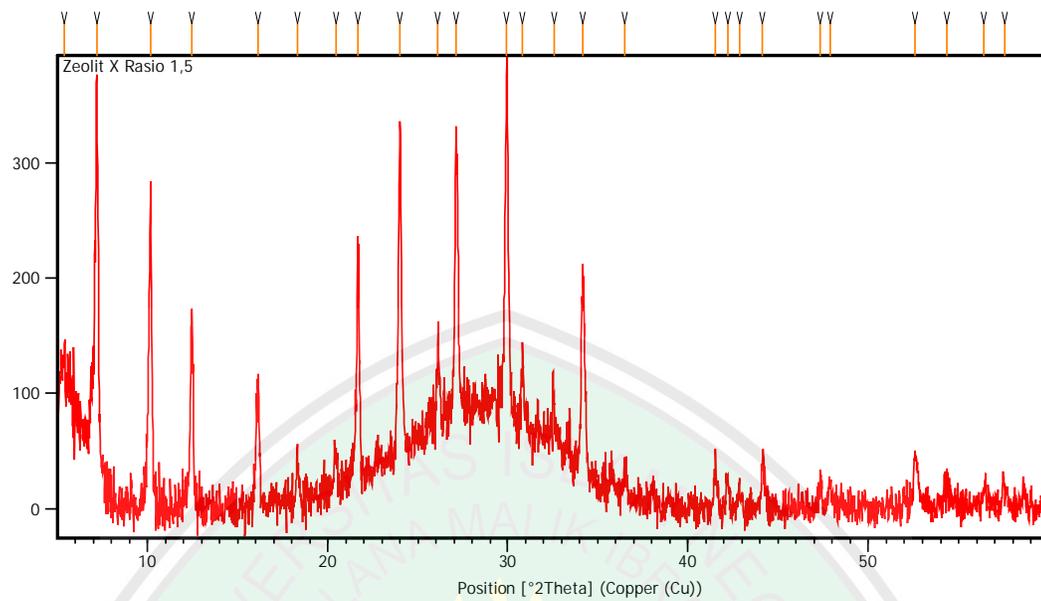


Hasil XRD zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8



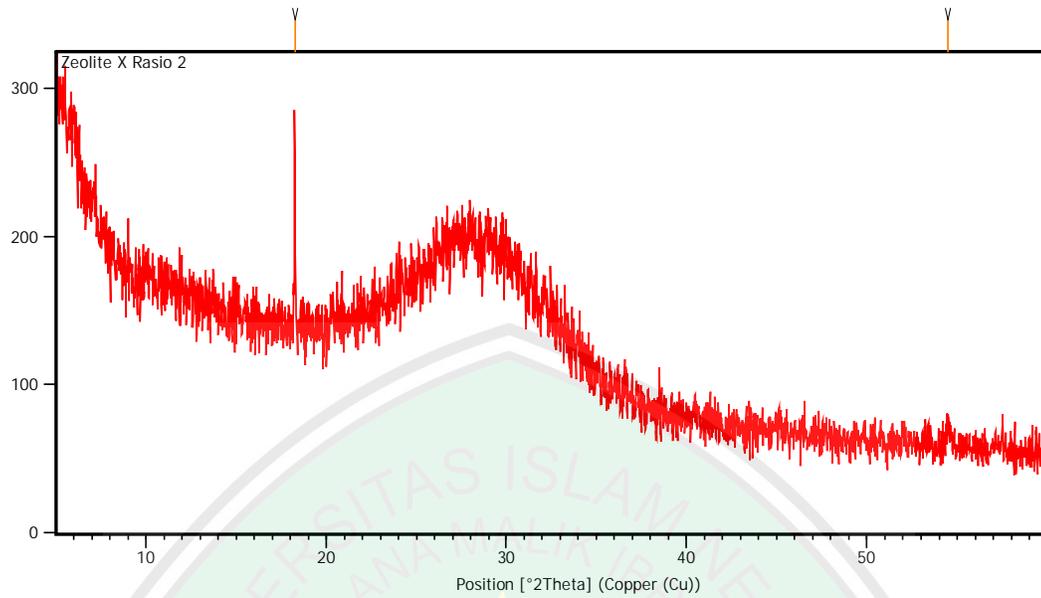
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.3259	112.76	0.8029	16.59333	29.68
7.1561	379.98	0.0502	12.35320	100.00
10.1446	223.66	0.1004	8.71977	58.86
12.3917	130.10	0.1171	7.14310	34.24
16.0785	80.04	0.1004	5.51256	21.07
18.2351	44.97	0.0669	4.86517	11.83
21.6056	128.85	0.0836	4.11321	33.91
23.9356	190.08	0.1338	3.71783	50.02
26.0727	90.30	0.1004	3.41774	23.76
27.0615	207.15	0.1004	3.29507	54.52
29.8892	212.72	0.1338	2.98946	55.98
32.5392	59.00	0.1338	2.75180	15.53
34.1408	107.05	0.2007	2.62629	28.17
47.2810	13.40	0.2007	1.92255	3.53
52.5378	23.67	0.2676	1.74190	6.23
54.2523	18.68	0.3346	1.69083	4.92
57.6043	8.10	0.4015	1.60016	2.13
58.6746	9.60	0.4015	1.57350	2.53

Hasil XRD zeolit X variasi komposisi SiO₂/Al₂O₃ 1,04



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.3797	118.76	0.8029	16.42767	31.49
7.1834	376.55	0.0669	12.30628	99.85
10.1775	282.43	0.1004	8.69166	74.89
12.4511	167.32	0.1004	7.10919	44.37
16.1470	106.29	0.1506	5.48930	28.18
18.2990	42.04	0.1673	4.84833	11.15
20.4265	45.19	0.2007	4.34791	11.98
21.6674	177.45	0.0836	4.10162	47.05
23.9871	323.93	0.1338	3.70997	85.89
26.0907	144.89	0.1673	3.41542	38.42
27.1111	308.77	0.1673	3.28915	81.87
29.9553	377.13	0.1338	2.98301	100.00
30.8305	126.53	0.1338	2.90030	33.55
32.5803	77.94	0.4015	2.74842	20.67
34.1690	191.48	0.2007	2.62418	50.77
36.5002	25.05	0.2007	2.46175	6.64
41.5283	31.00	0.2676	2.17458	8.22
42.1950	24.22	0.2007	2.14175	6.42
42.8775	15.99	0.2007	2.10923	4.24
44.1391	47.32	0.1673	2.05183	12.55
47.3273	21.21	0.2007	1.92078	5.62
47.8710	20.80	0.2007	1.90023	5.51
52.5739	45.62	0.1673	1.74079	12.10
54.3379	18.67	0.4015	1.68837	4.95
56.4150	20.32	0.2007	1.63104	5.39
57.5444	14.51	0.2676	1.60169	3.85

Hasil XRD zeolit X variasi komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
18.2442	123.96	0.0502	4.86277	100.00
54.5017	15.10	0.4015	1.68368	12.18

Hasil XRF lumpur Lapindo

29-Apr-2015 13:54:45 Page 1

Sample results - Averages

Sample ident
Lumpur preparasi

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	29-Apr-2015 13:34:10
Measurement period - end	29-Apr-2015 13:43:10
Position	1

Compound	Al	Si	S	K	Ca	Ti	V
Conc	5.6 +/- 0.05	19.7 +/- 0.3	1.05 +/- 0.28	3.43 +/- 0.15	3.84 +/- 0.04	2.43 +/- 0.02	0.13 +/- 0.03
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Sr
Conc	0.13 +/- 0.006	0.71 +/- 0.03	54.65 +/- 0.35	0.18 +/- 0.02	0.26 +/- 0.02	0.1 +/- 0.02	1.8 +/- 0.02
Unit	%	%	%	%	%	%	%

Compound	Eu	Re
Conc	0.7 +/- 0.1	0.4 +/- 0.07
Unit	%	%

Hasil XRF ekstraksi lumpur Lapindo

LABORATORIUM SENTRAL MINERAL DAN MATERIAL MAJU
FMIPA UNIVERSITAS NEGERI MALANG (UM)
 Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (paw 200) / 574895 / 085106001088
 Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 25 Mei 2015
 Sampel diuji tanggal : 25 Mei 2015
 Nama Sampel : LUMPUR EKSTRAKSI

Compound	Conc (%)	Methods
Al	25.5 +/- 0.3	XRF
Si	61.6 +/- 0.3	
P	3.5 +/- 0.2	
K	0.71 +/- 0.02	
Ca	4.99 +/- 0.196	
Ti	0.15 +/- 0.009	
Cr	0.19 +/- 0.01	
Fe	1.90 +/- 0.03	
Ni	0.827 +/- 0.0696	
Cu	0.20 +/- 0.01	
Zn	0.44 +/- 0.002	
Re	0.12 +/- 0.03	

Lampiran 6. Data standar acuan analisis kualitatif manual

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I_{rel}</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I_{rel}</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I_{rel}</i>
1	1	1	6.12	14.450	8	100.0	6	6	0	30.30	2.950	12	1.0	11	1	1	39.95	2.257	24	0.2
2	2	0	10.00	8.849	12	10.4	8	2	2	30.30	2.950	24	1.7	7	7	5	39.95	2.257	24	0.3
3	1	1	11.73	7.546	24	3.8	7	1	5	30.94	2.890	24	0.4	8	8	0	40.79	2.212	12	1.1
2	2	2	12.25	7.225	8	0.2	7	5	1	30.94	2.890	24	0.4	11	1	3	41.29	2.187	24	0.3
3	3	1	15.43	5.742	24	6.5	5	5	5	30.94	2.890	8	5.7	11	3	1	41.29	2.187	24	0.3
4	2	2	17.36	5.109	24	0.1	6	6	2	31.15	2.871	24	0.2	9	5	5	41.29	2.187	24	0.1
3	3	3	18.42	4.817	8	0.3	8	0	4	31.98	2.798	12	1.6	9	7	1	41.29	2.187	24	0.2
5	1	1	18.42	4.817	24	1.3	8	4	0	31.98	2.798	12	1.8	9	1	7	41.29	2.187	24	0.2
4	4	0	20.07	4.424	12	2.0	7	3	5	32.59	2.747	24	0.1	8	8	2	41.45	2.178	24	0.1
5	3	1	21.00	4.231	24	0.6	9	1	1	32.59	2.747	24	0.1	11	3	3	42.59	2.123	24	0.6
6	2	0	22.47	3.957	12	1.1	7	5	3	32.59	2.747	24	0.4	8	8	4	43.38	2.086	24	0.3
6	0	2	22.47	3.957	12	0.2	8	4	2	32.80	2.731	24	0.1	9	9	1	46.31	1.960	24	0.2
5	3	3	23.31	3.817	24	6.2	8	2	4	32.80	2.731	24	0.1	12	4	2	46.46	1.954	24	0.3
6	2	2	23.58	3.773	24	0.5	6	6	4	33.59	2.668	24	3.4	12	2	4	46.46	1.954	24	0.2
4	4	4	24.64	3.612	8	0.2	9	3	1	34.17	2.624	24	0.5	10	8	2	47.06	1.931	24	0.4
5	5	1	25.41	3.505	24	0.2	9	1	3	34.17	2.624	24	0.6	10	2	8	47.06	1.931	24	0.2
6	2	4	26.65	3.345	24	2.4	8	4	4	35.13	2.554	24	0.5	12	4	4	48.24	1.887	24	0.2
6	4	2	26.65	3.345	24	3.2	8	2	6	36.61	2.454	24	0.1	9	7	7	48.67	1.871	24	0.2
7	3	1	27.37	3.258	24	0.1	10	2	2	37.34	2.408	24	0.2	13	3	3	49.82	1.830	24	0.1
7	3	3	29.21	3.058	24	1.2	6	6	6	37.34	2.408	8	1.2	9	9	5	49.82	1.830	24	0.2

Data Standar faujasite NaX
Collection of Simulated
XRD Powder Patterns for
Zeolites (Teacy dan Higgins,
2001)

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I_{rel}</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I_{rel}</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I_{rel}</i>
2	0	0	7.20	12.278	6	100.0	6	4	4	30.01	2.978	24	4.6	8	8	0	41.61	2.170	12	1.3
2	2	0	10.19	8.682	12	49.6	8	2	0	30.01	2.978	24	6.4	10	4	4	42.29	2.137	24	1.3
2	2	2	12.49	7.088	8	22.4	6	6	0	30.90	2.894	12	0.6	8	6	6	42.95	2.106	24	1.0
4	2	0	16.14	5.491	24	20.1	8	2	2	30.90	2.894	24	1.2	10	6	0	42.95	2.106	24	0.5
4	2	2	17.69	5.012	24	1.9	8	4	0	32.62	2.745	24	1.4	10	6	2	43.61	2.075	48	0.9
4	4	0	20.46	4.341	12	3.0	8	4	2	33.45	2.679	48	1.0	12	0	0	44.26	2.046	6	2.2
5	3	1	21.41	4.151	48	0.8	6	6	4	34.26	2.618	24	8.4	8	8	4	44.26	2.046	24	0.5
6	0	0	21.72	4.093	6	1.3	8	4	4	35.83	2.506	24	0.8	12	2	0	44.91	2.018	24	0.1
4	4	2	21.72	4.093	24	8.4	10	0	0	36.59	2.455	6	3.0	12	4	0	46.80	1.941	24	0.2
6	2	0	22.91	3.882	24	0.1	6	6	6	38.08	2.363	8	1.3	8	8	6	47.41	1.917	24	1.2
6	2	2	24.04	3.702	24	13.7	10	2	2	38.08	2.363	24	0.2	10	8	0	47.41	1.917	24	0.6
4	4	4	25.13	3.544	8	0.3	8	6	4	39.53	2.280	48	0.2	10	8	2	48.02	1.894	48	1.8
6	4	0	26.17	3.405	24	0.6	10	4	0	39.53	2.280	24	0.1	10	8	4	49.82	1.830	48	0.4
6	4	2	27.18	3.281	48	9.0	10	4	2	40.23	2.242	48	0.5							

Data Standar faujasite Na-A
Collection of Simulated XRD
Powder Patterns for Zeolites
(Teacy dan Higgins, 2001)

Lampiran 7. Gambar Hasil Penelitian



Gambar 1. Kondisi lumpur Lapindo 2015



Gambar 2. Proses perendaman lumpur dengan aquades



Gambar 3. Endapan lumpur setelah penyaringan



Gambar 4. Perendaman lumpur dengan HCl 2 M



Gambar 5. Penyaringan larutan natrium silikat



Gambar 6. Penyaringan lumpur yang telah diasamkan



Gambar 7.
Larutan natrium
silikat



Gambar 8. Gel SiO₂



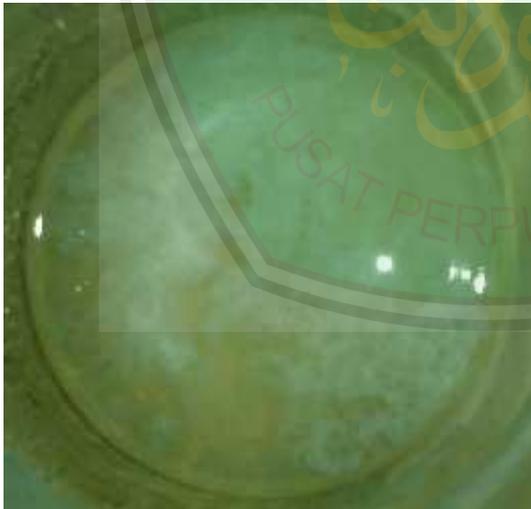
Gambar 9. Penyaringan
gel SiO₂



Gambar 10. Gel SiO₂ hasil penyaringan



Gambar 11. Gel SiO₂ kering



Gambar 12. Larutan natrium aluminat



Gambar 13. Proses pemeraman



Gambar 14. Botol
pp hidrotermal



Gambar 15. SiO_2
ekstraksi



Gambar 16. Zeolit X variasi
komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,8



Gambar 17. Zeolit X variasi
komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,04

Gambar 18. Zeolit X variasi
komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,3