

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

**Oleh:
SHOLEH NURA ADITAMA
NIM. 11630058**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI SUHU HIDROTHERMAL
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

**Oleh:
SHOLEH NURA ADITAMA
NIM. 11630058**

**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 (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2015**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
SHOLEH NURA ADITAMA
NIM.11630058

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 10 November 2015

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Tri Kustono Adi, M.Sc
NIP. 19710311 200312 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh :
SHOLEH NURA ADITAMA
NIM.11630058

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

**Penguji Utama : Akyunul Jannah, S.Si, M.P (.....)
NIP. 19750410 200501 2 009**

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

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

**Anggota Penguji : Tri Kustono Adi, M.Sc (.....)
NIP. 19710311 200312 1 002**

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**

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

PERSEMBAHAN

*Ku rangkai kata,
Ku rajut dengan makna,
Ku ikat bersama alinea,
Ku bingkai dalam bab berjumlah lima,
Ku temani dengan penuh suka, duka, canda-tawa,
Jadilah sebuah karya*

Karya kecil ini kupersembahkan kepada:

Keluarga besar Sukarjo, terlebih Bapakku Adi Santuso (Alm) dan Ibuku Sumiyati, tiada hentinya beliau memberikan ketenangan jiwa saat gundah, penyambung do'a dan kasih sayang yang tak terhingga terhadap buah hatinya,

Kakak Arief Wicaksono Santuso bersama Istrinya Ika Rudi Wahyuni serta buah hatinya Alvredo Zafrane Zidane, mereka yang tiada henti menjadi penyemangat dan motivasi disegala liku yang ada,

Segenap Guru-guru dan Dosen-dosen yang ku sebut pahlawan tanpa tanda jasa karena telah membimbing dan memberikan ilmu pengetahuan dengan penuh keikhlasannya

Segenap Kawan-kawan RESONANSI kimia 2011, dan seluruh warga kimia Fakultas sains dan teknologi UIN Malang yang telah berbagi pengalaman, berjuang bersama demi tegaknya pengetahuan

Para pembaca, terlebih orang-orang yang berkemauan dalam melanjutkan karya kecil ini (penelitian lebih lanjut) guna perluasan ilmu dan perkembangan pengetahuan.

MOTTO

Kebingungan adalah awal dari proses Berfikir

THINK BIG AND ACT NOW,

*“Kegagalan” hanya terjadi pada mereka yang mau
“Menyerah”*

**Jangan lihat masa lampau dengan penyesalan
Jangan lihat masa depan dengan ketakutan
Tapi, lihatlah sekitar anda dengan penuh kesadaran**

SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Sholeh Nura Aditama

NIM : 11630058

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Suhu Hidrotermal 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, 25 Desember 2015
Yang Membuat Pernyataan,

Sholeh Nura Aditama
NIM. 11630058

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur alhamdulillah, atas kehendak Allah S.W.T yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan penulisan skripsi dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud menggunakan Metode Sol-Gel”**. Skripsi ini sebagai salah satu syarat dalam mendapatkan gelar Sarjana Sains (S.Si).

Penulis menyadari akan keterbatasan pengetahuan dan kemampuan yang penulis miliki, tentunya tanpa ada kontribusi dan dukungan baik moral maupun spiritual, penulis merasa kesulitan dalam menyelesaikan skripsi ini. Maka dari itu, dengan segala kerendahan dan ketulusan hati penulis mengucapkan terima kasih tak terhingga kepada:

1. Kedua orang tua yang telah memberikan perhatian, nasihat, doa, serta dukungan moral dan materil sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
2. Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang Bapak Prof. H. Mudjia Raharjo, M.Si.
3. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Ibrahim Malang Ibu Dr. Drh. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si.
4. Ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si.
5. Dosen pembimbing utama Ibu Suci Amalia, M.Sc, dan dosen pembimbing agama Bapak Tri Kustono Adi, M.Sc, karena atas bimbingan, pengarahan,

dan nasehat sehingga penulis dapat menyelesaikan dalam penyusunan skripsi ini.

6. Dosen penguji Akyunul Jannah S.Si, M.P, dan Ibu Susi Nurul Khalifah M.Si, selaku konsultan karena atas masukan dan sarannya, skripsi ini menjadi lebih baik.
7. Segenap dosen-dosen, staff laboratorium, dan staff administrasi Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah menyampaikan pengajaran, mendidik, membimbing, serta mengamalkan ilmunya dengan ikhlas.
8. Segenap guru-guru SDN Sindetlami II, SMPN 1 Kraksaan, dan SMAN 1 Kraksaan yang telah menjadi pahlawan tanpa tanda jasa. Semoga ilmu pengetahuan yang diberikan bermanfaat bagi kehidupan.
9. Teman-teman HIMASKA (Himpunan Mahasiswa Kimia) “Helium” yang telah memberikan sejarah, pengalaman dan kebersamaannya.
10. Teman-teman kimia angkatan 2011 “RESONANSI” yang telah saling memotivasi dan membantu terselesainya skripsi ini.
11. Semua pihak yang tidak bisa disebutkan satu persatu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan.

Malang, 10 September 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERNYATAAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
المخلص	xvii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
1.5.1 Bagi Penulis	7
1.5.2 Bagi Masyarakat	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Definisi Umum Abu Vulkanik	8
2.2 Definisi dan Kegunaan Zeolit X	9
2.3 Sintesis Zeolit X.....	11
2.4 Metode Sol-Gel	15
2.5 Karakterisasi Sintesis Zeolit X.....	17
2.5.1 <i>X-Ray Fluorescence (XRF)</i>	17
2.5.2 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	18
2.5.3 <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	23
2.6 Sintesis dan Karakterisasi dalam Perspektif Islam.....	25
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	28
3.2 Alat dan Bahan Penelitian.....	28
3.2.1 Alat-alat	28
3.2.2 Bahan-bahan	28
3.3 Rancangan Penelitian.....	29
3.4 Tahapan Penelitian.....	29
3.5 Prosedur Penelitian	30
3.5.1 Pengambilan Sampel Abu Vulkanik Gunung Kelud.....	30

3.5.2 Preparasi Abu Vulkanik	30
3.5.3 Sintesis Zeolit X dari Abu Vulkanik	31
3.5.4 Karakterisasi	32
3.5.4.1 Analisis Komponen dengan <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF)	32
3.5.4.2 Analisis Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X (XRD)	32
3.5.4.3 Analisis Gugus Fungsi dengan <i>Fourier Transform Infra red</i> (FTIR)	33
3.5.4 Analisis Data	33
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Abu Vulkanik Gunung Kelud	34
4.2 Sintesis Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud	38
4.3 Karakterisasi	40
4.3.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	40
4.3.2 <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	47
4.4 Hikmah Penelitian tentang Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud	50
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	53
5.2 Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	54
LAMPIRAN	61

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Fasa mineral pada abu vulkanik dengan menggunakan metode XRD (<i>X-ray Diffraction</i>)	9
Gambar 2.2 Unit struktural dari zeolit A, <i>sodalite</i> dan <i>faujasite</i>	10
Gambar 2.3 (a) Struktur zeolit X dan (b) Kerangka zeolit X.....	11
Gambar 2.4 Prinsip XRF.....	18
Gambar 2.5 Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD.....	19
Gambar 2.6 Karakterisasi zeolit X dari literatur dengan analisa XRD	20
Gambar 2.7 Spektra FTIR zeolit X	24
Gambar 4.1 Hasil XRD (difraktogram) abu vulkanik Gunung Kelud setelah pencucian dengan HCl 1 M.....	36
Gambar 4.2 Hasil analisis XRD menggunakan program <i>Match!</i>	37
Gambar 4.3 Hasil difraktogram sintesis zeolit X variasi suhu 75, 90 dan 100 °C pada rasio Si/Al 2	41
Gambar 4.4 Hasil difraktogram sintesis zeolit X pada suhu 100 °C dan penambahan TEOS pada rasio Si/Al 2.....	43
Gambar 4.5 Struktur kerangka aluminosilikat zeolit	48
Gambar 4.6 Spektra infra merah zeolit X pada suhu 75, 90, dan 100 °C serta suhu 100 °C dengan adanya penambahan TEOS	48

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi kimia abu vulkanik merapi	8
Tabel 2.2 Ketentuan IR secara umum	24
Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis zeolit dari abu vulkanik dengan variasi suhu hidrotermal (75, 90, dan 100 °C) dan penambahan TEOS (<i>tetraethokxysilane</i>) dengan (1/50) resep	32
Tabel 4.1 Hasil komposisi kimia abu vulkanik gunung kelud menggunakan XRF	35
Tabel 4.2 Hasil perbandingan data difraktogram zeolit yang telah disintesis dengan data difraktogram Treacy dan Higgins (2001)	42
Tabel 4.3 Hasil analisis kuantitatif komposisi penyusun produk sintesis	44
Tabel 4.4 Ukuran kristal zeolit X sintesis menggunakan persamaan <i>Debye-Scherrer</i>	45
Tabel 4.5 Parameter sel satuan zeolit X hasil sintesis pada suhu 75, 90, dan 100 °C serta penambahan TEOS (100 °C) ditentukan menggunakan metode <i>Le Bail</i>	46
Tabel 4.6 Interpretasi IR produk hasil sintesis zeolit X dengan bilangan gelombang dari gugus-gugus yang ada pada zeolit X dan zeolit A....	49

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema kerja	61
L.1.1 Preparasi Abu Vulkanik (Pratomo, dkk., 2013).....	61
L.1.2 Sintesis Zeolit X (Masoudian, dkk., 2013)	62
L.1.3 Karakterisasi.....	63
Lampiran 2 Perhitungan komposisi reaktan.....	64
Lampiran 3 Pembuatan larutan HCl 37 %	67
Lampiran 4 Perhitungan dan analisa data	68
L.4.1 Perhitungan Ukuran Kristal berdasarkan Persamaan <i>Debye-Scherrer</i>	68
L.4.2 Analisa Data Menggunakan Rietica	69
Lampiran 5 Hasil karakterisasi.....	73
L.5.1 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF (<i>X-Ray Fluoresence</i>) .	73
L.5.2 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>)...	74
L.5.3 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR (<i>Fourier Transform Infra-Red</i>)	82
Lampiran 6 Data standar zeolit X dan zeolit A (Treacy dan Higgins).....	84
Lampiran 7 Peta pengambilan sampel abu vulkanik	86
Lampiran 8 Dokumentasi.....	87

المخلص

أديتاما, صالح نورا. ٢٠١٥. تخليق وتمثيل زيوليت إيكس من غبال جبل كيلود مع اختلافات درجة الحرارة باستخلام طريقة الصول - الهلام. البحث. شعبة الكيمياء بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى : سوجى عملية الماجستير. المشرف الثاني: تري كوسطنا حادي. المستسرة : سوسى نور الخالفة الماجستير.

كلمات البحث : غبال الجبل, زيوليت إيكس, درجة الحرارة, الصول-الهلام

يحتوي غبال جبل كيلود على السيليكات الذي لديه الإمكانية على أن يستخدم كمادة وسيطة في تخليق زيوليت إيكس. زيوليت إيكس هو الزيوليت الذي لديه نسبة المولى المنخفضة من $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. وكان الأهداف من هذا البحث هي لمعرفة تمثيل زيوليت إيكس من عملية التخليق مع اختلافات درجة الحرارة وزيادة TEOS بقدر ١ بالمائة.

قد أجري تخليق زيوليت إيكس بطريقة الصول-الهلام بنسبة المولى ٤,٥ : Na_2O : Al_2O_3 : SiO_2 : ٣ : ٣١٥ H_2O مع نسبة $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ٢ واختلافات درجة الحرارة ٧٥ و ٩٠ و ١٠٠ درجة مع زيادة TEOS (*tetraethoxysilane*) فى درجة الحرارة الأحسن. اما التمثيل, باستخدام XRD و FTIR لمعرفة البلوري وتقاوة زيوليت وحجم البلور بمعادلة *Debye Scherrer* وتحويل فورييه مطياف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) لمعرفة المجموعة الوظيفية من الزيوليت.

حصل تمثيل XRD على زيوليت إيكس و زيوليت A. قمة زيوليت A أقل بزيادة درجة الحرارة. وأظهرت زيادة TEOS فى درجة الحرارة ١٠٠ درجة أن هناك كثيرة من قمة زيوليت والبلور مقادنة بدون زيادة TEOS. لكن بوجود زيوليت A. حجم البلور فى درجة الحرارة ٧٥ و ٩٠ و ١٠٠ هم على التوالي ١٢٢,١٩ نم و ٤٨,٩٧ نم و ١٦٤,٢٢ نم. و ١٦٣,٢٢ نم بزيادة TEOS. دلت نتيحة تحويل فورييه مطياف الأشعة تحت الحمراء, على مجموعة O-T-O والحلقة الضعفية D6R من زيوليت إيكس.

ABSTRACT

Aditama, S. N. 2015. **Synthesis and Charaterization of Zeolite X Collect from Volcanic Ash of Mount Kelud using Hydrothermal Temperature Variation through Sol Gel Method.** Thesis. Chemistry Department Science and Technology Faculty State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Tri Kustono Adi, M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci : Volcanic Ash, Zeolite X, Temperature, Sol-Gel.

Volcanic ash from mount Kelud's eruption contain silica which has potent as raw material of zeolite X synthesis. Zeolite X is the kind of zeolite that has low molar ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. This research was aimed to know the characters of zeolite X obtained from synthesis by varying hydrothermal temperature and adding of 1% precursor (TEOS).

The synthesis was carried out using sol-gel method with molar composition of 4,5 Na_2O : Al_2O_3 : 3 SiO_2 : 315 H_2O which has 2 of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ratio. The zeolite was hydrothermally synthesized at different temperatures of 75, 90, 100 °C and TEOS was added to the best temperature obtained. XRD and FTIR were used to characterize the zeolite. XRD result showed the purity and crystal size of zeolite based on *Debye Schere* equation while FTIR result showed the functional groups that zeolite has.

Characterization using XRD shows that the synthesis resulting zeolite X and zeolite A. Based on diffractogram, less peak of zeolite A formed as the increasing of hydrothermal temperature used. Addition of TEOS at 100 °C was found affecting to the formation of more zeolite peaks and more crystalline zeolite compared without addition of TEOS. However, there are still many peaks that indicating of zeolite A mixture. Crystal sizes obtained at 75, 90 dan 100 °C are 122,19 nm; 48,97 nm; dan 164,22 nm respectively and 163,22 nm for TEOS addition. FTIR spectra shows that all synthesized zeolites have O-T-O group and double ring D6R which belongs to zeolite X.

ABSTRAK

Aditama, S. N. 2015. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Suhu Hidrotermal menggunakan Metode Sol-Gel.** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Tri Kustono Adi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si,

Kata kunci : Abu Vulkanik, Zeolit X, Suhu, Sol-Gel.

Abu vulkanik hasil letusan gunung kelud mengandung silika yang berpotensi untuk dijadikan bahan baku sintesis zeolit X. Zeolit X merupakan jenis zeolit yang memiliki rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang rendah. Adapun tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal dan penambahan bibit (TEOS) sebanyak 1 %.

Sintesis zeolit X dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan komposisi molar 4,5 $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{SiO}_2 : 315 \text{H}_2\text{O}$ yang rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 dan variasi suhu 75, 90, 100 °C serta penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) pada suhu terbaik. Karakterisasi dilakukan dengan analisis XRD dan FTIR. Analisis XRD untuk mengetahui kristalinitas, kemurnian zeolit dan ukuran kristal berdasarkan persamaan *Debye Schererr*. Analisis FTIR untuk mengetahui gugus fungsi zeolit.

Hasil karakterisasi XRD menghasilkan zeolit X dan zeolit A. Puncak zeolit A lebih sedikit seiring dengan bertambahnya suhu hidrotermal. Pada penambahan TEOS pada suhu 100 °C menunjukkan terbentuknya banyak puncak zeolit dan lebih kristalin dibandingkan dengan tanpa penambahan. Namun, banyaknya puncak masih adanya campuran zeolit A. Ukuran kristal pada suhu 75, 90 dan 100 °C berturut-turut yaitu 122,19 nm; 48,97 nm; dan 164,22 nm serta 163,22 nm untuk penambahan TEOS. Hasil analisis FTIR menunjukkan semua hasil sintesis zeolit memiliki gugus O-T-O dan cincin ganda D6R yang merupakan cincin ganda zeolit X.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah berfirman dalam Al-Qur'an surat Shad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا ذَلِكُمْ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

Artinya: “Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya dengan sia-sia. itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka” (QS. Shad: 27).

Menurut tafsir *Al-Mishbah*, ayat ini merupakan petunjuk Allah kepada manusia bahwa langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya seperti udara, mineral alam dan lain-lain yaitu segala ciptaan Allah tidak ada yang sia-sia tanpa hikmah. Pernyataan itu adalah hanya anggapan orang kafir belaka (Shihab, 2002). Ayat ini menjelaskan bahwa Allah swt. telah menciptakan segala sesuatu baik di langit maupun di bumi memiliki manfaat masing-masing. Oleh karena itu, setiap kejadian alam yang dikehendaki oleh Allah hendaknya manusia tidak hanya melihat sebagai bencana tanpa mau merenungi dan berfikir agar menjadi pengembangan ilmu pengetahuan yang bermanfaat bagi kehidupan manusia.

Indonesia merupakan negara kepulauan yang dikelilingi oleh rangkaian pegunungan berapi paling aktif di dunia. Pada tanggal 13 Februari 2014 lalu diperlihatkan peristiwa meletusnya Gunung Kelud. Gunung yang terletak di perbatasan antara Kabupaten Kediri, Blitar, dan Malang. Meletusnya Gunung Kelud ini mengeluarkan beberapa bahan material salah satunya adalah abu vulkanik (Suryani, 2014).

Abu vulkanik Gunung Merapi mengandung silikon dioksida (SiO_2) 54,56 %, aluminium oksida (Al_2O_3) 18,37 %, ferri oksida (Fe_2O_3) 18,59 %, dan kalsium oksida (CaO) 8,33 % yang sudah diteliti oleh Balai Teknik Kesehatan Lingkungan (BTKL) Yogyakarta pada tahun 1994 (Sudaryo dan Sutjipto, 2009). Menurut Zuarida (1999), abu vulkanik Gunung Kelud Jawa Timur mengandung 45,9 % SiO_2 . Kandungan silika yang tinggi pada abu vulkanik dapat dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik dan zeolit sintesis (Rawtani dan Rao, 1989).

Zeolit adalah suatu material anorganik yang berpori berupa kristalin dengan struktur tetrahedral pada kerangka tiga dimensi dari SiO_4 dan AlO_4 yang dihubungkan satu sama lain dengan berbagi atom oksigen untuk membentuk intrakristalin (Rios, dkk, 2012). Berdasarkan proses pembentuknya, zeolit dapat dikelompokkan menjadi dua kelompok besar yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis (Mortimer dan Taylor, 2002). Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Biasanya digunakan sebagai penjernihan air, katalis dan adsorben dengan diaktivasi terlebih dahulu. Sedangkan, zeolit sintesis telah banyak digunakan di industri. Namun, di Indonesia belum banyak diproduksi dan umumnya diperoleh dari impor. Selain itu, kemurnian yang rendah dari zeolit alam menyebabkan pemanfaatannya yang tidak optimal dibandingkan dengan zeolit sintesis (Ulfah, dkk., 2006).

Zeolit X merupakan salah satu tipe zeolit sintesis, yaitu zeolit yang memiliki diameter α -cage (*supercage*) 13 Å dan diameter β -cage (kerangka sodalit) 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi (Thammavong, 2003), dan rasio $2 < \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 < 3$ (Htun, dkk., 2012). Zeolit X

dapat digunakan pada berbagai aplikasi terutama dalam industri pengolahan limbah karena stabilitas yang sangat baik dari struktur kristalnya serta jumlah pori dan luas permukaan yang besar (Kwakyee, 2008). Metode-metode dalam mensintesis jenis zeolit X diantaranya metode sol-gel, metode presipitasi, metode hidrotermal, metode fusi alkali dan lain-lain. Beberapa metode yang ada, metode yang lebih maksimal untuk menghasilkan zeolit X adalah metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan suatu metode sintesis padatan (termasuk material oksida) dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan fasa sol dan gel (Ismunandar, 2006). Selain temperatur yang rendah, metode sol gel memiliki keuntungan lain yaitu derajat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi serta sintesisnya dilakukan hanya satu tahap (Romimoghadam, dkk, 2012).

Metode sol-gel telah dipakai oleh Masoudian, dkk. (2013) untuk mensintesis zeolit X menggunakan bahan sintetis yaitu dari *water glass* sebagai sumber silika dengan komposisi molar 4,5 Na₂O: Al₂O₃: 3 SiO₂: 315 H₂O. Pemeraman dilakukan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi pada suhu 75 °C selama 4 jam dalam oven. Hasil yang diperoleh berupa zeolit X murni. Ansari, dkk. (2014) juga melakukan sintesis zeolit NaX dari bahan silika murni dengan perbandingan molar 5,5 Na₂O: 1 Al₂O₃: 4 SiO₂: 190 H₂O. Penggunaan variasi waktu 0,5; 1; 2; 3 dan 4 jam pada suhu 90 °C. Hasil yang diperoleh adalah Zeolit Na-X dengan kristalinitas 96 % pada selang waktu 4 jam. Ozdemir (2013) telah mensintesis zeolit X dengan bahan baku sintetis lainnya yaitu Na₂SiO₃.5H₂O dan Al₂O₃ pada suhu kristalisasi 100 °C selama 4 jam. Hasilnya berupa zeolit X yang kristalinitasnya sebanding dengan zeolit X komersial. Htun, dkk. (2012) telah mensintesis zeolit X dari sumber silika yang murni dan alumina, komposisi

molarnya 4,2 Na₂O: Al₂O₃: 3 SiO₂: 180 H₂O dengan waktu pengadukan selama 1 jam pada suhu kamar. Proses kristalisasi dilakukan dengan variasi waktu 4; 6; 8; dan 16 jam pada suhu 100 °C. Hasil terbaik sintesis zeolit X murni pada kristalisasi suhu 100 °C dengan waktu 6 jam.

Sintesis zeolit X juga dapat dilakukan dengan bahan alam sebagai bahan baku pembuatannya. Fransus (2012) mensintesis zeolit X dari bahan alam berupa abu layang sebagai sumber silika. Penelitiannya membandingkan sintesis zeolit X menggunakan suhu hidrotermal rendah yakni 25 °C selama 1 bulan menghasilkan zeolit X sekitar 42-55 %. Sedangkan, pada suhu 75 °C selama 24 jam sekitar 55-60 % zeolit X yang terbentuk. Penelitian yang dilakukan oleh Asfadiyah (2014) juga mensintesis zeolit X dari abu ampas tebu dengan komposisi molar 4,5 Na₂O: Al₂O₃: 3 SiO₂: 315 H₂O. Dihasilkan zeolit X serta masih terdapat zeolit A yang intensitas kristalinitasnya semakin kecil dengan besarnya rasio SiO₂/Al₂O₃ yaitu sebesar 2. Purnomo, dkk. (2012) juga menggunakan ampas tebu sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit Na-X dengan suhu hidrotermal 90 °C selama 48 jam terbentuk zeolit Na-X dengan kristalinitasnya rendah.

Zeolit dengan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi dapat dibentuk melalui sintesis hidrotermal dengan memanfaatkan mineral alam Indonesia berkualitas rendah sebagai benih. Namun, bahan baku dari alam sebagai sumber silika menghasilkan zeolit X dengan tingkat kemurnian dan kristalinitasnya yang rendah dibandingkan bahan baku sintetis ataupun bahan dari silika murni. Sehingga, kombinasi benih dengan tambahan sumber silika dan alumina menjadi faktor penentu pembentukan zeolit (Wustoni, 2011). Rahman (2009) mensintesis salah satu zeolit tipe *faujasite* yaitu zeolit Y dengan variasi penambahan bibit

silika. Preparasi dengan penambahan bibit silika dihasilkan zeolit Y murni. Tapi, preparasi tanpa penambahan bibit silika dihasilkan zeolit campuran. Zeolit yang telah disintesis dengan abu sekam padi sebagai sumber silika dengan perbandingan molar $10 \text{ Na}_2\text{O} : 100 \text{ SiO}_2 : 2 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 1800 \text{ H}_2\text{O}$. Hasilnya terbentuk zeolit secara maksimal dan murni dengan penambahan bibit silika sebanyak 1 % dari berat SiO_2 (Putro dan Didik, 2007). Penambahan bibit silika menjadi salah satu pengaruh dalam kemurnian dan maksimalnya sintesis dari zeolit. Selain penambahan bibit silika, suhu hidrotermal juga sebagai penentu terbentuknya zeolit X murni. Perlakuan suhu hidrotermal mempunyai efek pada sintesis zeolit, dari beberapa sistem zeolit yang mana perlakuan suhu hidrotermal bisa dilakukan untuk mengganti tipe dari zeolit yang terbentuk (Konde, 2007).

Berdasarkan kajian suhu yang berbeda, penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit X pada variasi suhu 75, 90, dan 100 °C dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2. Kemudian hasil sintesis akan dikarakterisasi dengan instrumentasi XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengidentifikasi tingkat kristalinitas dan kemurnian hasil sintesis, FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) untuk mengetahui gugus fungsi zeolit X sintesis. Hasil terbaik dari sintesis zeolit X tersebut akan dibandingkan dengan sintesis zeolit X penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) yang merupakan sumber penambahan bibit silika. Perbandingan sintesis zeolit X dengan sintesis zeolit X yang ditambahkan bibit silika (TEOS) ini untuk mengetahui pengaruh terhadap kemurnian dan kristalinitas zeolit X yang terbentuk.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang sudah diuraikan, rumusan masalah pada penelitian ini diantaranya

1. Bagaimana karakter zeolit X hasil sintesis dari abu vulkanik Gunung Kelud menggunakan metode sol-gel dengan variasi suhu hidrotermal?
2. Bagaimana karakter zeolit X hasil sintesis dari abu vulkanik Gunung Kelud dengan penambahan bibit silika menggunakan metode sol-gel?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah

1. Untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dari abu vulkanik Gunung Kelud menggunakan metode sol-gel dengan variasi suhu hidrotermal.
2. Untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dari abu vulkanik Gunung Kelud dengan penambahan bibit silika menggunakan metode sol-gel.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah penelitian ini meliputi:

1. Sumber silika yang digunakan untuk sintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud daerah Desa Pandesari RT 15 RW 01 Kecamatan Pujon Kabupaten Malang dengan radius 20,4 km dari Gunung Kelud.
2. Parameter yang digunakan adalah variasi suhu hidrotermal diantaranya 75°, 90° dan 100°C.
3. Rasio molar dari $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yaitu sebesar 2.

4. Karakterisasi yang digunakan pada hasil sintesis zeolit adalah XRD (*X-Ray Diffraction*), dan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*).
5. Penambahan bibit silika yang digunakan adalah TEOS (*Tetraethoxysilane*).

1.5 Manfaat Penelitian

1.5.1 Bagi Penulis

Dapat mengetahui hubungan langsung antara ilmu kimia teoritis dan praktis khususnya pada proses sintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud yang telah diperoleh selama penelitian.

1.5.2 Bagi Masyarakat

Dapat memberikan informasi tentang proses sintesis zeolit X dari abu vulkanik letusan Gunung Kelud yang efektif dengan variasi suhu hidrotermal, sehingga masyarakat lebih dapat memanfaatkan abu vulkanik tersebut.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Definisi Umum Abu Vulkanik

Abu vulkanik merupakan hasil dari erupsi Gunung Merapi dan juga suatu mineral batuan termasuk material *glass* yang mempunyai ukuran sebesar pasir dan krikil dengan diameter (kurang lebih 2 mm/ 0,5 inchi). Abu vulkanik berbeda sekali dengan produk pembakaran seperti abu terbang contohnya hasil pembakaran baik dari kayu, daun maupun kertas. Abu vulkanik memiliki sifat sangat keras dan tidak larut di dalam air sehingga seringkali sangat *abrasive* dan sedikit korosif serta mampu menghantarkan listrik ketika dalam keadaan basah (Bayuseno, 2010).

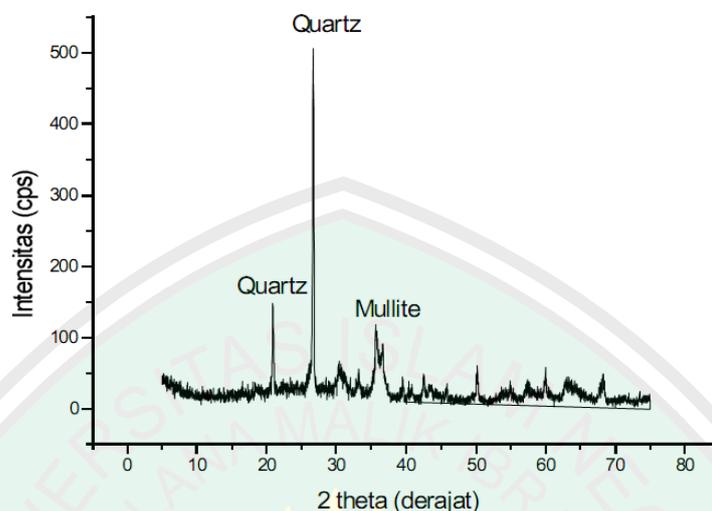
Komposisi kimia abu vulkanik merapi kandungan oksida abu vulkanik disajikan dalam Tabel 2.1 (Kusumastuti, 2012):

Tabel 2.1 Komposisi Kimia Abu Vulkanik Merapi

Kandungan Oksida Abu Vulkanik	Jumlah (%)
SiO ₂	45,70
Al ₂ O ₃	14,00
K ₂ O	3,86
CaO	16,10
Fe ₂ O ₃	18,20
TiO ₂	1,40
V ₂ O ₅	0,07
MnO	0,47
CuO	0,05
BaO	0,24

Analisis kandungan fasa mineral pada abu vulkanik dengan menggunakan metode XRD menunjukkan bahwa abu vulkanik merupakan material amorf

dengan kandungan utama mineral *quartz* dan *mullite* seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



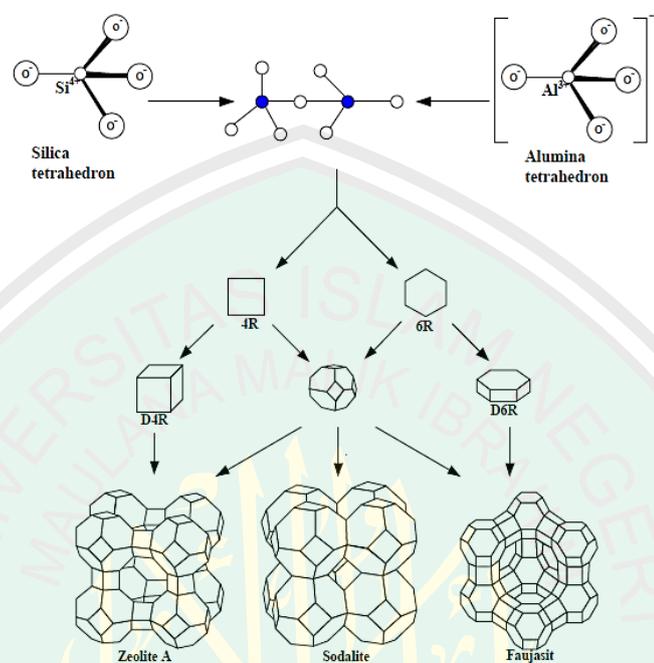
Gambar 2.1 Fasa mineral pada abu vulkanik dengan menggunakan metode XRD (*X-ray Diffraction*) (Kusumastuti, 2012)

Saat ini abu vulkanik telah diketahui memiliki kandungan silika yang tinggi. Hal ini diperoleh dari adanya penelitian Menurut Zuarida (1999), abu vulkanik Gunung Kelud Jawa Timur mengandung 45,9% SiO_2 . Kandungan Silika yang tinggi pada abu vulkanik dapat dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik, zeolit sintesis (Rawtani dan Rao, 1989), katalis dan berbagai jenis komposit organik-anorganik (Sun dan Gong, 2001; Kim, dkk., 2004).

2.2 Definisi dan Kegunaan Zeolit X

Zeolit X merupakan salah satu tipe zeolit sintesis, yaitu zeolit yang memiliki diameter α -cage (*supercage*) 13 Å dan diameter β -cage (kerangka sodalit) 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi (Thammavong, 2003). Sedangkan, rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ biasanya antara 2 sampai dengan 3 (Htun, dkk., 2012). Perbedaan antara zeolit X dengan zeolit jenis lainnya

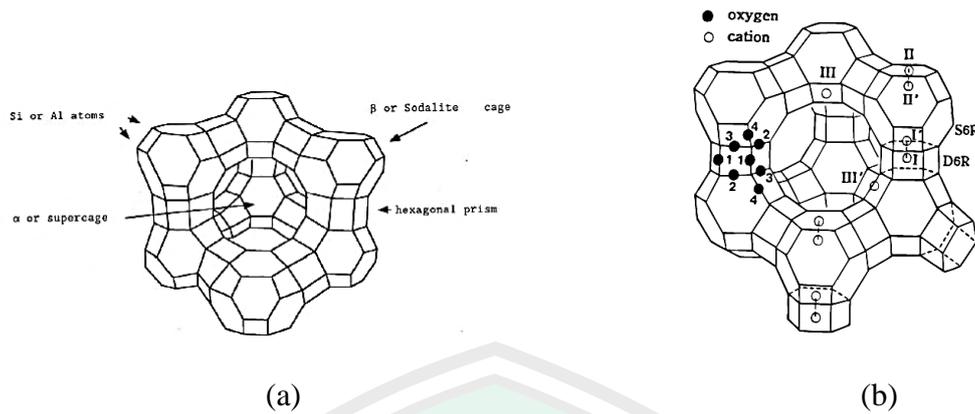
dapat dilihat dari jumlah cincin pada SBU (*Secondary Building Unit*) atau unit pembangun kedua, misalnya zeolit A memiliki 8 cincin, zeolit *faujasite* memiliki 12 cincin (Wang, dkk., 2013). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Unit Struktural dari Zeolit A, *Sodalite* dan *Faujasite* (Wang, dkk., 2013)

Kerangka dari zeolit X didasarkan atas unit pembangun kedua yaitu cincin ganda lingkaran 6 (unit D6R). Zeolit ini dibangun oleh unit *sodalite* dihubungkan oleh unit D6R atau prisma *hexagonal*. Diameter pori-pori mempunyai struktur bangun yang oktahedral pada titik I, II dan III, dimana menunjukkan posisi dari kation Natrium yang berfungsi sebagai bagian yang bertukar ion atau situs yang dapat berpindah dengan adanya ion lain (Widayat, dkk., 2012), seperti yang terlihat pada Gambar 2.3.

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 X digunakan secara komersial



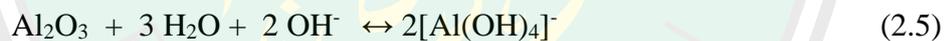
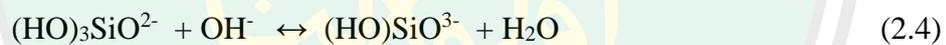
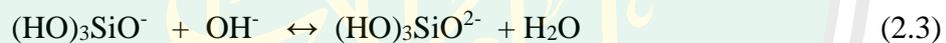
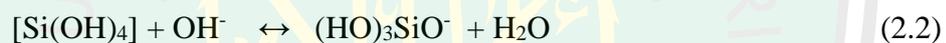
Gambar 2.3 (a) Struktur zeolit X (Kenneth dan Kieu, 1991) dan (b) Kerangka zeolit X (Yeom, dkk., 1997)

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 $7,3 \text{ \AA}$ dan KTK (Kapasitas Tukar Kation) tinggi sebesar 5 meq/g , yang membuat zeolit ini dapat digunakan sebagai ayakan molekuler dan bahan penukar kation tinggi. Zeolit ini selain dapat digunakan sebagai penukar ion juga dapat berfungsi sebagai katalis. Ebitani, dkk. (2000) telah melakukan penelitian penggunaan katalis zeolit X yang dikapsulkan dengan tembaga /kupri klorida untuk proses oksidasi senyawa amina. Proses oksidasi dilangsungkan dengan adanya molekul oksigen.

2.3 Sintesis Zeolit X

Ditinjau secara komersial, Proses pembuatan zeolit terbagi menjadi tiga kelompok yaitu pembuatan zeolit dari gel reaktif aluminosilika 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 (Yvonne dan Thompson, 2002). NaOH (natrium hidroksida) merupakan salah satu aktivator karena NaOH berfungsi untuk mereaksikan unsur-unsur Al dan Si dengan menambah ion Na⁺. Prekursor (Al dan Si) dan aktivator akan bersintesa membentuk material padat melalui proses polimerisasi. Polimerisasi yang terjadi adalah disolusi yang diikuti oleh polikondensasi. Reaksi Al dan Si dengan alkali akan menghasilkan Al(OH)₄⁻ dan Si(OH)₄. Berikut reaksi disolusi ion aluminat dan monomer silikat (Septia, 2011) :



Pada disolusi alumina, OH dikonsumsi untuk menghidrolisis unsur Al untuk membentuk anion aluminat Al(OH)₃. Maka, untuk mencapai disolusi yang sempurna pada pembentukan monomer alumina dan silikat dibutuhkan larutan alkali aktivator yang mencukupi (Septia, 2011).

Metode-metode dalam mensintesis jenis zeolit X diantaranya metode sol-gel dan metode presipitasi. Namun dari beberapa metode yang ada, metode yang lebih maksimal untuk menghasilkan zeolit X adalah metode sol-gel. Selain itu, metode sol gel memiliki keuntungan yaitu derajat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi serta sintesisnya dilakukan satu tahap (Romimoghadam, dkk, 2012).

Metode sol-gel telah dipakai oleh Masoudian, dkk. (2013) untuk mensintesis zeolit X menggunakan bahan sintetis yaitu dari *water glass* sebagai sumber silika dengan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$. Pemeraman dilakukan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi pada suhu $75 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam dalam oven. Hasil yang diperoleh berupa zeolit X murni. Ansari, dkk. (2014) juga melakukan sintesis zeolit NaX dari bahan silika murni dengan perbandingan molar $5,5 \text{ Na}_2\text{O} : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 4 \text{ SiO}_2 : 190 \text{ H}_2\text{O}$. Penggunaan variasi waktu 0,5; 1; 2; 3 dan 4 jam pada suhu $90 \text{ }^\circ\text{C}$. Hasil yang diperoleh adalah Zeolit Na-X dengan kristalinitas 96 % pada selang waktu 4 jam. Ozdemir (2013) telah mensintesis zeolit X dengan bahan baku sintetis lainnya yaitu $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ dan Al_2O_3 pada suhu kristalisasi $100 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam. Hasilnya berupa zeolit X yang kristalinitasnya sebanding dengan zeolit X komersial. Htun, dkk. (2012) telah mensintesis zeolit X dari sumber silika yang murni dan alumina, komposisi molarnya $4,2 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 180 \text{ H}_2\text{O}$ dengan waktu pengadukan selama 1 jam pada suhu kamar. Proses kristalisasi dilakukan dengan variasi waktu 4; 6; 8; dan 16 jam pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$. Hasil terbaik sintesis zeolit X murni pada kristalisasi suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$ dengan waktu 6 jam.

Sintesis zeolit X juga dapat dilakukan dengan bahan alam sebagai bahan baku pembuatannya. Franus (2012) mensintesis zeolit X dari bahan alam berupa abu layang sebagai sumber silika. Penelitiannya membandingkan sintesis zeolit X menggunakan suhu hidrotermal rendah yakni $25 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 1 bulan menghasilkan zeolit X sekitar 42-55 %. Sedangkan, pada suhu $75 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 24 jam sekitar 55-60 % zeolit X yang terbentuk. Penelitian yang dilakukan oleh Asfadiyah (2014) juga mensintesis zeolit X dari abu ampas tebu dengan komposisi molar

4,5 Na₂O: Al₂O₃: 3 SiO₂: 315 H₂O. Dihasilkan zeolit X serta masih terdapat zeolit A yang intensitas kristalinitasnya semakin kecil dengan besarnya rasio Si/Al yaitu sebesar 2. Purnomo, dkk. (2012) juga menggunakan ampas tebu sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit Na-X dengan suhu hidrotermal 90 °C selama 48 jam terbentuk zeolit Na-X dengan kristalinitasnya rendah.

Zeolit dengan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi dapat dibentuk melalui sintesis hidrotermal dengan memanfaatkan mineral alam Indonesia berkualitas rendah sebagai benih. Namun, bahan baku dari alam sebagai sumber silika menghasilkan zeolit X dengan tingkat kemurnian dan kristalinitasnya yang rendah dibandingkan bahan baku sintetis ataupun bahan dari silika murni. Sehingga, kombinasi benih dengan tambahan sumber silika dan alumina menjadi faktor penentu pembentukan zeolit (Wustoni, 2011). Rahman (2009) mensintesis salah satu zeolit tipe *faujasite* yaitu zeolit Y dengan variasi penambahan bibit silika. Preparasi dengan penambahan bibit silika dihasilkan zeolit Y murni. Tapi, preparasi tanpa penambahan bibit silika dihasilkan zeolit campuran. Zeolit yang telah disintesis dengan abu sekam padi sebagai sumber silika dengan perbandingan molar 10 Na₂O : 100 SiO₂: 2 Al₂O₃: 1800 H₂O. Hasilnya terbentuk zeolit secara maksimal dan murni dengan penambahan bibit silika sebanyak 1 % berat SiO₂ (Putro dan Didik, 2007). Penambahan bibit silika menjadi salah satu pengaruh dalam kemurnian dan maksimalnya sintesis dari zeolit. Selain penambahan bibit silika, suhu hidrotermal juga sebagai penentu terbentuknya zeolit X murni. Perlakuan suhu hidrotermal mempunyai efek pada sintesis zeolit, dari beberapa sistem zeolit yang mana perlakuan suhu hidrotermal bisa dilakukan untuk mengganti tipe dari zeolit yang terbentuk (Konde, 2007).

Hidrotermal merupakan suatu proses pemanasan pada temperatur relatif tinggi (± 100 °C) yang melibatkan air dalam wadah yang tertutup. Wadah tertutup inilah yang menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan didalamnya. Maka, komposisi larutan tetap terjaga tanpa adanya pengurangan akibat pemanasan tersebut (Oye, dkk., 2001). Hidrotermal adalah proses kristalisasi dalam sintesis zeolit, proses ini dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor (Szostak, 1989), yaitu:

1. Komposisi larutan, yang terdiri dari $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $[\text{OH}^-]$, kation anorganik dan organik, anion (selain $[\text{OH}^-]$), $[\text{H}_2\text{O}]$.
2. Waktu kristalisasi.
3. Suhu kristalisasi.
4. Beberapa faktor pengadukan, misalnya senyawa tambahan, jenis pengaduk, tipe arah pengadukan.

Suhu berperan penting dalam sintesis zeolit X. Sehingga, Penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit X pada variasi suhu 75, 90, dan 100 °C dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2. Hasil terbaik dari sistesis zeolit X tersebut akan dibandingkan dengan sintesis zeolit X penambahan TEOS (*tetraethokxysilane*) yang merupakan sumber penambahan bibit silika.

2.4 Metode Sol-Gel

Metode sol-gel merupakan suatu metode sintesis padatan (termasuk material oksida) dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan fasa sol dan gel (Ismunandar, 2006). Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid. Sedangkan, gel merupakan padatan yang

tersusun dari fasa cair dan padat. Namun, kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel sendiri dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu yang rendah. Proses tersebut, terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel).

Metode sol-gel memiliki beberapa keuntungan 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

Proses sol-gel terbagi ke dalam 4 tahap, yaitu hidrolisis, kondensasi, pematangan (*aging*), dan kalsinasi (Alfaruqi, 2008):

1. Hidrolisis

Logam alkoksida merupakan suatu prekursor yang populer karena logam tersebut bereaksi sangat cepat dengan air. Reaksi inilah yang disebut dengan reaksi hidrolisis, karena ion hidroksil menyerang atom logam. Seperti reaksi berikut ini (Brinker dan Scherer, 1990):



Salah satu faktor yang berpengaruh terhadap proses hidrolisis yaitu rasio air/prekursor. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis. Reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat (Alfaruqi, 2008).

2. Kondensasi

Tahap ini terjadi suatu proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer. Dibeberapa kasus, produk samping dari reaksi ini berupa air atau alkohol (Alfaruqi, 2008). Persamaan reaksinya yaitu (Brinker dan Scherer, 1990):



3. Pematangan (*aging*)

Proses pematangan gel atau bisa dikenal dengan *aging*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan *gel* yang lebih kaku, kuat dan menyusut didalam larutan (Alfaruqi, 2008).

4. Kalsinasi

Tahap terakhir ialah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol-gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi (Alfaruqi, 2008).

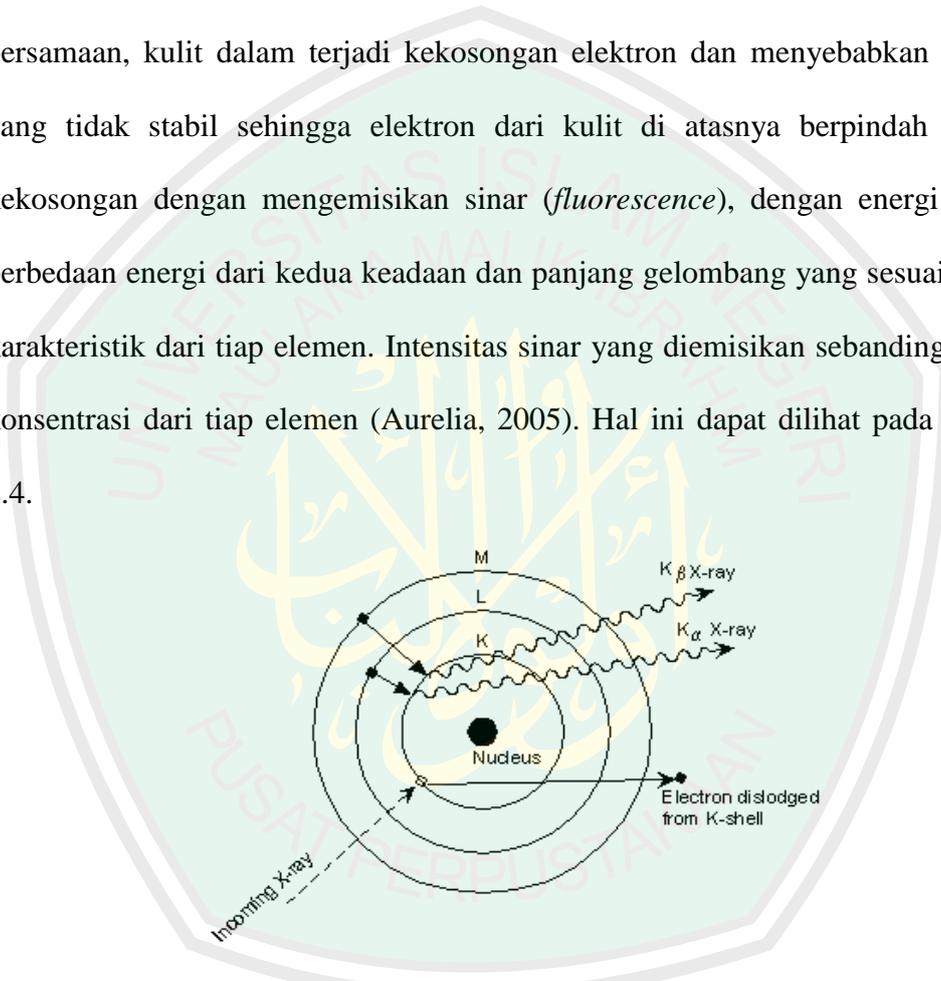
2.5 Karakterisasi Sintesis Zeolit X

2.5.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan instrumen yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel dengan menggunakan metode spektrometri. XRF biasanya digunakan untuk menganalisa elemen dengan kemampuan yang unik, antara lain dapat menentukan elemen utama dengan akurasi yang tinggi dan analisis kualitatif terhadap sampel dilakukan tanpa menggunakan standar serta minimalnya preparasi terhadap sampel. Limit deteksi untuk mendeteksi elemen berat sekitar 10 – 100 ppm,

sedangkan untuk elemen yang lebih ringan daripada natrium sangat sulit bahkan tidak mungkin terdeteksi (Aurelia, 2005).

Prinsip kerja XRF adalah foton yang memiliki energi tinggi (*X-rays*) menembak elektron pada kulit dalam (biasanya kulit K atau L) yang menyebabkan elektron tersebut berpindah ke lapisan kulit luarnya. Pada saat yang bersamaan, kulit dalam terjadi kekosongan elektron dan menyebabkan keadaan yang tidak stabil sehingga elektron dari kulit di atasnya berpindah mengisi kekosongan dengan mengemisikan sinar (*fluorescence*), dengan energi sebesar perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang yang sesuai dengan karakteristik dari tiap elemen. Intensitas sinar yang diemisikan sebanding dengan konsentrasi dari tiap elemen (Aurelia, 2005). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.4.



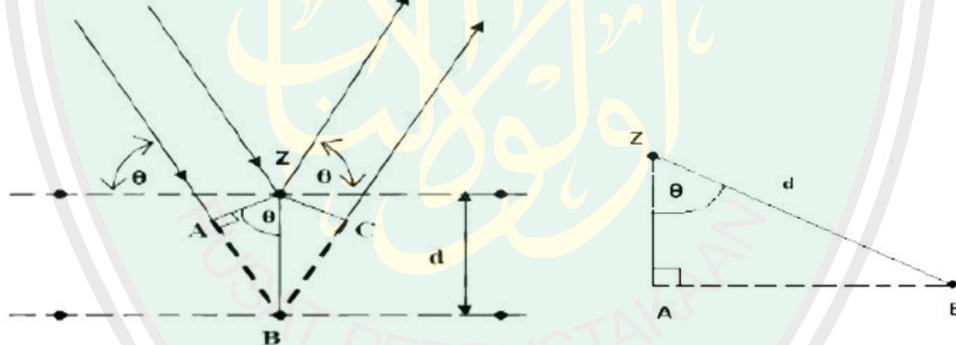
Gambar 2.4 Prinsip XRF (Fansuri, 2010)

2.5.2 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD dapat digunakan untuk analisis komposisi fasa atau senyawa pada material dan juga karakterisasi kristal. Prinsip dasar XRD adalah mendifraksi cahaya yang melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal ini

dapat terjadi apabila difraksi tersebut berasal dari radius yang memiliki panjang gelombang yang setara dengan jarak antar atom, yaitu sekitar 1 Angstrom (Alfaruqi, 2008). Fase padatan sintesis diidentifikasi dengan membandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari *collection of simulated XRD powder patterns for zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001; Cheng, dkk., 2005).

Suatu kristal yang dikenai oleh sinar-X tersebut berupa material (sampel), sehingga intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling meniadakan (interferensi destruktif) dan ada juga yang saling menguatkan (interferensi konstruktif) (Grant dan Suryanayana, 1998). Interferensi konstruktif ini merupakan peristiwa difraksi seperti pada Gambar 2.6 (Alfaruqi, 2008):



Gambar 2.5 Ilustrasi difraksi sinar-X pada XRD

Berdasarkan gambar 2.5 dapat dideskripsikan sebagai berikut. Sinar datang yang menumbuk pada titik pada bidang pertama dan dihamburkan oleh atom z. Sinar datang yang kedua menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom B, sinar ini menempuh jarak $AB + BC$ bila dua sinar tersebut paralel dan satu fasa (saling menguatkan). Jarak tempuh ini merupakan kelipatan (n) panjang gelombang (λ), sehingga persamaan menjadi:

$$n \lambda = AB + BC \quad (2.8)$$

Dari Gambar 2.5 terlihat bahwa :

$$AB = d \sin \theta \quad (2.9)$$

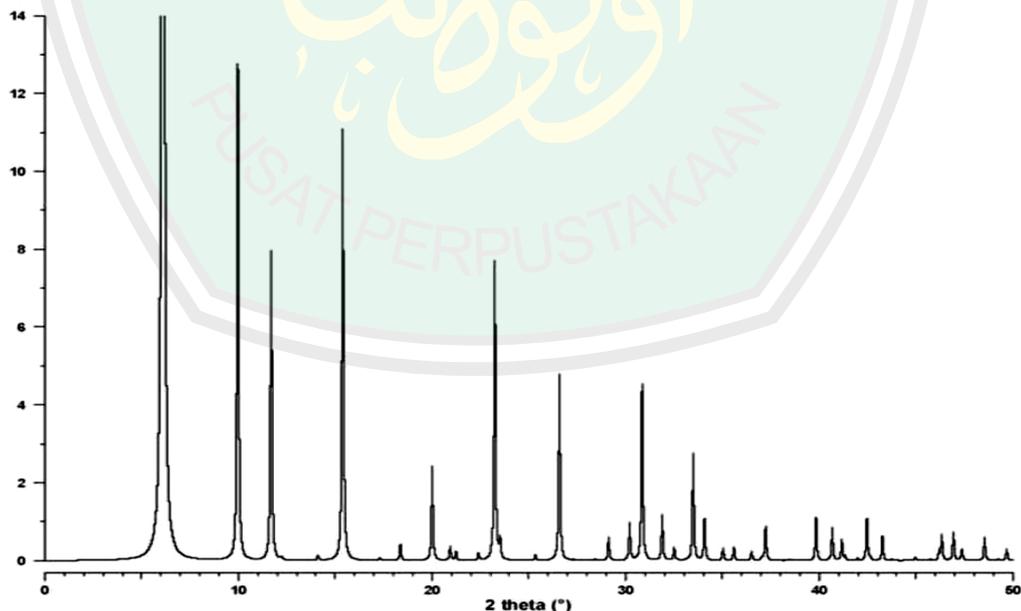
karena $AB = BC$ persamaan menjadi :

$$n \lambda = 2 AB \quad (2.10)$$

Substitusi persamaan menjadi :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.11)$$

Persamaan 2.11 diatas, dengan mengetahui panjang gelombang sinar-X (λ) dan sudut datang pada bidang kisi (θ), maka jarak antara dua bidang planar kristal (d_{001}) dapat diketahui. Sinar-X yang mengenai bidang kristal akan terhambur ke segala arah, agar terjadi interferensi konstruktif antara sinar yang terhambur dan beda jarak lintasnya maka harus memenuhi pola $n\lambda$ (Taqiyah, 2012).



Gambar 2.6 Karakterisasi zeolit X dari literatur dengan analisa XRD (Treacy dan Higgins, 2001)

Dari hasil XRD zeolit X literatur pada Gambar 2.7, diketahui bahwa tiga puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$, $10,7^\circ$, dan $15,4^\circ$ (Ulfah, dkk., 2006).

Difraksi sinar X dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal (*crystallite size*). Ukuran kristal (*crystallite size*) dapat dihitung dengan nilai intensitas, 2θ , dan FWHM yang dihasilkan dari uji XRD. Penentuannya merujuk pada puncak-puncak utama pola difraktogram melalui pendekatan persamaan *Debye Scherrer* yang dirumuskan (Masruroh, dkk., 2010):

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.12)$$

Keterangan:

D = ukuran kristal

K = faktor bentuk dari kristal (0,9-1)

λ = panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å)

β = nilai dari Full Width at Half Maximum (FWHM) (rad)

θ = sudut difraksi (derajat)

Data hasil analisis XRD juga dapat dilakukan *refinement* (penghalusan) dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica*. Pada dasarnya metode *Le Bail* membandingkan parameter kisi standar dengan parameter kisi hasil sintesis. Kemiripan nilai parameter kisi yang dihasilkan dari metode *Le Bail* dengan parameter kisi standar merupakan indikator bahwa struktur hasil sintesis memiliki struktur mirip dengan standar (Noviyanti, dkk., 2013). Menurut Wijayanti (2007) menyatakan bahwa kualitas penghalusan dengan teori kuadrat terkecil dipengaruhi nilai residu yaitu residu profil (R_p), residu profil berbobot atau *weighted profile* (R_{wp}), residu Bragg (R_B), dan *goodness of fit* atau GOF (χ^2).

Residu profil (R_p) dan residu profil berbobot (R_{wp}) menentukan kualitas penghalusan yang dilakukan, semakin kecil nilai residu yang didapat maka semakin baik proses refinement dikarenakan banyak kecocokan antara data teoritis dengan data observasi (Putra dan priyono, 2015). *Goodness of fit* (GOF) adalah suatu model statistika yang menggambarkan kecocokan antara eksperimen dengan standar. Indikasi GOF menyimpulkan ketidaksesuaian antara nilai eksperimen dengan standar (Olivares dan Forero, 2010).

Persamaan residual sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$R_p = \frac{\sum_i |I_{io} - I_{ic}|}{\sum_i I_{io}} \quad (2.13)$$

Persamaan *weighted profile* (R_{wp}) sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$R_{wp} = \left[\frac{\sum_i w_i (I_{io} - I_{ic})^2}{\sum_i w_i I_{io}^2} \right]^{1/2} \quad (2.14)$$

Persamaan residu Bragg untuk intensitas refleksi keseluruhan sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$R_B = \frac{\sum_k |I_{ko} - I_c|}{\sum_k I_{ko}} \quad (2.15)$$

Persamaan matematis *goodness of fit* (GOF) atau χ^2 yang merupakan indikator keberhasilan penghalusan sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$GOF = \left[\frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right]^2 \quad (2.16)$$

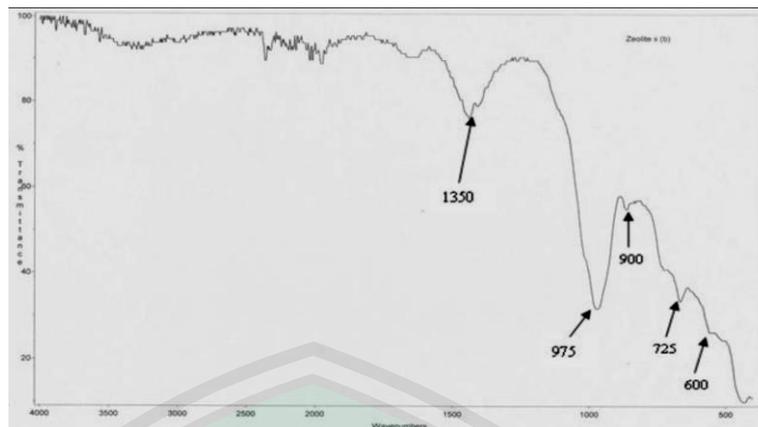
Menurut Kisi (1994) proses penghalusan sebaiknya dihentikan jika:

- Terdapat kesesuaian antara pola difraksi hasil eksperimen dengan teoritis.
- Nilai faktor R_p , R_{wp} dan GOF dapat diterima.
- Semua parameter yang dihaluskan memiliki arti fisis.

2.4.3 *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

FTIR adalah kependekan dari *Fourier Transform Infra-Red*, yaitu metode analisis material dengan menggunakan spektroskopi sinar infra merah. Sinar infra merah memiliki rentang panjang gelombang dari 2.5 μm sampai 25 μm . Adapun frekuensi sinar infra merah memiliki rentang dari 400 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} . Pengujian FTIR memiliki 3 fungsi, yaitu (1) untuk mengidentifikasi material yang belum diketahui, (2) untuk menentukan kualitas sampel, dan (3) untuk menentukan intensitas suatu komponen dalam sebuah campuran. FTIR menghasilkan data berupa grafik intensitas dan frekuensi. Intensitas menunjukkan tingkatan jumlah senyawa sedangkan frekuensi menunjukkan jenis senyawa yang terdapat dalam sebuah sampel (Alfaruqi, 2008).

Spektroskopi inframerah seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain, maka molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila menyerap radiasi 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 2.7 Spektra FTIR zeolit X (Kiti, 2012)

Gambar 2.7 merupakan gambar spektrum IR zeolit X yang menunjukkan adanya serapan IR yang kuat di daerah spektral 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} . Hal ini seperti yang disajikan oleh Kwakye (2008) dalam Tabel 2.1, dimana T merupakan Si atau Al:

Tabel 2.2 Ketentuan IR secara umum (Flanigen, dkk., 1991)

Vibrasi internal	
<i>Asymmetric Stretch</i>	1250 – 950
<i>Symmetric Stretch</i>	720 – 650
Ikatan T – O	500 – 420
Vibrasi eksternal	
Cincin Ganda	650 – 500
Pori Terbuka	420 – 300
<i>Symmetric Stretch</i>	750 – 820
<i>Asymmetric Stretch</i>	1150 – 1050

2.6 Sintesis dan Karakterisasi dalam Prespektif Islam

Al-Qur'an yang bersifat kontekstual dan universal memerintahkan manusia untuk mempelajari setiap kandungan ayatnya agar mengetahui pengetahuan alam semesta. Al-Qur'an menunjukkan skema bayangan warna yang ditemukan tidak hanya pada makhluk hidup (manusia, hewan, tumbuh-tumbuhan),

tetapi tampak pula dalam bebatuan dan barang-barang tambang (mineral), sesuai firman Allah dalam surah Fathir ayat 27.

أَلَمْ تَرَ أَنَّ اللَّهَ أَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ ثَمَرَاتٍ مُخْتَلِفًا أَلْوَانُهَا وَمِنَ الْجِبَالِ جُدَدٌ بِيضٌ
وَحُمْرٌ مُخْتَلِفٌ أَلْوَانُهَا وَغَرَابِيبُ سُودٌ ﴿٢٧﴾

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

Ayat ini menjelaskan tentang bukti-bukti kekuasaan Allah. Isinya adalah ajakan kepada setiap orang untuk berfikir dan memperhatikan ciptaan Allah yang beragam dan beraneka macam. Keanekaragaman itu terjadi tidak hanya pada buah-buahan, melainkan juga gunung-gunung yang memiliki jalur dan garis-garis yang terlihat berwarna putih, merah, dan terlihat hitam pekat. Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan adanya perbedaan materi-materi yang dikandung oleh bebatuan gunung-gunung itu. Jika besi, maka warna dominannya adalah merah; materinya batubara warna dominannya hitam; jika materinya perunggu, maka gunung tersebut berwarna kehijauan, dan seterusnya. Meskipun bentuknya beraneka macam, tapi berasal dari materi yang satu dalam perut bumi. Semua itu bertujuan untuk kemudahan dan pemanfaatan umat manusia (Shihab, 2002). Allah menciptakan gunung-gunung yang kelihatan seperti garis-garis, ada yang kelihatan putih, merah dan hitam pekat. Perbedaan warna ini terutama dicirikan oleh perbedaan susunan mineralogisnya. Mineral berwarna putih antara lain alumino-silika, berwarna merah antara lain besi oksida (*hematit*), dan mineral-mineral yang lain (Departemen Agama RI, 2010). Ayat ini menunjukkan bahwa kandungan material seperti alumino-silika sudah ada di dalam gunung sejak dulu

diisyaratkan dengan warna yang kelihatan putih. Pada saat Gunung Kelud meletus, maka material yang ada di dalam Gunung Kelud akan dikeluarkan. Salah satunya abu vulkanik. Abu vulkanik memiliki kandungan SiO₂ yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit X.

Sintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud merupakan salah satu usaha manusia untuk mampu berfikir mengenai segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah. Sehingga, bahan alam yang ada menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat. Sebagai manusia yang bertakwa kepada Allah, manusia hendaknya selalu senantiasa memperhatikan, merenungkan dan memikirkan segala bentuk ciptaan-Nya baik di langit, bumi maupun di antara keduanya. Hal ini dipertegas oleh firman Allah dalam Q.S Ali Imran Ayat 190 – 191.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ
 اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطِيلًا
 سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya:

190. “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal.*”
191. “*(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan 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."*”

Ulul albab (orang-orang yang berakal) Yang dimaksud adalah orang-orang yang mendalami pemahamannya, berpikir tajam, serta mau menggunakan pikirannya, mengambil manfaat dari apa yang telah diciptakan oleh Allah Swt dan senantiasa mengingat Allah Swt dalam keadaan apapun, baik dalam keadaan

berdiri, duduk maupun berbaring (Shihab, 2002). Selain itu, ayat tersebut juga menerangkan bahwa tidak ada ciptaan Allah Swt yang sia-sia atau tidak memiliki manfaat. Abu vulkanik termasuk salah satu ciptaan Allah yang terkandung di dalam gunung. serta, abu vulkanik dapat mempunyai nilai ekonomis yang tinggi apabila di proses menjadi zeolit yang nantinya berfungsi sebagai penjernihan air, katalis dan lain-lain.



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Mei sampai bulan Agustus 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi dan Laboratorium Bioteknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang dan Laboratorium Energi 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, neraca analitik, botol *polypropilena*, pengaduk magnet, spatula, cawan porselen, lemari asam, *hot plate*, oven, botol akuades, pH universal, *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR, Shimadzu 8400), *X-Ray Diffraction* (XRD, Philip E'xpert Pro), *X-Ray Fluorosence* (XRF, PANanalytical type minipal 4).

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Abu Vulkanik Gunung Kelud sebagai sumber silika, akuades, natrium hidroksida (NaOH) p.a 99 %, aluminat (Al_2O_3) p.a sebagai sumber alumina, asam klorida (HCl) *Merck* 37 %, kertas saring dan *tetraethokxysilane* (TEOS) *Aldrich* 98 % yang merupakan sumber penambahan bibit silika.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah untuk mengetahui karakter sintesis zeolit X dari abu vulkanik menggunakan metode sol-gel dengan variasi suhu hidrotermal. Sintesis zeolit X ini menggunakan metode dari Masoudian, dkk. (2013) yang menggunakan komposisi molar 4,5 Na₂O: Al₂O₃: 3 SiO₂: 315 H₂O. Kemudian *distirrer* selama 30 menit, lalu dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi pada variasi suhu hidrotermal 75, 90, dan 100 °C selama 4 jam dalam oven. Selanjutnya padatan yang terbentuk dikeringkan dalam oven selama semalam pada suhu 120 °C. Zeolit X juga disintesis dengan penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) menggunakan metode yang sama dan pemilihan hasil suhu hidrotermal yang terbaik. Hasil sintesis zeolit X akan dianalisis menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengidentifikasi tingkat kristalinitas dan kemurnian hasil sintesis dan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) untuk mengetahui gugus fungsi zeolit X sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Pengambilan sampel (abu vulkanik Gunung Kelud)
2. Preparasi abu vulkanik
3. Karakterisasi
 - a. Karakterisasi abu vulkanik dengan XRF (*X-Ray Fluorescence*)
 - b. Karakterisasi abu vulkanik dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)
4. Sintesis zeolit X pada variasi suhu 75, 90 dan 100 °C

5. Sintesis zeolit X dengan penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) pada suhu terbaik
6. Karakterisasi
 - a. XRD (*X-Ray Diffraction*)
 - b. FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)
7. Analisis data.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Pengambilan Sampel Abu Vulkanik Gunung Kelud

Pengambilan sampel abu vulkanik Gunung Kelud diambil dari Desa Pandesari RT 15 RW 01 Kecamatan Pujon Kabupaten Malang dengan radius 20,4 km dari Gunung Kelud. Letaknya berada di bagian barat daya dari Gunung Kelud. Tata letak pengambilannya atau posisi terhadap Gunung Kelud dapat digambarkan seperti pada Gambar 3.1 yang terdapat dalam lampiran 7.

3.5.2 Preparasi Abu Vulkanik (Pratomo, dkk., 2013)

Pengambilan silika dari abu vulkanik dapat dilakukan dengan cara abu vulkanik dijemur di bawah terik matahari selama 2 hari agar kering. Diayak dengan ayakan 200 mesh untuk menghilangkan kotoran (pasir atau kerikil) yang mungkin ada saat proses pengambilan. Abu vulkanik kemudian dicuci menggunakan HCl 1 M dengan perbandingan (1:10 (*b/v*)) dan *distirrer* pada suhu ruang selama 2 jam.

Hasil pencucian, didekantasi dan dioven pada suhu 105 °C selama 24 jam untuk menghilangkan kelebihan kadar air, kemudian didinginkan pada suhu kamar. Selanjutnya abu vulkanik dikarakterisasi menggunakan XRF untuk

mengetahui persentase dari SiO_2 serta menggunakan XRD untuk melihat tingkat kristalinitasnya SiO_2 .

3.5.3 Sintesis Zeolit X dari Abu Vulkanik (Masoudian, dkk. 2013)

Bahan dengan komposisi molar yaitu: 4,5 Na_2O : Al_2O_3 : 3 SiO_2 : 315 H_2O . Prekursor awal dibuat dengan komposisi 10,2 gram SiO_2 ; 7,27 gram NaOH ; 3,06 gram Al_2O_3 , masing-masing bahan dilarutkan dengan H_2O . Total H_2O keseluruhan untuk melarutkan semua bahan adalah 112 gram. Masing-masing larutan dicampurkan menjadi satu yang selanjutnya disebut dengan larutan campuran. Setelah itu, *distirrer* selama 30 menit sampai campuran homogen. Kemudian campuran tersebut dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang. Selanjutnya campuran tersebut dipindahkan ke dalam botol *polypropilen* tertutup dan dikristalisasi dalam oven selama 4 jam pada variasi suhu 75, 90, dan 100 °C. Kristal zeolit yang terbentuk, masing-masing disaring menggunakan corong *buchner* dan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat < 10, kemudian padatan zeolit tersebut dikeringkan pada suhu 120 °C selama semalam dalam oven. Selanjutnya produk sintesis dilakukan karakterisasi. Sintesis zeolit X dilakukan dengan metode yang sama dengan penambahan bibit silika. Penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) sebanyak 1 % dari berat SiO_2 pada larutan campuran sebelum *distirrer*. Suhu hidrotermal yang digunakan adalah suhu hidrotermal terbaik hasil sintesis zeolit X dari variasi 75, 90, dan 100 °C. Komposisi masing-masing bahan reaktan yang dibutuhkan dalam setiap sintesis zeolit X ini dapat dilihat pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis zeolit dari abu vulkanik dengan variasi suhu hidrotermal (75, 90, dan 100 °C) dan penambahan TEOS (*tetraethokxysilane*) dengan (1/50) resep

	Suhu Hidrotermal	Komposisi molar 4,5 Na ₂ O: Al ₂ O ₃ : 3 SiO ₂ : 315 H ₂ O				TEOS (mL)
		NaOH	SiO ₂	Al ₂ O ₃	H ₂ O	
Sintesis 1	75 °C	7,27 gr	10,2 gr	3,06 gr	112 mL	-
Sintesis 2	90 °C	7,27 gr	10,2 gr	3,06 gr	112 mL	-
Sintesis 3	100 °C	7,27 gr	10,2 gr	3,06 gr	112 mL	-
Sintesis 4	Hasil suhu terbaik	7,27 gr	10,2 gr	3,06 gr	112 mL	0,112

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Analisis Komponen dengan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Karakterisasi XRF pada abu vulkanik dilakukan dengan cara sebagai berikut: sampel yang dikarakterisasi dihaluskan kemudian diletakkan dalam *sample holder*, selanjutnya disinari dengan sinar-X. Setelah itu akan diperoleh data berupa presentase unsur yang terkandung pada sampel yang diuji.

3.5.4.2 Analisis Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada abu vulkanik, masing-masing zeolit X hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 75, 90, 100 °C dan hasil sintesis zeolit X dengan penambahan bibit silika dari TEOS (*tetraethokxysilane*). Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, sampel ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α pada λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2 θ sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

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

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap masing-masing zeolit X hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 75, 90, 100 °C dan hasil sintesis zeolit X dengan penambahan bibit silika dari TEOS (*tetraethoxysilane*). 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 pellet. Selanjutnya, sampel ditempatkan pada *sampel holder* dan dianalisa menggunakan FTIR.

3.5.5 Analisis Data

1. Hasil sintesis zeolit X yang dianalisis oleh difraksi sinar-X (XRD) berupa difraktogram dan puncak sudut 2θ dibandingkan dengan JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Perbandingan ini untuk mengetahui zeolit yang terbentuk atau kemurnian hasil sintesis zeolit X. JCPDS merupakan parameter yang diambil dari referensi internasional sebagai acuan data difraktogram dan puncak sudut 2θ dari zeolit X.
2. Ukuran kristal (D) juga dapat dihitung menggunakan persamaan Debye-Scherrer. Perhitungan dilakukan dengan cara memasukkan data hasil analisis difraksi sinar-X (XRD) kedalam persamaan tersebut.
3. Data hasil XRD pada masing-masing produk hasil sintesis dilakukan *refinement* (Penghalusan) untuk melihat dan mencocokkan kesesuaian antara data eksperimen dengan data standar.
4. Hasil sintesis zeolit X yang dianalisis oleh FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi zeolit X.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

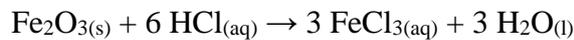
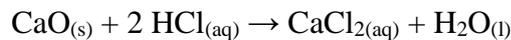
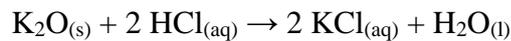
4.1 Preparasi Abu Vulkanik Gunung Kelud

Abu vulkanik yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu vulkanik yang diambil dari Desa Pandesari RT 15 RW 01 Kecamatan Pujon Kabupaten Malang. Letaknya berada di bagian barat daya dari Gunung Kelud dengan radius 20,4 km. Abu vulkanik ini memiliki sifat fisik dengan berwarna abu-abu gelap.

Preparasi abu vulkanik dilakukan dengan penjemuran di bawah terik matahari untuk menghilangkan kadar airnya. Hal tersebut ditandai dengan warna yang menjadi abu-abu agak cerah. Selain itu, abu vulkanik kondisi kering juga memudahkan dalam proses pengayakan. Pengayakan dilakukan dengan ayakan 200 mesh. Tujuannya untuk menghilangkan pengotor (pasir atau kerikil) yang mungkin ada saat proses pengambilan dan memperluas permukaan sampel sehingga dapat mempercepat adanya interaksi antar molekul saat pencucian.

Pencucian dilakukan dengan menggunakan HCl 1 M dengan perbandingan (1:10 (*b/v*)) dan *distirrer* pada suhu ruang selama 2 jam. Penggunaan HCl untuk menghilangkan logam oksida dan non logam. HCl mampu mengikat logam oksida P_2O_5 , K_2O , MgO , Na_2O , CaO , dan Fe_2O_3 pada klorida dan oksida non logam akan diubah menjadi bentuk asamnya kecuali silika, sehingga HCl baik untuk menghilangkan pengotor logam pada sampel (Widati, dkk., 2010). Penggunaan HCl juga dikarenakan SiO_2 relatif tidak reaktif terhadap Cl_2 , H_2 , asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu $25\text{ }^{\circ}C$ atau pada suhu yang lebih tinggi, tetapi dapat diserang oleh F_2 , HF, dan hidroksida alkali (Cotton, 1989).

Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Pratomo, dkk., 2013):



Hasil pencucian abu vulkanik Gunung Kelud, lalu dilanjutkan dengan dikarakterisasi menggunakan XRF. Karakterisasi dilakukan pada abu vulkanik Gunung Kelud sebelum dan setelah dicuci HCl 1 M. Hal ini bertujuan untuk mengetahui perubahan persentase kandungan SiO₂ pada abu vulkanik Gunung Kelud setelah dicuci. Data hasil analisis XRF dapat ditunjukkan pada Tabel 4.1.

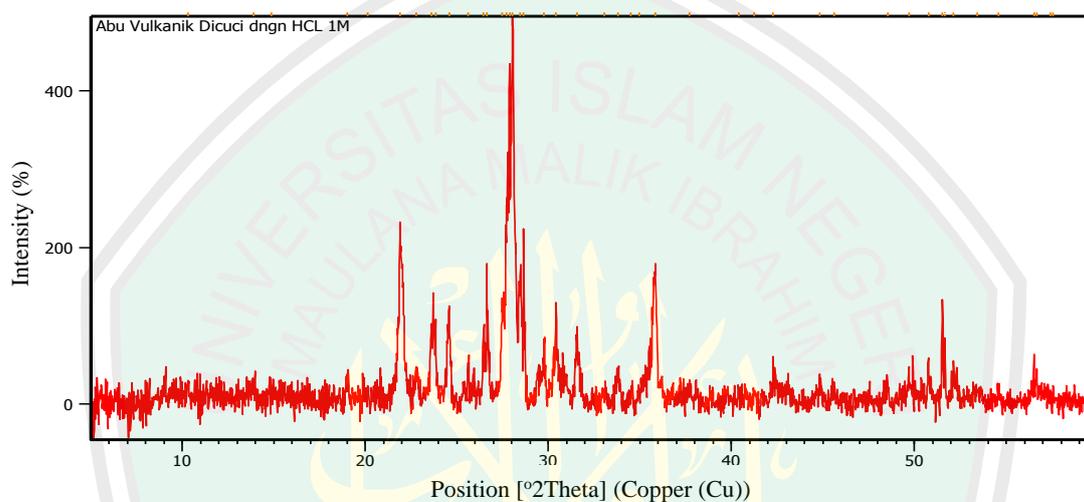
Tabel 4.1 Hasil komposisi kimia abu vulkanik gunung kelud menggunakan XRF

Komponen Kimia	Konsentrasi Unsur (%)	
	Sebelum pencucian	Setelah pencucian dengan HCl 1 M
Si	22,2	35,3
P	1,9	-
Al	5,4	9,2
K	1,9	2,48
Ca	20,9	21,5
Ti	2,3	1,36
V	0,17	0,04
Cr	0,19	0,062
Mn	0,75	0,82
Fe	33,2	26,5
Ni	8,10	0,30
Cu	0,77	0,20
Zn	0,30	0,01
Eu	0,1	0,3
Re	0,3	0,3
Sr	0,9	1,3
Ba	0,6	0,4

Berdasarkan analisis hasil XRF pada Tabel 4.1, kandungan unsur Si (silika) persentase sebelum pencucian HCl 1 M sebesar 22,2 % dan setelah dicuci dengan HCl 1 M mengalami kenaikan sebesar 35,3 %. Kebalikannya, untuk kandungan unsur Fe (besi) dengan persentase 33,2 % sebelum dipreparasi menjadi

26,5 %. Hal ini menunjukkan bahwa pencucian dengan asam klorida (HCl) dapat menurunkan persentase kandungan logam di dalamnya, sehingga dapat menaikkan persentase kandungan unsur Si dalam abu vulkanik Gunung Kelud.

Fase yang terkandung dalam sampel dapat ditentukan dari hasil analisis XRD (difraksi sinar-X) pada sudut $2\theta = 5-60^\circ$. Hasil XRD (difraktogram) abu vulkanik Gunung Kelud ditunjukkan pada Gambar 4.1.



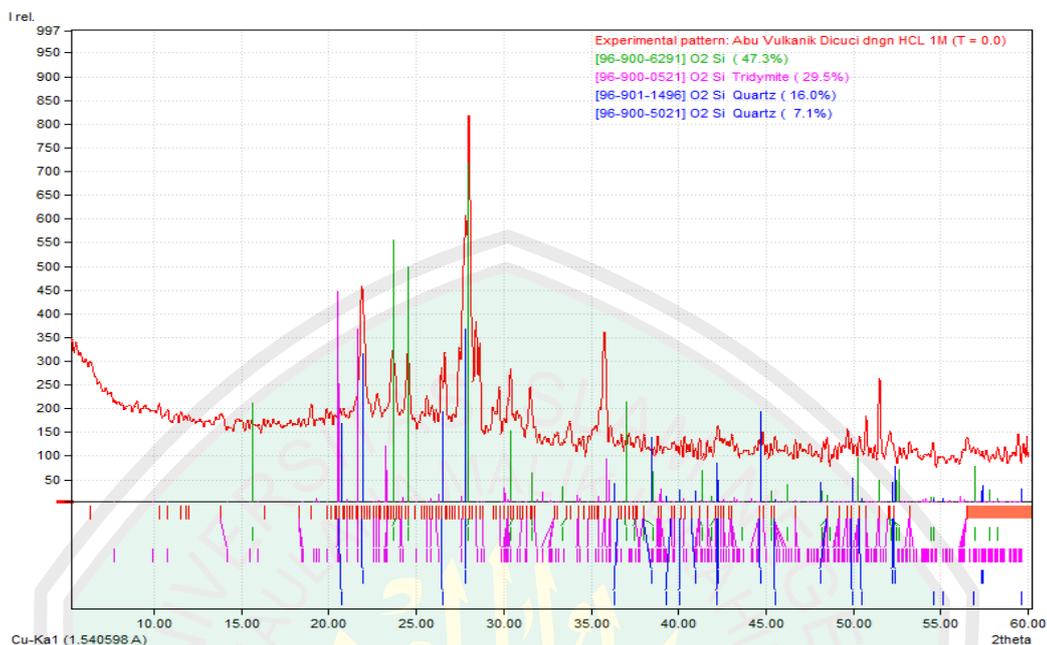
Gambar 4.1 Hasil XRD (difraktogram) abu vulkanik Gunung Kelud setelah pencucian dengan HCl 1 M

Difraktogram hasil analisis XRD pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa puncak-puncak yang intensitasnya tajam dan tinggi (fase kristalin) terjadi pada daerah 2θ (intensitas) berturut-turut = $21,89^\circ$ (49,91 %); $23,83^\circ$ (26,54 %); $24,57^\circ$ (29,31 %); $27,86^\circ$ (91,58 %); $28,04^\circ$ (100 %); $30,41^\circ$ (25,01 %); dan $35,82^\circ$ (33,30 %). Hasil ini menunjukkan bahwa puncak SiO_2 yang tajam dan tinggi (kristalin) hanya berjumlah 7 puncak, sehingga kandungan silika dalam abu vulkanik Gunung Kelud sebagian besar bersifat amorf.

Data hasil XRD selanjutnya dianalisis menggunakan program *Match!*. Caranya dengan memasukkan data XRD dan dibandingkan dengan data standar (*database*). Tujuan analisis ini untuk mengetahui jenis mineral dari suatu sampel.

Hasil dari analisis program *Search and Match* dapat ditunjukkan pada Gambar

4.2.



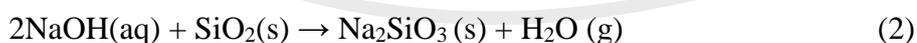
Gambar 4.2 Hasil analisis XRD menggunakan program *Match!*

Pada Gambar 4.2 menunjukkan bahwa puncak-puncak XRD dari abu vulkanik dicuci HCl dengan pembandingan puncak standar. Puncak standar warna hijau dengan kode *database* [96-900-6291] merupakan SiO₂, warna ungu [96-900-0521] merupakan SiO₂ *tridymite* dan puncak warna biru [96-901-1496] dan [96-900-5021] adalah puncak standar dari SiO₂ *quartz*. Puncak yang intensitas tinggi pada 2θ (jenis mineral) yaitu 21,89; 28,04; 27,86 merupakan (SiO₂ *quartz*); 23,83; 24,57; 30,41 merupakan (SiO₂) dan 35,82 (SiO₂ *tridymite*). Adanya 7 puncak ini menunjukkan sifat yang kristalin dan yang lainnya masih amorf.

Silika dengan struktur kristalin memiliki reaktifitas yang lebih rendah dibandingkan dengan struktur amorf. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi silika ini lebih reaktif daripada silika kristalin (Kirk dan Othmer, 1984).

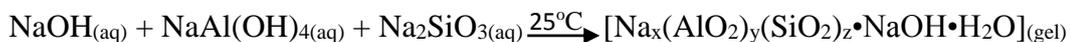
4.2 Sintesis Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud

Sintesis zeolit X ini dilakukan menggunakan variasi suhu hidrotermal 75, 90 dan 100 °C serta penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) pada suhu terbaik. Rasio Si/Al yang digunakan sebesar 2 yang komposisi molarnya 4,5 Na₂O: Al₂O₃: 3 SiO₂: 315 H₂O. Banyaknya komposisi masing-masing bahan tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.1. Masing-masing bahan dilarutkan dalam akuades sebagai tahap awal dari proses sol-gel. Sol-gel merupakan salah satu metode dalam proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia pada suhu rendah yang melibatkan fasa sol (suatu sistem koloid padatan yang terdispersi dalam cairan) dan fasa gel (sistem padatan yang mengandung cairan). Tahap selanjutnya yaitu penambahan NaOH. Penggunaan NaOH dalam sintesis zeolit bertindak sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk garam silikat dan aluminat yang larut dalam air, yang selanjutnya berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal (Sholichah, dkk, 2013). Larutan garam silikat dan aluminat dicampur disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit agar campuran homogen. Proses pencampuran tersebut memungkinkan terjadi reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012):

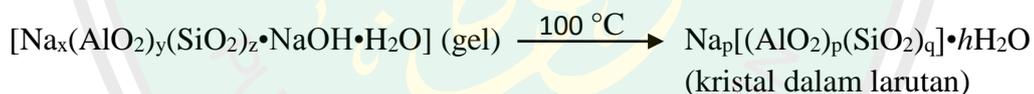


Hasil pencampuran di atas akan membentuk gel. Terbentuknya gel adalah awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal yang merupakan hal penting dalam proses sintesis zeolit. Gel yang terbentuk selanjutnya dieramkan (*aging*) untuk pembentukan inti kristal (Warsito dkk., 2008). Menurut Widiawati (2005)

pemeraman (*aging*) terjadi reaksi pembentukan jaringan jel yang kaku, kuat dan menyusut dalam larutan. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Ojha dkk., 2004):



Hasil dari proses pemeraman dilanjutkan dengan proses hidrotermal pada variasi suhu 75, 90 dan 100 °C selama 4 jam. Proses hidrotermal untuk pembentukan kristal pada zeolit. Tahap pembentukan kristal ini, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya dan membentuk susunan yang lebih teratur dengan adanya pemanasan sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa dan larutan lewat jenuh pada keadaan metastabil. Jika gel amorf sisa larut kembali, maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti tersebut sampai gel amorf sisa habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil (Warsito dkk., 2008). Reaksi yang terjadi dalam proses hidrotermal yaitu (Ojha dkk., 2004):



Kristal dalam larutan yang terbentuk memiliki pH sebesar 14, artinya proses sintesis zeolit ini dilakukan pada keadaan basa. Karena pada pH tersebut di dalam larutan terjadi polimerasi ion-ion pembentuk zeolit. Sintesis suatu zeolit salah satunya dipengaruhi oleh ion-ion yang ada dalam campuran tersebut. Pada $\text{pH} > 6$ maka akan terbentuk anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ atau AlO_2^- yang merupakan anion pembentuk zeolit yang berasal dari alumina. Hal ini akan berbeda jika larutan dalam keadaan asam yaitu pada $1 < \text{pH} < 4$ karena senyawa Al yang dominan akan membentuk $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$. Keberadaan kation tersebut akan menjadikan faktor penghambat pembentukan kerangka aluminosilikat dari zeolit.

Selain kation, juga dipengaruhi oleh keberadaan anion silikat. Pada $\text{pH} > 12$ akan terbentuk ion $\text{Si}(\text{OH})_4^-$ yang merupakan ion utama dalam pembentukan kerangka zeolit (Hamdan, 1992).

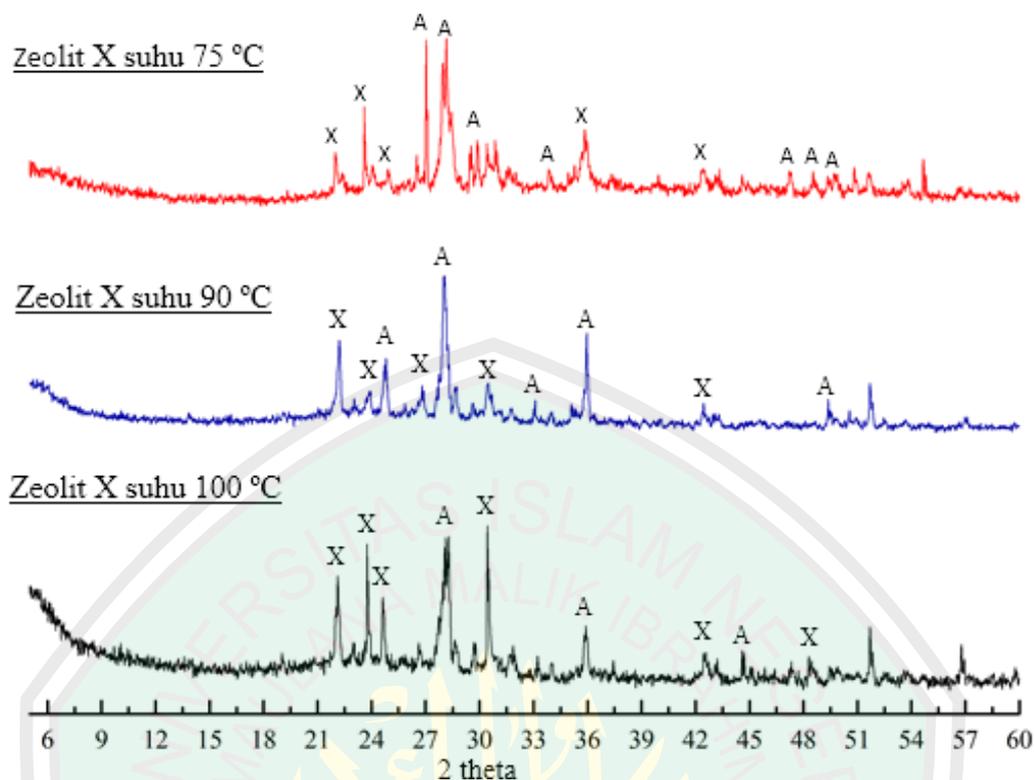
Kristal dalam larutan yang memiliki pH 14 selanjutnya dicuci dengan akuades sampai pH 8. Proses pencucian ini bertujuan untuk mengurangi kandungan NaOH serta mineral-mineral sisa dari sintesis yang bukan menjadi bagian dari struktur zeolit (Ali, 2014). Zeolit yang sudah dicuci selanjutnya dioven pada suhu 120°C selama semalam. Pengovenan ini dilakukan untuk pengeringan zeolit sehingga dapat menghilangkan kadar air yang terperangkap pada pori-pori zeolit (Ali, 2014).

4.3 Karakterisasi

4.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD digunakan untuk menentukan tingkat kristalinitas dan kemurnian dari zeolit hasil sintesis. Tingkat kemurniannya dapat dibandingkan dengan puncak-puncak khas dari zeolit X (standart difraktogram zeolit X) yang berdasarkan pola difraktogram Treacy dan Higgins (2001). Data pola difraktogram lebih umum digunakan sebagai sidik jari dalam identifikasi material (Deepesh, dkk., 2013). Analisis XRD dilakukan pada kondisi operasi radiasi $\text{CuK}\alpha$ pada sudut $2\theta = 5 - 60^\circ$ Hasil XRD dari sintesis zeolit X dengan variasi suhu hidrotermal pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 ditunjukkan pada Gambar 4.3

Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan hasil analisis XRD yang mempunyai tingkat kemurnian yang berbeda setiap suhu hidrotermalnya. Hal ini dapat dilihat dari jumlah puncak-puncak yang terbentuk yaitu selain puncak zeolit X tetapi juga ada puncak yang mirip dengan puncak zeolit A.



Gambar 4.3 Hasil difraktogram sintesis zeolit X variasi suhu 75, 90 dan 100 °C pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2

Hasil difraktogram zeolit X pada suhu 75 °C terbentuk beberapa puncak zeolit A dan zeolit X. Puncak zeolit X berjumlah 5 sedangkan zeolit A berjumlah 7 puncak yang mendekati puncak standarnya. Namun, tingkat kristalinitasnya yang tinggi berada pada $2\theta = 27,04^\circ$ dengan intensitas relatif 100 % yang merupakan puncak mirip zeolit A. Zeolit X pada suhu 90 °C memiliki 5 puncak zeolit X dan 4 puncak zeolit A, serta kriticalitasnya yang tinggi pada $2\theta = 28,03^\circ$ (puncak zeolit A). Zeolit X pada suhu 100 °C memiliki 6 puncak zeolit X dan 2 puncak zeolit A. Tingkat kristalinitas yang tinggi berada pada $2\theta = 30,44^\circ$ yang merupakan puncak zeolit X. Data hasil perbandingan antara sintesis zeolit X dengan data difraktogram standar dari zeolit X dan zeolit A dapat ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil perbandingan data difraktogram zeolit yang telah disintesis dengan data difraktogram Treacy dan Higgins (2001)

Nama Sampel	Zeolit X		Zeolit X Standar (2θ)	Zeolit A		Zeolit A Standar (2θ)
	(2θ)	(%)		(2θ)	(%)	
Zeolit X (75 °C)	22,00°	23,19	22,47°	27,04°	100	27,11°
	23,61°	49,20	23,58°	28,16°	98,28	29,03°
	26,53°	20,68	26,65°	29,88°	28,37	29,94°
	43,33°	17,54	48,38°	34,93°	15,34	34,77°
				35,87°	35,00	35,75°
				47,26°	13,94	47,30°
				48,53°	16,06	48,51°
49,70°	12,65	49,70°				
Zeolit X (90 °C)	22,21°	58,07	22,47°	25,87°	9,01	25,07°
	24,81°	48,32	24,64°	28,03°	100	29,03°
	26,89°	21,81	26,65°	33,09°	18,11	33,37°
	30,45°	27,32	30,30°	35,95°	66,59	35,75°
	42,45°	17,60	42,59°	49,37°	20,18	49,11°
Zeolit X (100 °C)	22,13°	56,60	22,47°	28,28°	82,52	27,37°
	23,76°	80,77	23,58°	35,90°	30,74	35,13°
	24,63°	41,77	24,64°	44,58	17,00	48,16°
	30,44°	100	30,30°			
	42,51°	12,86	42,59°			
	48,30°	15,76	48,24°			
Zeolit X (100 °C) + TEOS	18,93°	7,46	18,42°	13,87°	10,84	14,40°
	23,57°	33,37	23,58°	21,93°	62,73	21,67°
	24,19°	24,48	24,64°	28,01°	100	27,37°
	27,80°	67,90	27,37°	31,51°	24,31	31,70°
	29,42°	21,83	29,21°	35,69°	64,39	35,75°
	30,36°	15,81	30,30°	42,23°	15,36	42,19°
	47,10°	6,77	47,06°	49,50°	11,05	49,70°

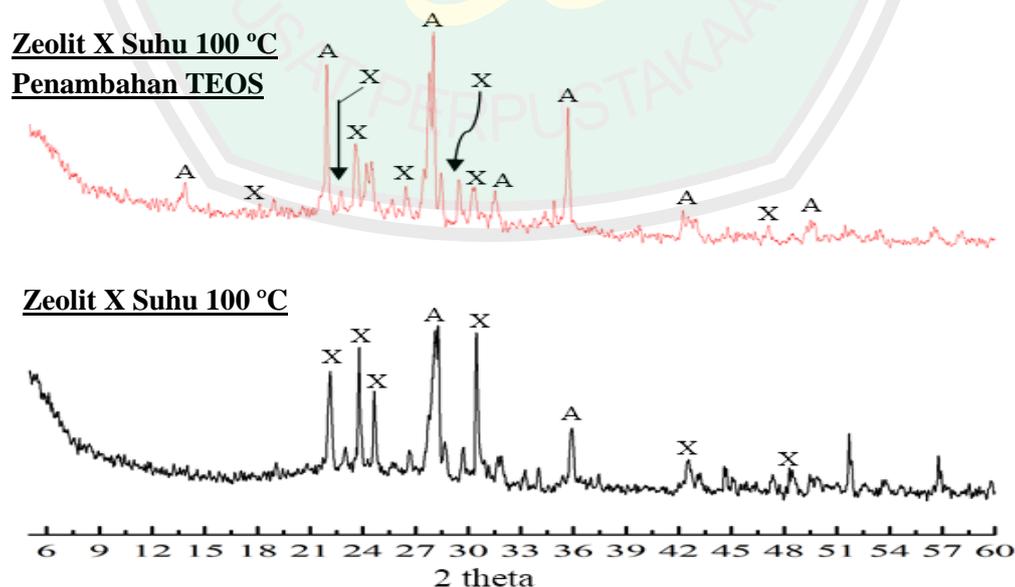
*(2θ) = Sudut difraksi, (%) = Intensitas relatif

Berdasarkan Tabel 4.2 dan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa keempat produk hasil sintesis zeolit yang mendominasi zeolit X yaitu pada suhu 100 °C. Selain itu, pada suhu ini juga memiliki puncak zeolit X dengan intensitas relatif yang tinggi sebesar 100 % dibandingkan dengan suhu 75 dan 100 °C. Pada Hasil produk sintesis belum terbentuk zeolit X murni, melainkan terbentuk juga puncak zeolit A. Intensitas paling tinggi adalah produk hasil sintesis zeolit pada suhu 90 °C dari yang lain. Namun, secara kualitatif dapat disimpulkan bahwa puncak

zeolit X yang semakin banyak seiring dengan bertambah besarnya suhu proses kristalisasi.

Suhu yang lebih tinggi menyediakan energi yang cukup untuk pertumbuhan inti dan mempercepat proses kristalisasi. Secara fakta, zeolit NaX mempunyai komposisi yang mirip dengan zeolit NaA namun untuk membentuk zeolit NaX membutuhkan energi yang lebih karena unit pembangun yang kedua lebih kompleks (D6R) dibandingkan zeolit NaA yang unit pembangunnya (D4R) (Dong dkk., 2013). Selain itu, berdasarkan penelitiannya Hussar dkk (2011) menyatakan bahwa zeolit A dapat disintesis dan terbentuk pada kondisi suhu 75-95 °C dengan waktu antara 1-3 jam. Temperatur proses hidrotermal berpengaruh terhadap karakteristik produk yang dihasilkan (Jumaeri, dkk., 2007).

Hasil sintesis terbaik pada penelitian ini yaitu suhu 100 °C daripada suhu 75 dan 95 °C. Hasil terbaik ini disintesis kembali dengan tambahan TEOS (*Tetraethoxysilane*) sebagai sumber bibit silika. Hasil difraktogram sintesis zeolit dengan penambahan TEOS dapat ditunjukkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil difraktogram sintesis zeolit X pada suhu 100 °C dan penambahan TEOS pada rasio Si/Al 2

Pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa penambahan TEOS meningkatkan kristalinitas, hal ini dapat dilihat puncak-puncak yang terbentuk semakin tinggi. Akan tetapi, puncak zeolit A juga semakin banyak terbentuk. Penambahan bibit silika tidak meningkatkan terbentuknya zeolit X yang lebih murni akan tetapi meningkatkan kristalinitas. Hal ini diindikasikan dengan adanya banyak puncak yang terbentuk pada hasil difraktogram dibandingkan dengan tanpa penambahan TEOS (Gambar 4.4). Namun, puncaknya tidak terbentuk zeolit X secara keseluruhan (belum murni), akan tetapi puncak zeolit A juga terbentuk. Zeolit X sifatnya metastabil dibandingkan dengan zeolit A (Asfadiyah, 2014).

Analisis kualitatif zeolit X, tingkat kemurnian berkaitan dengan jumlahnya puncak zeolit X yang terbentuk. Semakin banyak puncak zeolit X yang terbentuk, maka semakin besar juga kemurniannya. Namun, Analisis Kuantitatif komposisi penyusun terbentuknya zeolit juga perlu dilakukan untuk mengetahui persentase kemurnian dari tipe zeolit. Berdasarkan data hasil analisis XRD diperoleh bahwa semua produk sintesis terbentuk dua tipe zeolit yaitu zeolit A dan zeolit X. Hasil analisis kuantitatif komposisi penyusun produk sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3

Tabel 4.3 Hasil analisis kuantitatif komposisi penyusun produk sintesis

Produk Sintesis	Komposisi Penyusun (%)	
	Zeolit A	Zeolit X
Zeolit pada suhu 75 °C	74,39	25,71
Zeolit pada suhu 90 °C	55,27	44,73
Zeolit pada suhu 100 °C	29,74	70,26
Zeolit pada suhu 100 °C (Penambahan TEOS)	61,91	38,09

Berdasarkan Tabel 4.3 diperoleh persentase komposisi penyusun pada setiap produk sintesis berbeda-beda. Persentase kemurnian paling tinggi yaitu pada suhu 100 °C sebesar 70,26 % dibandingkan dengan kondisi suhu yang lain.

Secara umum, persentase kemurnian dari zeolit X bertambah seiring dengan bertambahnya suhu hidrotermal yang digunakan. Akan tetapi, penambahan TEOS menghasilkan komposisi zeolit X sebesar 38,09 %. Artinya, penambahan TEOS tidak menambah kemurnian zeolit X dan hanya meningkatkan kristalinitas produk sintesis dibandingkan dengan tanpa penambahan TEOS. Hasil ini sesuai dan didukung dengan analisis kualitatif yang dilakukan pada penjelasan sebelumnya.

Data hasil dari analisis XRD dapat juga digunakan untuk mengetahui ukuran kristal. Ukuran kristal dapat dihitung dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrer*. Hasil perhitungan ukuran kristal zeolit sintesis ini disajikan dalam Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Ukuran kristal zeolite X sintesis menggunakan persamaan *Debye-Scherrer*

Produk Sintesis Zeolit X	Ukuran Kristal (nm)	FWHM left (2 Theta)
Suhu 75 °C	122,19	0.0669°
Suhu 90 °C	48,97	0.1673°
Suhu 100 °C	164,22	0.0502°
Suhu 100 °C + (TEOS)	163,22	0.0502°

Berdasarkan Tabel 4.4 diketahui bahwa secara umum ukuran kristal >100 nm. Akan tetapi, pada sintesis zeolit X dengan suhu 90 °C menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil yaitu 48,97 nm. Hal ini sesuai dengan hasil XRD, bahwa sintesis zeolit X dengan suhu 90 °C menghasilkan kristalinitas yang lebih tinggi daripada yang lain. Kristalinitas semakin tinggi maka rata-rata ukuran kristal NaX semakin kecil (Ngoc dkk, 2013). Selain itu, nilai FWHM (*Full Width Half Maximum*) juga berpengaruh terhadap ukuran kristal. Semakin kecil FWHM maka ukuran kristal semakin besar (Hadiati dkk, 2013). Menurut Masruroh dkk (2010) menyatakan bahwa nilai ukuran kristal yang dihasilkan *Debye Scherrer* akan berbanding terbalik dengan nilai FWHM.

Analisis lebih lanjut dilakukan proses *refinement* (penghalusan) dengan menggunakan program *Rietica* metode *Le Bail*. Model awal atau *input* yang digunakan adalah zeolit X yang memiliki grup ruang Fd3 dan kisi kristal kubik dengan parameter sel $a = b = c = 25,028 \text{ (\AA)}$, dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (Treacy dan Higgins 2001).

Data parameter struktur material hasil *refinement* akhir *Rietica* disajikan pada Tabel 4.5 yang menunjukkan bahwa tingkat kesesuaian antara data terhitung dan terukur cukup baik. Secara keseluruhan, hasil penghalusan struktur dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica* menghasilkan derajat kesesuaian antara data observasi dan kalkulasi yang tinggi. Keberhasilan penghalusan dilihat dari parameter nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) (Yashinta, 2011). Selain itu, parameter nilai GoF (*Goodness of-fit*).

Tabel 4.5 Parameter sel satuan zeolit X hasil sintesis pada suhu 75, 90, dan 100 °C serta penambahan TEOS (100 °C) ditentukan menggunakan metode *Le Bail*

Parameter	Produk Zeolit X			
	T= 75 °C	T= 90 °C	T= 100 °C	T= 100 °C (TEOS)
Grup ruang	Fd3	Fd3	Fd3	Fd3
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
Satuan asimetrik	1	1	1	1
a (Å)	25,7011	24,9338	25,1448	24,7329
b (Å)	25,7011	24,9338	25,1448	24,7329
c (Å)	25,7011	24,9338	25,1448	24,7329
α	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
β	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
Rp (%)	16,69	16,90	14,63	16,02
Rwp (%)	18,29	16,80	12,64	12,96
GoF (χ^2)	2,61	3,16	1,58	2,44
Bragg R-Factor	7,68	2,49	1,43	8,51

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat diketahui bahwa hasil sintesis zeolit X pada suhu 75, 90, 100 °C dan penambahan TEOS tidak merubah grup ruang, kisi kristal, dan juga sudut $\alpha = \beta = \gamma = 90,00^\circ$. Namun, adanya perubahan pada

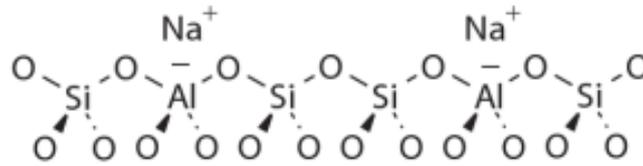
$a = b = c$ di masing-masing sintesis dengan standarnya yaitu $a = b = c = 25,028$ (Å). Nilai parameter kisi antara data masukan dengan data olahan program mengalami perubahan. Perubahannya tidak terlalu signifikan, hal ini disebabkan oleh adanya pergeseran sudut difraksi (Istiqomah, dkk., 2014). Hasil Rwp dan Rp semua produk sintesis secara umum diperoleh nilai sebesar $\leq 18,29$ % dan nilai GoF sebesar $\leq 3,16$. Hasil tersebut adanya kecocokan antara data standart dengan data eksperimen karena menurut Kisi (1994) menyatakan bahwa keberhasilan penghalusan dapat diterima sesuai kriteria yang diisyaratkan yaitu, parameter GoF < 4 % dan Rwp < 20 .

4.3.2 Fourier Transform Infra-red (FTIR)

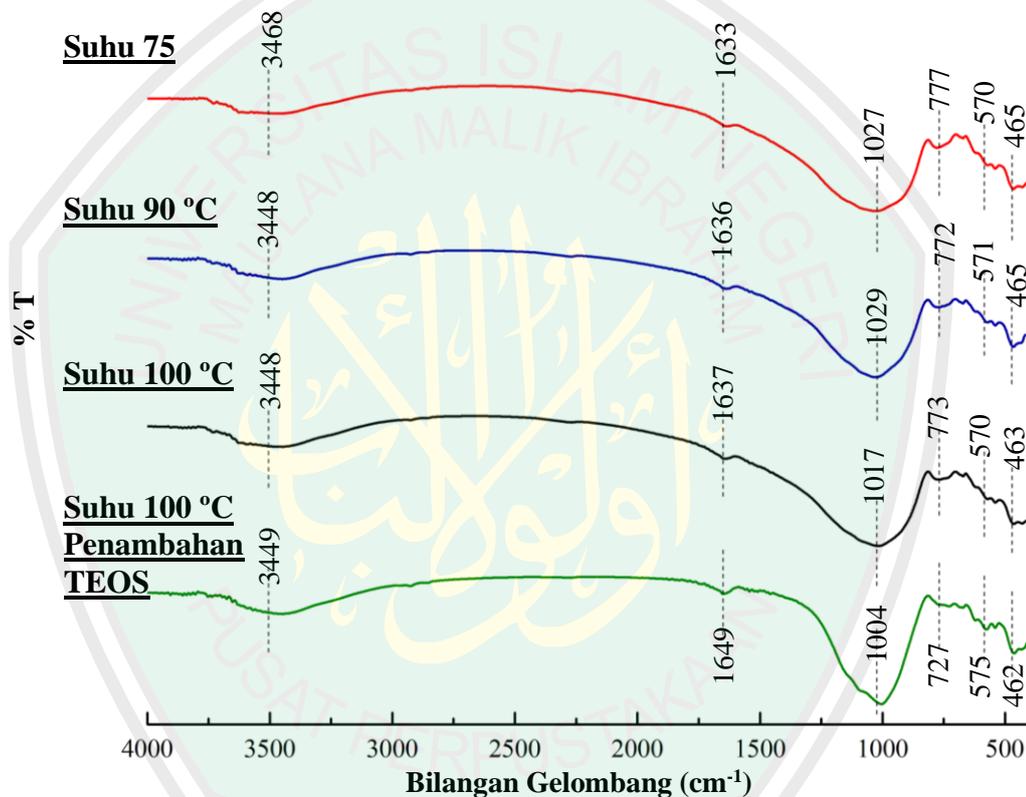
Analisis menggunakan FTIR digunakan untuk menginterpretasikan jenis vibrasi dari gugus fungsi dan ikatan polar, hal ini menunjukkan sidik jari atas vibrasi suatu komponen dalam sampel (Thammavong, 2003). Analisis ini dapat diaplikasikan dalam spesifikasi untuk struktur tipe zeolit dan untuk subunit struktural seperti cincin ganda. Pada daerah $200 - 1300 \text{ cm}^{-1}$ merupakan daerah yang sensitif dalam mengindikasikan struktur dari kerangka zeolit (Flanigen dan Khatami, 1974). Hasil spektra IR zeolit X hasil sintesis dapat ditunjukkan pada Gambar 4.6

Berdasarkan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa hasil keempat spektra produk hasil sintesis zeolit X tidak jauh berbeda atau memiliki kemiripan. Hal ini karena pada dasarnya bahan penyusun zeolit X sama. Zeolit terdiri dari beberapa gugus seperti O-Si-O dan O-Al-O yang membentuk struktur tetrahedral yang saling berhubungan dengan lainnya membentuk kisi kristal zeolit.

Kerangka pembangun zeolit hasil sintesis adalah sebagai berikut (Smart dan Moore, 2012):



Gambar 4.5 Struktur kerangka aluminosilikat zeolit



Gambar 4.6 Spektra infra merah zeolit X pada suhu 75, 90, dan 100 °C serta suhu 100 °C dengan adanya penambahan TEOS

Perbedaan intensitas serapan puncak-puncak (Gambar 4.6) juga menunjukkan adanya perbedaan dari pembentukan zeolit. Semakin tajam intensitas serapan maka menunjukkan semakin tinggi struktur atau gugus fungsi yang terbentuk (Purbaningtias dan Prasetyoko, 2010). Untuk suhu 100 °C (pada bilangan gelombang 1017 cm⁻¹) memiliki intensitas serapan yang paling tajam dibandingkan dengan suhu 75 dan 90 °C. Bilangan gelombang tersebut terjadi

pembentukan ikatan O-T-O tetrahedral yang maksimal, dengan T bisa berupa Si atau Al. Sedangkan, intensitas serapan produk sintesis zeolit X dengan penambahan TEOS pada bilangan gelombang 1004 cm^{-1} memiliki intensitas yang tajam dibandingkan tanpa penambahan TEOS. Hal ini didukung dari hasil difraktogram XRD yang menunjukkan produk sintesis dengan penambahan TEOS membentuk puncak yang maksimal (strukturnya maksimal). Hasil perbandingan interpretasinya dapat ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Tabel 4.6 Interpretasi IR produk hasil sintesis zeolit X dengan bilangan gelombang dari gugus-gugus yang ada pada zeolit X dan zeolit A

Zeolit	Bilangan Gelombang (cm^{-1})					
(75 °C)	465	570	777	1027	1633	3468
(90 °C)	465	571	772	1029	1636	3448
(100 °C)	463	570	773	1017	1637	3448
(100 °C) + TEOS	462	575	727	1004	1649	3449
Zeolit X	420 – 500 ¹	565 – 580 ¹	670 – 725 ¹	970 – 1020 ¹	1600 – 1650 ³	3100 – 3600 ⁴
Zeolit A	420 – 500 ²	500 – 650 ²	660 – 770 ²	950 – 1250 ²	1600 – 1650 ³	3100 – 3600 ⁴
	Interpretasi					
	Tekukan O-T-O (T=Si/Al)	Cincin ganda	Regangan simetri T-O (internal)	Regangan Asimetri T-O (internal)	Tekukan H-O-H	O-H

¹Flaningen (1991) ²Rios dkk (2009) ³Tafarel dan Rubio (2001) ⁴Socrates (1994)

Berdasarkan Tabel 4.6 menunjukkan bahwa serapan pada hasil sintesis zeolit X pada suhu 75, 90, 100 °C dan penambahan TEOS secara berurutan yaitu dengan bilangan gelombang 570, 571, 570, dan 575 cm^{-1} yang berada pada spektra jenis cincin ganda zeolit. Spektra pada daerah 500 – 650 cm^{-1} merupakan puncak yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka dari suatu zeolit (Sriatun, 2004). Daerah ini merupakan cincin ganda dan setiap zeolit

memiliki cincin ganda yang berbeda-beda. zeolit A memiliki cincin ganda 4 (D4R) dan untuk zeolit X memiliki cincin ganda 6 (D6R).

Daerah 1650 – 1600 cm^{-1} merupakan serapan gugus O–H dari molekul air yang terserap zeolit (Tafarel dan Rubio, 2001). Vibrasi regangan dari gugus –OH 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 cm^{-1} (Socrates, 1994).

4.5 Hikmah Penelitian tentang Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud

Allah berfirman dalam Surat An-Nahl Ayat 78:

وَاللَّهُ أَخْرَجَكُمْ مِنْ بُطُونِ أُمَّهَاتِكُمْ لَا تَعْلَمُونَ شَيْئًا وَجَعَلَ لَكُمُ السَّمْعَ وَالْأَبْصَرَ وَالْأَفْئِدَةَ
لَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ ﴿٧٨﴾

Artinya: “Dan Allah mengeluarkan kamu dari perut ibumu dalam keadaan tidak mengetahui sesuatupun, dan Dia memberi kamu pendengaran, penglihatan dan hati, agar kamu bersyukur” (Q.S. An-Nahl Ayat 78).

Allah mengeluarkan diri kalian dari dalam perut ibu dalam keadaan tidak mengenal sedikit pun apa yang ada di sekeliling kalian. Kemudian Allah memberi kalian pendengaran, penglihatan dan mata hati sebagai bekal mencari ilmu pengetahuan, agar kalian beriman kepada-Nya atas dasar keyakinan dan bersyukur atas segala karunia-Nya (Shihab, 2002).

Ayat ini menjelaskan kepada kita bahwa bekal dalam mencari ilmu sudah diberikan oleh Allah kepada kita sejak kita lahir di dunia. Adanya pendengaran, penglihatan dan mata hati tentunya kita menggali ilmu pengetahuan yang ada untuk meningkatkan keimanan dan ketaqwaan kepada sang pencipta. Salah

satunya pengetahuan yang ada dibalik adanya musibah ataupun bencana alam. Bencana alam dari beberapa sisi memiliki pengaruh-pengaruh positif dan menolong manusia untuk sampai kepada tujuan utama penciptaannya. Karenanya tidak dapat diragukan lagi bahwa keburukan yang terdapat pada kejadian-kejadian yang menyusahkan adalah keburukan yang bersifat nisbi dan relatif. Artinya kita memandang bahwa bencana-bencana yang menimpa manusia yang mengakibatkan banyak kerugian itu sebagai keburukan.

Pada tanggal 13 Februari 2014 diperlihatkan meletusnya Gunung Kelud yang sebagian orang menganggapnya adalah musibah yang merugikan. Gunung Kelud meletus yang mengeluarkan beberapa material seperti abu vulkanik salah satunya (Suryani, 2014). Abu vulkanik memang membawa dampak negatif seperti halnya dapat mengganggu aktifitas manusia dan mengganggu pernafasan. Namun dibalik itu, terdapat manfaat yakni kandungan SiO_2 dalam abu vulkanik yang dapat dijadikan sebagai bahan baku pembuatan zeolit X. Zeolit X ini nantinya dapat diaplikasikan sebagai penjernihan air ataupun adsorben. sehingga, menjadi ilmu pengetahuan yang bermanfaat bagi kehidupan manusia. Ini salah satu dari sekian banyak rahmat Allah yang ditunjukkan kepada manusia yang mau merenungi setiap kejadian yang ada. Karena Allah yang mempunyai sifat ar-Rahman dan ar-Rahim, dengan sifat ar-Rahman Allah memberikan kasih sayangnya untuk seluruh manusia di dunia dan akhirat tanpa terkecuali dan dengan ar-Rahim Allah memberikan kasih sayangnya hanya untuk umat-Nya di akhirat. Dan dengan kedua sifat itu Allah melimpahkan rahmat untuk seluruh manusia. Sebagaimana hadist dibawah ini :

قَالَ مُحَمَّدُ بْنُ إِسْمَاعِيلَ الْبُخَارِيُّ حَدَّثَنَا قُتَيْبَةُ بْنُ سَعِيدٍ حَدَّثَنَا مُغِيرَةُ بْنُ عَبْدِ الرَّحْمَنِ الْقُرَيْشِيُّ عَنْ أَبِي الزَّفَادِ عَنِ الْأَعْرَجِ عَنْ أَبِي هُرَيْرَةَ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ قَالَ: قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ لَمَّا قَضَى اللَّهُ الْخَلْقَ كَتَبَ فِي كِتَابِهِ فَهُوَ عِنْدَهُ فَوْقَ الْعَرْشِ إِنَّ رَحْمَتِي غَلَبَتْ غَضَبِي (اخرجه محمد بن اسماعيل البخاري في الكتاب بدء الخلق)

Artinya: Telah bercerita kepada kami Qutaibah bin Said bercerita kepada kami Mughiroh bin Abdirrahman Al-Quraisyiyu dari Abi Azzifadi dari A'roji dari Abu Hurairah ra ia berkata: bahwa Rasulullah SAW bersabda " Ketika menetapkan penciptaan makhluk, Dia menulis didalam kitab-Nya yang berada disisi-Nya diatas Arsy (yang isinya) sesungguhnya Rahmat-Ku mengalahkan kemurkaan-Ku." (HR. Muhammad Bin Ismail Al Bukhori dalam kitab badaul-kholqi) (Sunarto, 2012).

Menurut Iwadh (2008), hadits di atas menjelaskan bahwa rahmat Allah SWT lebih dahulu ada dan lebih luas dari pada murka-Nya. Rahmat adalah memberikan nikmat dan keutamaan. Rahmat Allah di dunia akan diberikan kepada seluruh manusia, baik yang mukmin maupun yang kafir. Hal itu disebabkan rahmat Allah swt adalah sifat yang sudah melekat pada diri-Nya dan diberikan kepada makhluk-Nya tanpa sebab apapun. Dengan kata lain, walau tidak pernah ada jasa dan pengorbanan dari makhluk-Nya, pada prinsip dasarnya Allah SWT tetap sayang kepada makhluk-Nya. Dia menciptakannya, memberi rizki kepadanya dari sejak dalam kandungan, ketika penyusuan, ketika belum dewasa, walaupun belum ada amal darinya untuk Allah SWT. Sementara murka-Nya timbul dengan sebab pelanggaran dari makhluk-Nya. Maka dari itu, rahmat Allah SWT sudah tentu mendahului murka-Nya.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Sintesis zeolit X dari hasil analisis XRD menunjukkan bahwa pada suhu 100 °C adalah suhu terbaik. Suhu 100 °C terbentuk zeolit X dengan campuran zeolit A lebih sedikit dibandingkan suhu 75 dan 90 °C. Berdasarkan persamaan *Debye Schererr*, ukuran kristal pada suhu 75, 90 dan 100 berturut-turut yaitu 122,19 nm; 48,97 nm; dan 164,22 nm. Hasil analisis FTIR menunjukkan semua hasil sintesis zeolit memiliki gugus O-T-O dan cincin ganda D6R yang merupakan cincin ganda zeolit X.
2. Penambahan TEOS (*Tetraethoxysilane*) 1 % pada suhu 100 °C menunjukkan terbentuknya banyak puncak zeolit dan lebih kristalin dibandingkan dengan tanpa penambahan. Namun, banyaknya puncak belum terbentuk zeolit X murni karena masih adanya campuran zeolit A. Ukuran kristalnya sebesar 163,22 nm.

5.2 Saran

Disarankan untuk adanya penelitian lebih lanjut dengan penggunaan metode lain dalam preparasi bahan alam untuk mendapatkan kadar silika yang tinggi sehingga produk sintesis zeolit X lebih murni.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfaruqi, M.H. 2008. Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15 [Skripsi]. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Ali, S. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Suhu Hidrotermal menggunakan Metode Sol-Gel [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ansari, M., Aroujalian, A., Raisi, A., Bahram Dabir, B., dan Fathizadeh, M. 2014. Preparation and Characterization of Nano-NaX Zeolite by Microwave Assisted Hydrothermal Method. *Journal Advanced Powder Technology*. Nomor 25: 722–72.
- Asfadiyah, N.R. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Rasio Molar Si/Al menggunakan Metode Sol-Gel [Skripsi]. Malang: Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Aurelia, I. 2005. Studi Modifikasi Glassy Carbon dengan Teknik Elektrodeposisi Iridium Oksida untuk Aplikasi sebagai Elektroda Sensor Arsen (III) [Skripsi]. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Bayuseno A.P., Widyanto, Adi, S., dan Juwantonno. 2010. Sintesis Semen Geopolimer Berbahan Dasar Abu Vulkanik Dari Erupsi Gunung Merapi. *Jurnal Teknik Mesin*. Volume 12, Nomor 4: 10-16.
- Brinker, C.J., dan Scherer, G.W. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. America: Academic Press Inc.
- Cheng, Y., Wang, L., Li, J., Yang, Y., dan Sun, X. 2005. Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolite in The Absence Of Organic Template. *Materials Letters*. Volume 59: 3427-3430.
- Cotton dan Wilkison. 1989. Kimia Anorganik Dasar. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.
- Deepesh, B., Tomar, R., Khare, S. P., Goswami Y., and Srivastva P. 2013. Hydrothermal Synthesis and Characterization of Zeolite: Effect of Crystallization Temperature. *Research Journal of Chemical Sciences*. Vol. 3 (9): 1-4. ISSN 2231-606X.

- Departemen Agama RI. 2010. *Al-Qur'an dan Tafsirnya (Edisi yang disempurnakan)*. Jakarta: Lentera Abadi.
- Dong, L. X., Wang, Y., He, Y., dan Mao, J. dkk. 2013. Influence of Synthesis Parameters on NaA Zeolite Crystals. *Journal Powder Technology* 243: 184–193.
- Ebitani, K., Nagashima, K., Mizugaki, T., dan Kaneda, K. 2000. Preparation of a Zeolite X-Encapsulated Copper (II) Chloride Complex and Its Catalysis for Liquid-Phase Oxygenation of Amines in the Presence of Molecular Oxygen. *The Royal Society of Chemistry*. Volume 8: 69-870.
- Fansuri, H. 2010. *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Surabaya: Laboratorium Energi dan Rekayasa. LPPM ITS.
- Fernandez, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Flanigen, E.M. 1991 *Zeolites and Molecular Sieves an Historical Perspective*. New York: Elsevier Science Publisher B. V.
- Flanigen, E.M., dan Khatami, H. 1974. Infrared Structural Studies of Zeolite Frameworks. *In Molecular Sieve Zeolites-I*. American Chemical Society: Washington. doi: 10.1021/ba-1971-0101.ch016.
- Franus, W. 2012. Characterization of X-Type Zeolite Prepared from Coal Fly Ash. *Journal Original Research*. Volume 21, Nomor 2: 337-343.
- Grant, N. M. dan Suryanayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction : A Partical Approach*. New York: Plenum Press.
- Hadiati, S., Ramelan, A.H., Varianti, V.I., Hikam, M., Soegijono, B., Saputri, D.F., dan Iriani, Y. 2013. Kajian Variasi Suhu Annealing dan Holding Time pada Penumbuhan Lapisan Tipis $BaZr_{0,15}Ti_{0,85}O_3$ dengan Metode Sol Gel. *Jurnal MIPA* 36 (1): 20-27.
- 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 (ICCEI'2012).
- Hussar. K., Sombat, T., dan Nisakorn, S. 2011. Synthesis of Zeolite A from By-Product of Aluminum Etching Process: Effects of Reaction Temperature and Reaction Time on Pore Volume. *American Journal of Environmental Sciences* 7 (1): 35-42/ ISSN 1553-345.

- Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB
- Istiqomah, M., Anif, J., dan Yofentina, I. 2014. Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat (BaTiO_3) Menggunakan Metode Solid State Reaction. *Jurnal Fisika Indonesia* No: 53, Vol XVIII. ISSN : 1410-2994.
- Iwadh, A.A. 2008. *Mutiara Hadits Qudsi (Jalan Menuju Kemuliaan dan Kesucian Hati)*. Bandung: PT Mizan Pustaka.
- Jumaeri, Astuti, W. dan Lestari, W.T.P. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal. *Reaktor*, Vol. 11 (1).
- Kenneth dan Kieu. 1991. The Preparation and Characterization of an X-Type Zeolite, An Experiment in Solid-state Chemistry. *Journal of Chemical Education*. Volume 68, Nomor 10: 875-877.
- Kim, S.D., Noh, S.H., Park, J.W., dan Kim, W.J. 2004. Organic-Free Synthesis of ZSM-5 With Narrow Crystal Size Distribution Using Two-Step Temperature Process. *Microporous Mesoporous Matter*. Volume 92: 181 – 188.
- Kirk and Orthmer. 1969. *Encyclopedia of Chemical Technology 2nd Edition*. USA: John Wiley and Son Inc.
- Kisi, E.H. 1994. Rietveld Analysis Of Powder Diffraction Patterns. *Material Forums*. P: 135-153.
- Kiti, E.V. 2012. *Synthesis Of Zeolites and Their Application To The Desalination Of Seawater [Tesis]*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.
- Konde, S. 2007. Preparation of High-Silica Zeolite Beads From Silica Gel. Worcester Polytechnic Institute in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Bachelor of Science in Chemical Engineering. Project Number CHE-RWT-0606
- Kusumastuti, E. 2012. Pemanfaatan Abu Vulkanik Gunung Merapi Sebagai Geopolimer (Suatu Polimer Anorganik Aluminosilikat). *Jurnal MIPA*. ISSN 0215-9945.
- Kwakyee-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Activity [Tesis]. U.K: University of Wolverhampton.
- 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*. Volume 8, Nomor 1: 54 – 60.

- Masruroh., manggara, A. B., Lapailaka, T., dan Triandi, T., R. 2010. Penentuan Ukuran Kristal (Crystallite Size) Lapisan Tipis PZT dengan Metode XRD melalui Pendekatan Persamaan Debye Scherrer. Jurusan Fisika dan Kimia FMIPA Universitas Brawijaya.
- Mortimer, M dan Taylor, P. 2002. *Chemical Kinetics And mechanism*. Cambridge RSC.
- Ngoc, D. T., Thanh, H. P., dan Khanh, D. H. N. 2013. Synthesis, Characterization and Application of Nanozeolite NaX from Vietnamese Kaolin. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*. Vol 4: 1-12. doi:10.1088/2043-6262/4/4/045018
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar N. T.. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, Vol. 27 (6): 555–564.
- Olivares, A. M., and Forero, C. G. 2010. Goodness-of-Fit Testing. *International Encyclopedia of Education*. Volume 7: 190-196
- Oye, G., Sjoblon J. dan Stoker M. 2011. Synthesis and Charactererization of Siliceous and Aluminum-Containing Mesoporous Materials from Different Surfactant Solution, Micropor. *Mesopor Mater*. Volume 27: 171-180.
- Ozdemir, O. D, and Piskin, S. 2013. Zeolite X Synthesis with Different Sources. *International Journal of Chemical, Environmental & Biological Sciences (IJCEBS)*. Volume 1: 229-232.
- Pratomo, I., Sri, W., dan Danar, P. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Student Journal*. Vol. 2 (1): 358-364.
- Purnomo, W. C., Salim, C., Hirofumi Hinode, H. 2012. Synthesis of pure Na–X and Na–A zeolite from Bagasse Fly Ash. *Journal Microporous and Mesoporous Material*. Volume 162: 6-13.
- Putra, K. P., dan Priyono. 2015. Kajian Sifat Struktur Kristal pada Bahan Barium Heksaferit yang Ditambah Variasi Fe₂O₃ menggunakan Analisis Rietveld. *Youngster Physic Journal*. Volume 4 (2): 165-172.
- Putro, A. L dan Didik, P. 2007. Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Templat Organik. *Jurnal Akta Kamindo* Volume 3, Nomor 1: 33 – 36.

- Rahman, M.M., Hasnida, N., and Nik, W.B.W. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal Of Scientific Research*. Volume 1, Nomor 2: 285-291.
- Ramimoghadam, D., Hussein, M.Z.B. dan Yap, Y.H.T. 2012. The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and CetylTrimethylAmmonium Bromide (CTAB) on the 10 properties of ZnO Synthesize by hydrothermal method. *Int J Mol Sci*. 13:13275-13293.doi:10.3390/ijms131013275.
- Rawtani, A.V. dan Rao, M.S. 1989. Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Silica from Rice Husk Ash. *India Engineering Chemistry Resources*. Volume 28:1411–1414.
- Ríos, C.A., Williams, C.D. and Fullen, M.A. 2009. Nucleation and Growth History of Zeolite LTA Synthesized from Kaolinite by Two Different Methods. *Journal Applied Clay Science*. Vol 42: 446-454.
- Rios, C.A., Williams, C.D., dan Castellanos, O.M. 2012. Crystallization of Low Silica Na-A and Na-X Zeolites from Transformation of Kaolin and Obsidian by Alkaline Fusion. *Jurnal Materials Engineering*. Volume 14, Nomor 2: 125-137.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Septia, P.,G. 2011. Studi Literatur Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Rasio NaOH:Na₂SiO₃, Rasio Air/Prekursor, Suhu Curing, dan Jenis Prekursor Terhadap Kuat Tekan Beton Geopolimer [Skripsi]. Depok: Jurusan Teknik Sipil Fakultas Mesin Universitas Indonesia.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sholichah, F., Arnelli., dan Ahmad.,2013. Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi serta Aplikasinya sebagai Builderdeterjen. *Jurnal Chem Info*. Vol 1 (1): 121 – 129.
- Smart, L., E. and Moore, E., A. 2012. *Fourth Edition Solid State Chemistry an Introduction*. France: CRC Press.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.
- Sriatun. 2004. Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya sebagai Penukar Kation. No. Artikel: JKSA. Vol. VII (3): 66-72.

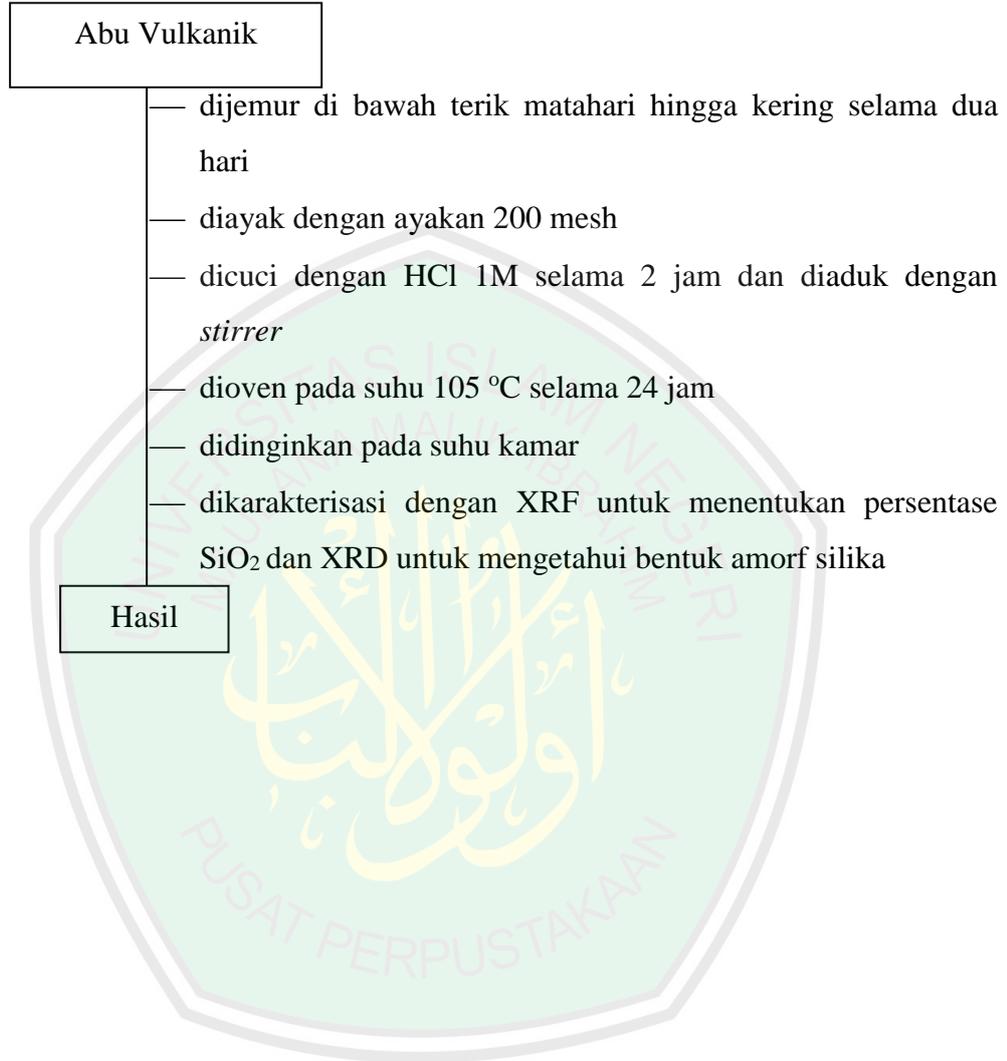
- Sudaryo & Sutjipto. 2009. Identifikasi dan Penentuan Logam pada Tanah Vulkanik di Daerah Cangkringan Kabupaten Sleman dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron Cepat. Didalam: *Seminar Nasional V SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta; Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir BATAN* Yogyakarta, 5 November 2009.
- Sun, L. dan Gong, K. 2001. Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications. *India Engineering Chemical Resource*. Volume 40, Nomor 25: 5861–5877.
- Sunarto, A. 2012. Terjemah Lu' Lu' Wal Marjan (Kumpulan Hadits Bukhori Muslim). Semarang: Pustaka Rizki Putra.
- Suryani, A.S. 2014. Dampak Negatif Abu Vulkanik Terhadap Lingkungan dan Kesehatan. *Jurnal Kesejahteraan Sosial*. Volume VI, Nomor 04.
- Szostak, R. 1989. *Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identification*. Van Nostrand Reinhold Catalysis Series. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Taffarel, S.R., dan Rubio, J. 2010. Adsorption of Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate from Aqueous Solution using a Modified Natural Zeolite with CTAB. *Minerals Engineering* 23: 771–779.
- Taqiyah, R. 2012. Perbandingan Struktur Kristal dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) dan Barium Zirkonium Titanat (BZT) yang Ditumbuhkan dengan Metode Sol-Gel [Skripsi]. Surakarta: Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Thammavong, S. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin [Tesis]. Laos: Suranaree University of Technology.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, 4th ed. New York: Elsevier Science Publishers B.V.
- Ulfah, E.M., Yasnuar, F.A., dan Istadi. 2006. Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology. *Buletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2013. Synthesis of Zeolite X from Low-Grade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. Volume 88: 1350–1357.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir S1* Tidak Diterbitkan. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.

- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H. dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis of Zeolite a from Baggase and Its Antimicrobial Activity on *Candida albicans*. *Jurnal MIPA*. 15 (2): 78-81.
- Widayat, Sadikky, A., dan Anggraeni, H. 2012. Proses Produksi Katalis Zeolit X Dan Uji Aktifitas Dalam Proses Penukaran Ion Kalsium. *Jurnal Teknik*. Volume 33, Nomor 1, ISSN: 0852-169.
- Widiawati. 2005. Sintesis Zeolit dari Abu Ketel Asal Pg. Tasik Madu: Ragam Zeolit pada Berbagai Konsentrasi Natrium Aluminat [Skripsi]. Jurusan Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Wijayanti, S. 2007. Analisa Pola – Pola Difraksi Sinar-X pada Material Serbuk $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$, $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$ dan $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ menggunakan Metode Rietveld GSAS. [Skripsi]. Surakarta: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Wustoni, S., Mukti, R.R., Wahyudi, A., dan Ismunandar. 2011. Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia. *Jurnal Matematika & Sains*. Volume 16, Nomor 3: 158-160.
- Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur Kristalin Hematite yang Disubstitusi Ion Manganes dan Ion Titanium [Skripsi]. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.
- Yeom, Y.H., Jang, S.B., dan Kim, Y. 1997. *Three Crystal Structures Of Vacuum-Dehydrated Zeolite X, $M_{46}\text{Si}_{100}\text{Al}_{92}\text{O}_{384}$, $M=\text{Mg}^{2+}$, Ca^{2+} , And Ba^{2+}* . *J. Phys. Chem. B*. American: American Chemical Society.
- Yvonne, T. dan Thompson. 2002. Controlled Co-Crystallization of Zeolites A and X. *Journal of Material Chemistry*. Volume 12: 496-499.
- Zhely N.H.M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Zuraida. 1999. Penggunaan Abu Volkan sebagai Amelioran pada Tanah Gambut dan Pengaruhnya terhadap Sifat Kimia Tanah dan Pertumbuhan Jagung [Tesis]. Bogor: Program Pascasarjana Institut Pertanian Bogor.

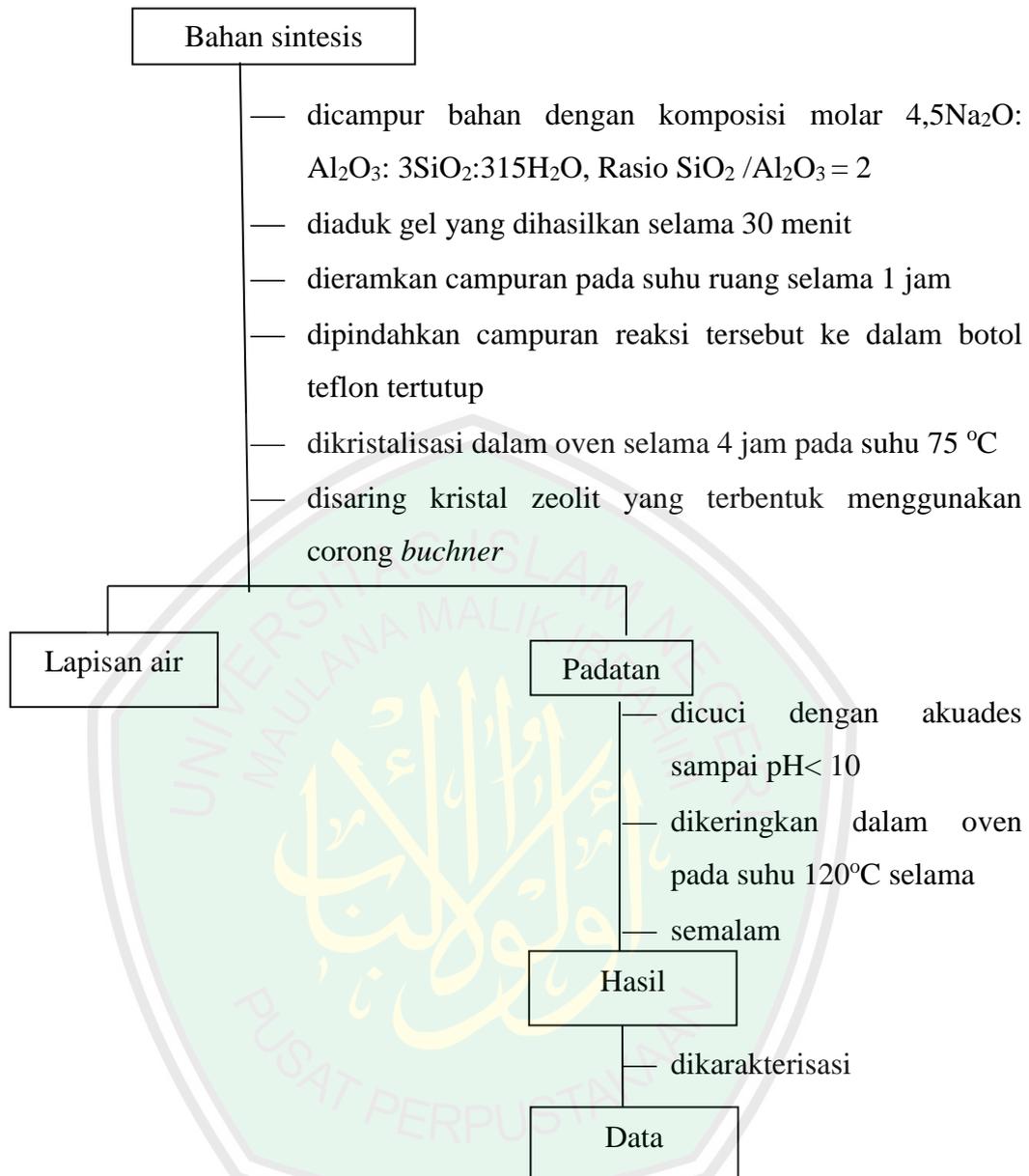
LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja

L.1.1 Preparasi Abu Vulkanik (Pratomo, dkk., 2013)



L.1.2 Sintesis Zeolit X (Masoudian, dkk., 2013)

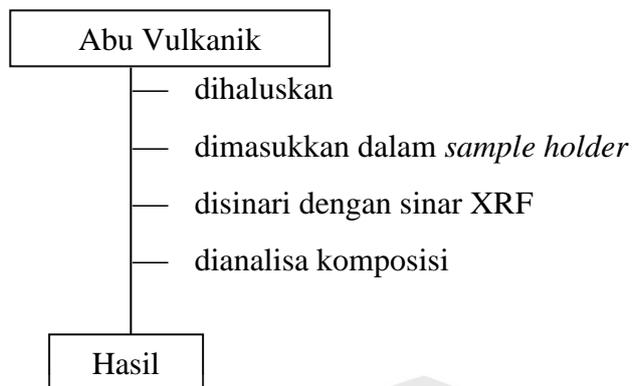


NB:

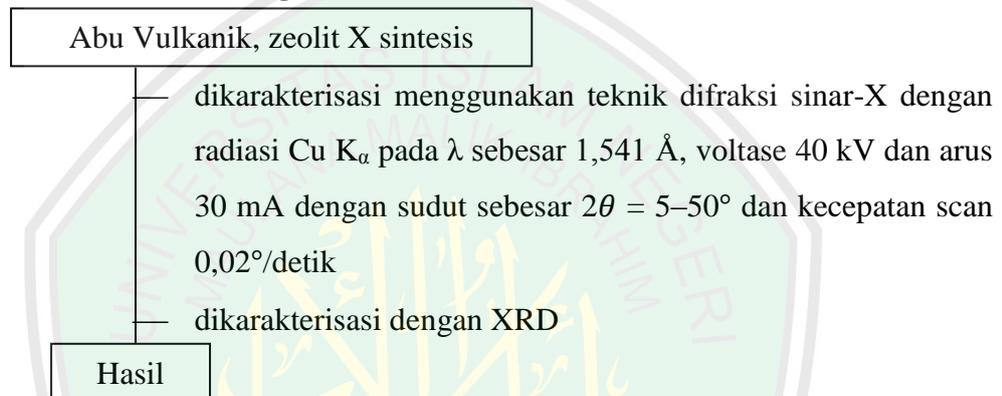
- Dilakukan perlakuan yang sama untuk variasi suhu hidrotermal (proses kristalisasi) pada suhu 90 dan 100 °C.
- Dilakukan juga penambahan TEOS (*tetraethoxysilane*) pada prekursor sebelum diaduk. Penambahan TEOS sebanyak 1 % berat SiO₂ [sebagai pembanding hasil terbaik sintesis zeolit X variasi suhu hidrotermal]

L.1.3 Karakterisasi

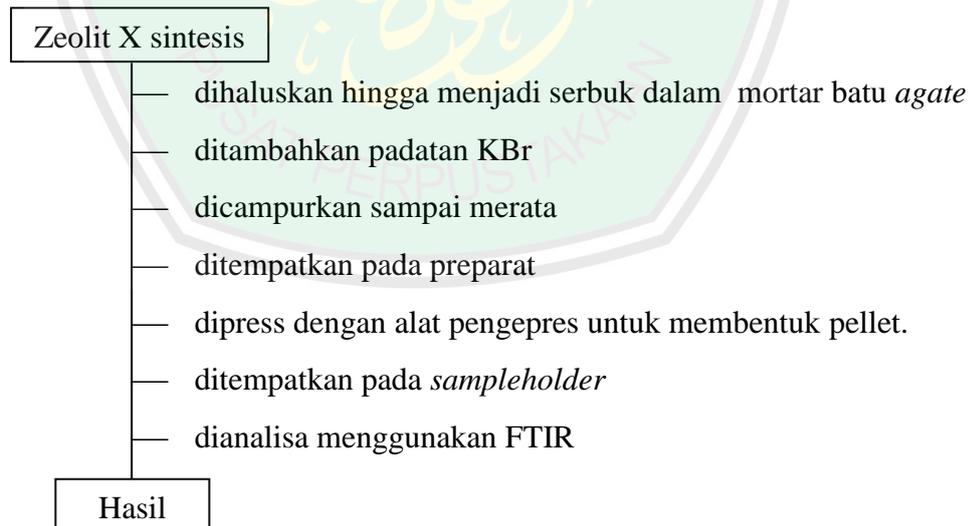
L.1.3.1 Karakterisasi dengan XRF



L.1.3.2 Karakterisasi dengan XRD

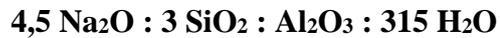


L.1.3.3 Karakterisasi dengan FTIR



Lampiran 2 Perhitungan Komposisi Reaktan

Komposisi reaktan



Contoh :

Karena komposisi reaktan terdapat Na_2O , sedangkan Na_2O merupakan sumber dari NaOH yang digunakan, sehingga dapat diasumsikan sebagai berikut:



1. Na_2O

4,5 mol Na_2O

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

Karena mol dari NaOH adalah dua kali lipat dari mol Na_2O , sehingga banyaknya NaOH yang dibutuhkan adalah

$$\begin{aligned} \text{NaOH} &= \text{gr Na}_2\text{O} \times 2 \\ &= 180 \text{ gr} \times 2 \\ &= 360 \text{ gr} \end{aligned}$$

2. NaOH

Misal: kadar NaOH sebesar 99 %

$$\text{maka berat NaOH yang dibutuhkan} \rightarrow \frac{100}{99} \times 360 \text{ gr} = 363,64 \text{ gr}$$

3. Abu Vulkanik Gunung Kelud (SiO_2)

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

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

Jika: SiO_2 35,3 %

$$\frac{100}{35,3} \times 180,252 \text{ gr} = 510,62 \text{ gr}$$

4. Al₂O₃

Rasio SiO₂/Al₂O₃ ialah 2, maka:

$$\begin{aligned} \text{mol Al}_2\text{O}_3 &= \frac{1}{2} \times 3 \\ &= 1,5 \\ \text{gram Al}_2\text{O}_3 &= \text{mol Al}_2\text{O}_3 \times \text{Mr. Al}_2\text{O}_3 \\ &= 1,5 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\ &= 153 \text{ gram} \end{aligned}$$

5. TEOS (tetraethoxysilane)

$$1\% \text{ berat SiO}_2 \rightarrow \frac{1}{100} \times 510,62 \text{ gr} = 5,106 \text{ gr}$$

Misal: kadar SiO₂ sebesar 98 %

$$\frac{100}{98} \times 5,106 \text{ gr} = 5,21 \text{ gr}$$

Karena densitas TEOS adalah $0,933 \frac{\text{gram}}{\text{mL}}$ maka, volum yang diambil adalah

$$\rho = \frac{m}{v} \rightarrow \text{Volum} = \frac{5,21 \text{ gr}}{0,933 \text{ gr/mL}} = 5,58 \text{ mL}$$

5. H₂O

$$\begin{aligned} 4,5 \text{ mol H}_2\text{O} &= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \\ \text{gr} &= 4,5 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 81 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 315 \text{ mol H}_2\text{O} &= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \\ \text{gr} &= 315 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 5670 \text{ gr} \end{aligned}$$

Reaktan yang dibutuhkan pada saat sintesis zeolit X dengan variasi suhu hidrotermal 75, 90 dan 100 °C:

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

$$\text{➤ } \text{NaOH} = \frac{1}{100} \times 363,63 = 3,63 \text{ gr}$$

$$\text{➤ } 4,5 \text{ mol H}_2\text{O} = 81 \text{ gr}$$

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

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. **Abu Vulkanik Gunung Kelud (SiO₂)** = 510,62 gram
2. **Al₂O₃** = 153 gram
3. **NaOH** = 363,64 gram
4. **H₂O** = 5670 – 84,63 = 5585,37 gram = 5585,37 mL
[Karena densitas air (H₂O) ialah 1 gram/mL]

❖ Perhitungan 1/50 resep

Massa reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. **Abu Vulkanik Gunung Kelud (SiO₂)** = 10,2 gram
2. **Al₂O₃** = 3,06 gram
3. **NaOH** = 7,27 gram
4. **H₂O** = 111,7 gram = 112 gram = 112 mL

Reaktan yang dibutuhkan pada saat sintesis zeolit X dengan penambahan TEOS (*tetraethokxysilane*) :

❖ Yang ada dalam campuran (2 % SiO₂; 1 % NaOH; 4,5 mol H₂O)

- $SiO_2 \text{ dari TEOS} = \frac{2}{100} \times 5,58 = 0,1116 \text{ gr}$
- $NaOH = \frac{1}{100} \times 363,63 = 3,63 \text{ gr}$
- $4,5 \text{ mol } H_2O = 81 \text{ gr}$
- Jadi, H₂O total = 0,1116 gr + 3,63 gr + 81 gr = 84,74 gr

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. **Abu Vulkanik Gunung Kelud (SiO₂)** = 510,62 gram
2. **Al₂O₃** = 153 gram
3. **NaOH** = 363,64 gram
4. **H₂O** = 5670 – 84,74 = 5585,23 gram = 5585,26 mL
[Karena densitas air (H₂O) ialah 1 gram/mL]
5. **TEOS (*tetraethokxysilane*)** = 5,58 mL

❖ Perhitungan 1/50 resep

Massa reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. **Abu Vulkanik Gunung Kelud (SiO₂)** = 10,2 gram
2. **Al₂O₃** = 3,06 gram
3. **NaOH** = 7,27 gram
4. **H₂O** = 111,7 gram = 112 gram = 112 mL
5. **TEOS (*tetraethokxysilane*)** = 0,1116 mL = 0,112 mL

Lampiran 3 Pembuatan Larutan HCl 37 %

Diketahui:

$$\begin{aligned}\rho &= 1,19 \text{ gr/mol} \\ Mr &= 36,5 \text{ gr/mol} \\ \% &= 37\end{aligned}$$

Ditanya:

$$M \text{ HCl} = \dots\dots\dots?$$

Jawab:

$$\begin{aligned}M \text{ HCl} &= \frac{\rho \times 10 \times \%}{Mr} \\ &= \frac{1,19 \times 10 \times 37}{36,5} \\ &= \frac{440,3}{36,5} \\ &= 12,13 \text{ M}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 1 \text{ M} \times 500 \text{ mL} &= 12,13 \text{ M} \times V_2 \\ V_2 &= 41,22 \text{ mL}\end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1 M sebanyak 500 mL, maka diperlukan HCl 37 % sebanyak 41,22 mL.

Lampiran 4 Perhitungan Analisa Data

L.4.1 Perhitungan Ukuran Kristal berdasarkan Persamaan *Debye-Scherrer*

Berdasarkan persamaan *Debye-Scherrer*:

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

Dimana:

D = ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas pucak refleksi (FWHM, radian)

1. Sintesis Zeolit X Suhu 75°C

Diketahui:

λ ($K\alpha$) : 1.54060 Å

β (FWHM) : 0.0669° \longrightarrow $= \frac{0.0669}{180} \times 3.14 = 0.001167$

2θ : 27.0419 \longrightarrow $\theta = \frac{27.0419}{2} = 13.52095$

$\cos \theta$: 0.972284

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.001167 \times 0.972284} = 1221,99 \text{ Å} = \mathbf{122.19 \text{ nm}}$$

2. Sintesis Zeolit X Suhu 90°C

Diketahui:

λ ($K\alpha$) : 1.54060 Å

β (FWHM) : 0.1673° \longrightarrow $= \frac{0.1673}{180} \times 3.14 = 0.002918$

2θ : 28.0395 \longrightarrow $\theta = \frac{28.0395}{2} = 14.01975$

$\cos \theta$: 0.970212

Ditanya : D ?

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.002918 \times 0.970212} = 489.75 \text{ Å} = \mathbf{48.97 \text{ nm}}$$

3. Sintesis Zeolit X Suhu 100°C

Diketahui

λ ($K\alpha$) : 1.54060 Å

β (FWHM) : 0.0502° \longrightarrow $= \frac{0.0502}{180} \times 3.14 = 0,000875$

2θ : 30.4419 \longrightarrow $\theta = \frac{30.4419}{2} = 15.22095$

$\cos \theta$: 0.96492

Ditanya : D ?

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.000875 \times 0.96492} = 1642.22 \text{ \AA} = \mathbf{164.22 \text{ nm}}$$

4. Sintesis Zeolit X Suhu 100°C Penambahan TEOS (*tetraethokxysilane*)

Diketahui

λ (K α) : 1.54060 \AA

β (FWHM) : 0.0502° \longrightarrow = $\frac{0.0502}{180} \times 3.14 = 0,000875$

2 θ : 28.0141 \longrightarrow $\theta = \frac{28.01}{2} = 14.005$

cos θ : 0.970265

Ditanya : D ?

$$D = \frac{\kappa\lambda}{\beta \cos \theta} = \frac{0,9 \times 1.54060}{0.000875 \times 0.970265} = 1633,17 \text{ \AA} = \mathbf{163,17 \text{ nm}}$$

L.4.2 Analisa Data Menggunakan Rietica

L.4.2.1 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 75 °C

PHASE 1: 75

Phase: 1							
PHASE SCALE FACTOR	=	0.100000E-01	0.000000	0.000000			
OVERALL TEMP. FACTOR	=	0.000000	0.000000	0.000000			
CELL PARAMETERS	=	25.701109	-0.003036	0.007134			
		25.701109	-0.003036	0.007134			
		25.701109	-0.003036	0.007134			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
		90.000008	0.000000	0.000000			
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P	
1	16.69	18.29	11.32	0.730	0.878	1335	
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION		
0.2937E+05	0.1759E+06	0.1763E+06	0.1043E+06	0.2613E+01	0.3050E+19		
DERIVED BRAGG R-FACTOR=				7.68			

L.4.2.2 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 90 °C

PHASE 1: 90

```

+-----+
|                               |
|                               | Phase: 1 |                               |
|                               |                               |                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000    0.000000    0.000000
CELL PARAMETERS = 24.933887   -0.000519   0.038471
                  24.933887   -0.000519   0.038471
                  24.933887   -0.000519   0.038471
                  90.000008    0.000000    0.000000
                  90.000008    0.000000    0.000000
                  90.000008    0.000000    0.000000
+-----+
| Hist |  Rp  |  Rwp  |  Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
|   1  | 16.90 | 16.80 |  9.45 |    0.231 |    0.504 | 1335 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2889E+05 | 0.1710E+06 | 0.1713E+06 | 0.1496E+06 | 0.3162E+01 | 0.6197E+16 |
+-----+

```

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 2.49

L.4.2.3 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100 °C

PHASE 1: 100

```

+-----+
|                               |
|                               | Phase: 1 |                               |
|                               |                               |                               |
+-----+
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01    0.000000    0.000000
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000    0.000000    0.000000
CELL PARAMETERS = 25.144888    0.000122    0.014165
                  25.144888    0.000122    0.014165
                  25.144888    0.000122    0.014165
                  90.000008    0.000000    0.000000
                  90.000008    0.000000    0.000000
                  90.000008    0.000000    0.000000
+-----+
| Hist |  Rp  |  Rwp  |  Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
|   1  | 14.63 | 12.64 | 10.03 |    0.484 |    1.002 | 1335 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.2060E+05 | 0.1408E+06 | 0.1411E+06 | 0.1326E+06 | 0.1587E+01 | 0.1237E+17 |
+-----+

```

DERIVED BRAGG R-FACTOR= 1.43

L.4.2.3 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100 °C Penambahan TEOS

PHASE 1: penambahan TEOS

Phase: 1								
PHASE SCALE FACTOR = 0.100000E-01 0.000000 0.000000								
OVERALL TEMP. FACTOR = 0.000000 0.000000 0.000000								
CELL PARAMETERS = 24.732973 -0.004240 0.012177								
24.732973 -0.004240 0.012177								
24.732973 -0.004240 0.012177								
90.000008 0.000000 0.000000								
90.000008 0.000000 0.000000								
90.000008 0.000000 0.000000								
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P		
1	16.02	12.96	8.30	0.375	0.819	1335		
SUMYDIF	SUMYOBS	SUMYCALC	SUMWYOBSQ	GOF	CONDITION			
0.2718E+05	0.1697E+06	0.1698E+06	0.1940E+06	0.2440E+01	0.2106E+18			
DERIVED BRAGG R-FACTOR=				8.51				

L.4.3 Perhitungan Persentase Komposisi Zeolit X

L.4.3.1 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 75 °C

$$\begin{aligned}
 \text{a) Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{110,61}{430,25} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{25,71 \%}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b) Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{319,64}{430,25} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{74,29 \%}
 \end{aligned}$$

L.4.3.1 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 90 °C

$$\begin{aligned}
 \text{c) Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{173,12}{387,01} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{44,73 \%}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{d) Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{213,89}{387,01} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{55,27 \%}
 \end{aligned}$$

L.4.3.1 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100 °C

$$\begin{aligned}
 \text{e) Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{307,76}{438,02} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{70,26 \%}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{f) Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{130,26}{438,02} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{29,74 \%}
 \end{aligned}$$

L.4.3.1 Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100 °C Penambahan TEOS

$$\begin{aligned}
 \text{g) Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{177,62}{466,3} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{38,09 \%}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{h) Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{288,68}{466,3} \times 100 \% \\
 &= \mathbf{61,91 \%}
 \end{aligned}$$

Lampiran 5 Hasil Karakterisasi

L.5.1 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF

L.5.1.1 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Vulkanik Gunung Kelud

Compound		Al	Si	P	K	Ca	Ti
Conc		5.4 +/- 0.9	22.2 +/- 5.1	1.9 +/- 0.4	1.9 +/- 0.2	20.9 +/- 0.99	2.3 +/- 0.07
Unit		%	%	%	%	%	%

Compound		V	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu
Conc		0.17 +/- 0.0099	0.19 +/- 0.005	0.75 +/- 0.09	33.2 +/- 2.9	8.10 +/- 1.53	0.77 +/- 0.16
Unit		%	%	%	%	%	%

Compound		Zn	Sr	Ba	Eu	Re
Conc		0.30 +/- 0.06	0.9 +/- 0.2	0.6 +/- 0.09	0.1 +/- 0.07	0.3 +/- 0.1
Unit		%	%	%	%	%

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

Sample results - Averages

Sample ident	
Sampel abu vulkanik gunung kelud	

Application	<Standardless>
Sequence	Average of 3
Measurement period - start	12-Mar-2015 08:41:52
Measurement period - end	12-Mar-2015 08:47:47
Position	1

L.5.1.1 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Pencucian HCl 1 M



LABORATORIUM SENTRAL MINERAL DAN MATERIAL MAJU
FMIPA UNIVERSITAS NEGERI MALANG (UM)
 Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 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 : PREPARASI SAMPEL DENGAN HCl 1M

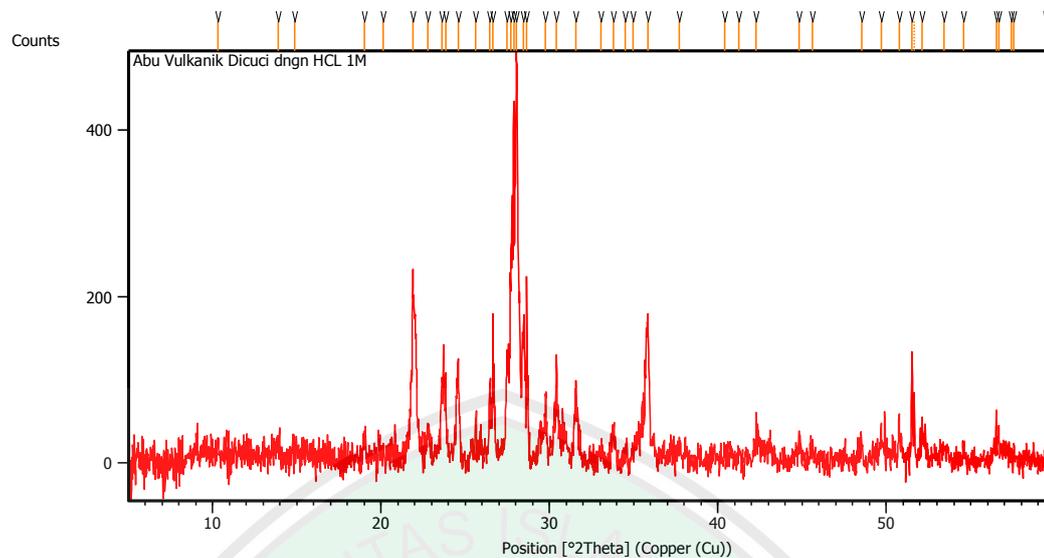
Compound	Conc (%)	Methods
Al	9.2 +/- 0.0096	XRF
Si	35.3 +/- 0.2	
K	2.48 +/- 0.02	
Ca	21.5 +/- 0.04	
Ti	1.36 +/- 0.02	
V	0.04 +/- 0.01	
Cr	0.062 +/- 0.005	
Mn	0.82 +/- 0.008	
Fe	26.5 +/- 0.2	
Ni	0.30 +/- 0.009	
Cu	0.20 +/- 0.005	
Zn	0.01 +/- 0.005	
Sr	1.3 +/- 0.02	
Ba	0.4 +/- 0.05	
Eu	0.3 +/- 0.05	
Yb	0.01 +/- 0.002	
Re	0.3 +/- 0.007	

L.5.2 Hasil Karakterisasi menggunakan XRD

XRD dilakukan menggunakan alat merk Philip di Jurusan Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Industri Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

Diffr Type	: X Pert MPD
Diffr Number	: 1
Anode	: Cu
Labda Alpha 1	: 1.54060
Labda Alpha 2	: 1.54443
Ratio alpha 21	: 0.50000
Generator Voltage	: 40 kV
Tube Current	: 30 A
Data Angle Range	: 0-60 ($^{\circ}$ 2 θ)

L.5.2.1 Pola Difraksi Hasil Pencucian Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan HCl 1M

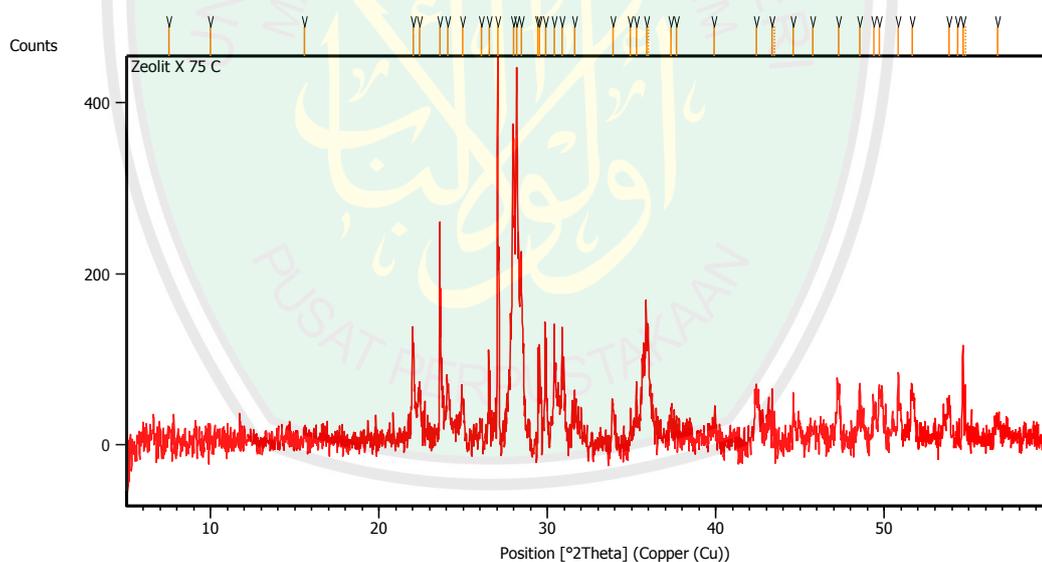


Daftar puncak :

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
10.3161	19.28	0.1338	8.57516	3.89
13.8701	20.76	0.2007	6.38490	4.18
14.8607	13.41	0.2676	5.96141	2.70
19.0183	29.95	0.2007	4.66655	6.04
20.1458	33.04	0.0836	4.40784	6.66
21.8934	247.69	0.0669	4.05979	49.91
22.7918	54.77	0.1673	3.90176	11.04
23.5896	116.88	0.0669	3.77158	23.55
23.8305	131.70	0.0502	3.73399	26.54
24.5715	145.45	0.0669	3.62305	29.31
25.6332	61.08	0.0836	3.47534	12.31
26.4612	110.12	0.1004	3.36843	22.19
26.6402	194.38	0.0502	3.34621	39.17
27.4726	149.39	0.0669	3.24669	30.11
27.6860	221.44	0.0669	3.22214	44.62
27.8683	454.44	0.0335	3.20147	91.58
28.0486	496.24	0.0836	3.18130	100.00
28.4447	164.67	0.1004	3.13791	33.18
28.6515	240.81	0.0335	3.11572	48.53
29.7703	89.29	0.0502	3.00113	17.99
30.4137	124.12	0.0502	2.93910	25.01
31.5498	78.46	0.1171	2.83580	15.81
33.0464	13.00	0.2007	2.71072	2.62
33.7976	37.27	0.2007	2.65217	7.51
34.4705	5.44	0.2007	2.60192	1.10
34.9384	18.92	0.1171	2.56814	3.81
35.8257	165.26	0.0669	2.50654	33.30

37.6961	16.46	0.1673	2.38636	3.32
40.3757	22.04	0.0669	2.23396	4.44
41.2548	12.17	0.1338	2.18836	2.45
42.2749	58.45	0.0669	2.13789	11.78
44.8106	21.64	0.2676	2.02263	4.36
45.5912	19.65	0.1673	1.98980	3.96
48.5225	25.96	0.1338	1.87622	5.23
49.6937	40.03	0.1338	1.83471	8.07
50.7541	60.62	0.0669	1.79884	12.22
51.5198	134.05	0.0816	1.77243	27.01
51.6550	83.86	0.0612	1.77250	16.90
52.1181	54.69	0.0612	1.75348	11.02
53.4408	13.57	0.4896	1.71316	2.73
54.5805	18.67	0.2448	1.68005	3.76
56.5216	61.46	0.0408	1.62687	12.38
56.6565	28.90	0.1020	1.62331	5.82
57.4266	15.53	0.0816	1.60336	3.13
57.5771	22.95	0.0612	1.59953	4.63
59.4661	30.24	0.1632	1.55315	6.09

L.5.2.2 Pola Difraksi Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 75°C

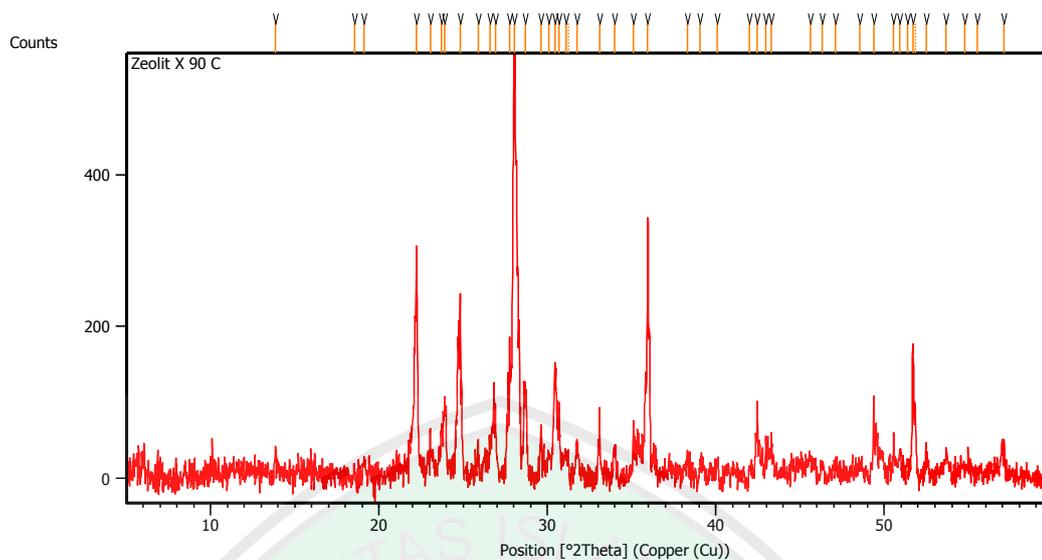


Daftar puncak :

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
7.5319	9.87	0.2007	11.73767	2.04
9.9755	17.65	0.0502	8.86714	3.66
15.5862	15.32	0.1338	5.68552	3.18
22.0077	111.93	0.1004	4.03897	23.19
22.3814	69.99	0.1673	3.97236	14.50
23.6136	237.46	0.0502	3.76780	49.20

24.0724	82.06	0.1673	3.69701	17.00
24.9409	77.37	0.1673	3.57021	16.03
26.0578	39.09	0.2007	3.41966	8.10
26.5330	99.80	0.1004	3.35949	20.68
27.0419	482.60	0.0669	3.29741	100.00
27.9617	369.00	0.0836	3.19099	76.46
28.1616	474.32	0.0669	3.16880	98.28
28.4318	261.20	0.0669	3.13929	54.12
29.4374	148.99	0.0408	3.03180	30.87
29.5332	158.01	0.0408	3.02218	32.74
29.8816	136.91	0.1004	2.99021	28.37
30.4134	164.59	0.0502	2.93912	34.11
30.8613	171.06	0.0502	2.89747	35.45
31.6030	70.57	0.2676	2.83115	14.62
33.8741	76.68	0.1004	2.64635	15.89
34.9333	74.02	0.0502	2.56850	15.34
35.2823	80.82	0.0502	2.54389	16.75
35.8745	168.91	0.1224	2.50117	35.00
35.9647	166.59	0.0816	2.50130	34.52
37.3490	58.98	0.2448	2.40575	12.22
37.6593	56.56	0.0816	2.38664	11.72
39.8950	41.97	0.4896	2.25789	8.70
42.3829	77.19	0.1632	2.13093	15.99
43.3381	84.62	0.0612	2.08615	17.54
43.4766	56.99	0.0612	2.08499	11.81
44.5956	74.83	0.0612	2.03020	15.51
45.7237	28.83	0.4896	1.98270	5.97
47.2617	67.26	0.2040	1.92170	13.94
48.5399	77.52	0.0612	1.87404	16.06
49.3708	45.79	0.1632	1.84443	9.49
49.7048	61.03	0.1020	1.83281	12.65
50.8235	86.68	0.0816	1.79506	17.96
51.6320	70.99	0.1632	1.76884	14.71
53.8211	48.37	0.2040	1.70195	10.02
54.3380	10.64	0.2040	1.68697	2.20
54.6612	110.54	0.0612	1.67776	22.91
54.7982	62.71	0.0612	1.67805	13.00

L.5.2.3 Pola Difraksi Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 90°C

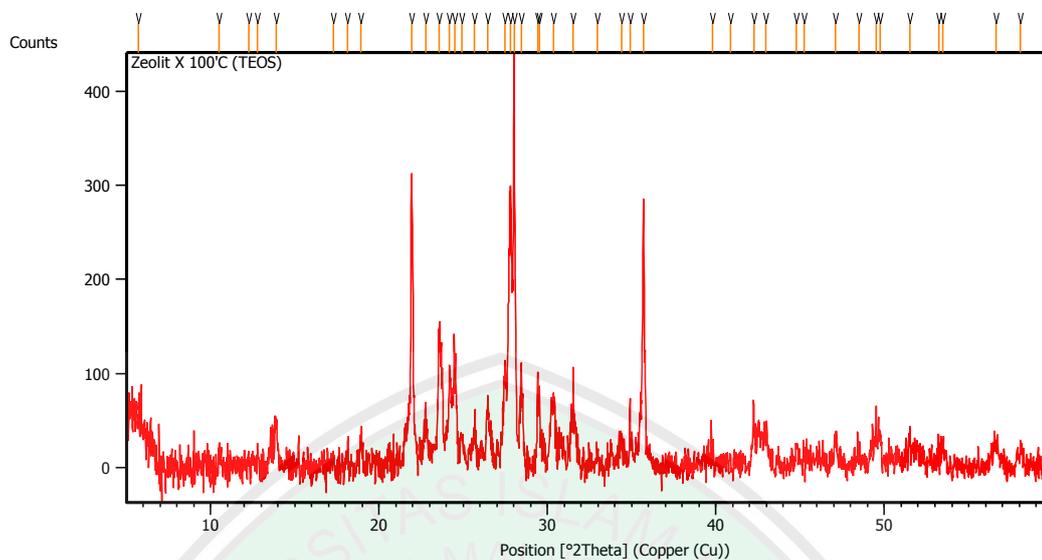


Daftar puncak :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
13.8498	32.22	0.1338	6.39420	6.15
18.5328	15.41	0.1004	4.78769	2.94
19.1086	24.55	0.1673	4.64470	4.68
22.2163	304.37	0.0836	4.00150	58.07
23.0433	71.91	0.0335	3.85973	13.72
23.7230	79.56	0.0836	3.75067	15.18
23.8993	98.94	0.1338	3.72340	18.88
24.8132	253.25	0.0335	3.58829	48.32
25.8740	47.24	0.1004	3.44353	9.01
26.5867	54.38	0.5353	3.35282	10.38
26.8983	114.29	0.0335	3.31468	21.81
27.7700	154.93	0.0502	3.21259	29.56
28.0395	524.12	0.1673	3.18232	100.00
28.6870	109.54	0.0669	3.11194	20.90
29.6209	75.68	0.0669	3.01592	14.44
30.0900	37.01	0.1673	2.96997	7.06
30.4530	143.19	0.1338	2.93539	27.32
30.6894	113.01	0.0502	2.91331	21.56
31.0912	36.85	0.2448	2.87419	7.03
31.2337	44.16	0.0816	2.86851	8.43
31.7592	46.76	0.2040	2.81525	8.92
33.0901	94.92	0.0408	2.70499	18.11
33.9776	33.18	0.1632	2.63635	6.33
35.0997	74.58	0.0612	2.55459	14.23
35.9543	349.03	0.0816	2.49580	66.59
38.2942	15.80	0.3264	2.34851	3.02
39.0716	11.84	0.2040	2.30356	2.26

24.6370	137.93	0.0669	3.61355	41.77
25.7481	26.55	0.3346	3.46009	8.04
26.6685	49.92	0.2007	3.34273	15.12
27.7204	104.23	0.0669	3.21823	31.56
28.0654	259.76	0.0335	3.17945	78.66
28.2864	272.51	0.0502	3.15510	82.52
28.6525	70.80	0.1004	3.11561	21.44
29.7774	63.20	0.0408	2.99795	19.14
30.4419	330.24	0.0502	2.93643	100.00
31.6901	45.80	0.1338	2.82356	13.87
31.8673	59.61	0.0502	2.80827	18.05
33.2599	22.53	0.1338	2.69380	6.82
34.0191	32.75	0.1673	2.63540	9.92
35.3822	19.88	0.1673	2.53694	6.02
35.9059	101.51	0.2342	2.50113	30.74
37.4421	30.17	0.1338	2.40196	9.14
42.5145	42.48	0.2007	2.12639	12.86
43.1533	25.96	0.2007	2.09639	7.86
44.5872	61.06	0.0612	2.03056	18.49
44.7147	56.13	0.0612	2.02507	17.00
45.0487	29.84	0.0836	2.01249	9.03
46.3930	24.14	0.0612	1.95564	7.31
47.3696	21.99	0.2342	1.91916	6.66
48.3008	52.06	0.0612	1.88276	15.76
49.4598	30.36	0.0669	1.84284	9.19
49.9227	24.65	0.2007	1.82684	7.46
51.6966	106.58	0.0612	1.76678	32.27
51.8282	60.14	0.0669	1.76407	18.21
52.5828	14.14	0.2676	1.74051	4.28
53.7522	18.73	0.4015	1.70538	5.67
54.6713	10.62	0.2676	1.67886	3.22
56.7844	74.00	0.0612	1.61996	22.41
56.9307	51.55	0.0816	1.61615	15.61
58.5261	12.66	0.1004	1.57714	3.83

L.5.2.5 Pola Difraksi Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100°C Penambahan TEOS
(*tetraethoxysilane*)



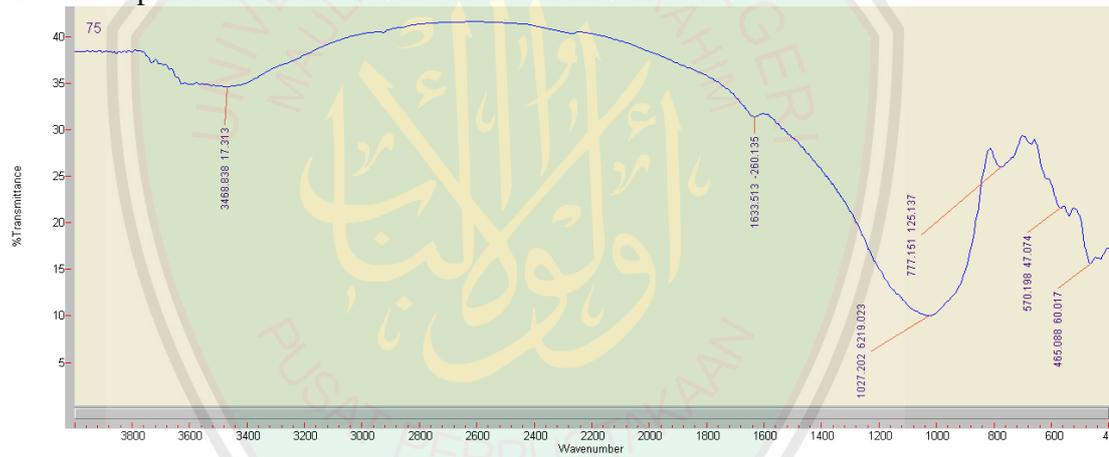
Daftar puncak :

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.7034	53.55	0.5353	15.49578	12.08
10.5065	17.05	0.1004	8.42019	3.85
12.2670	11.61	0.1004	7.21545	2.62
12.7847	20.21	0.1338	6.92442	4.56
13.8700	48.07	0.1338	6.38493	10.84
17.2747	14.27	0.2007	5.13343	3.22
18.1072	17.98	0.1004	4.89925	4.05
18.9363	33.07	0.1338	4.68658	7.46
21.9375	278.15	0.0836	4.05174	62.73
22.7562	55.60	0.1338	3.90777	12.54
23.5730	147.96	0.0836	3.77419	33.37
24.1902	108.53	0.0836	3.67927	24.48
24.4981	100.04	0.1338	3.63373	22.56
24.8966	31.91	0.1673	3.57646	7.20
25.6412	34.72	0.2007	3.47427	7.83
26.4475	63.14	0.1338	3.37016	14.24
27.4802	102.62	0.1338	3.24581	23.14
27.8015	301.07	0.0669	3.20902	67.90
28.0141	443.42	0.0502	3.18514	100.00
28.4470	111.62	0.0502	3.13765	25.17
29.4207	96.78	0.0612	3.03348	21.83
29.5003	87.13	0.0502	3.02798	19.65
30.3657	70.09	0.1338	2.94363	15.81
31.5153	107.82	0.0502	2.83882	24.31
32.9528	13.57	0.1673	2.71820	3.06
34.3988	30.21	0.2676	2.60718	6.81

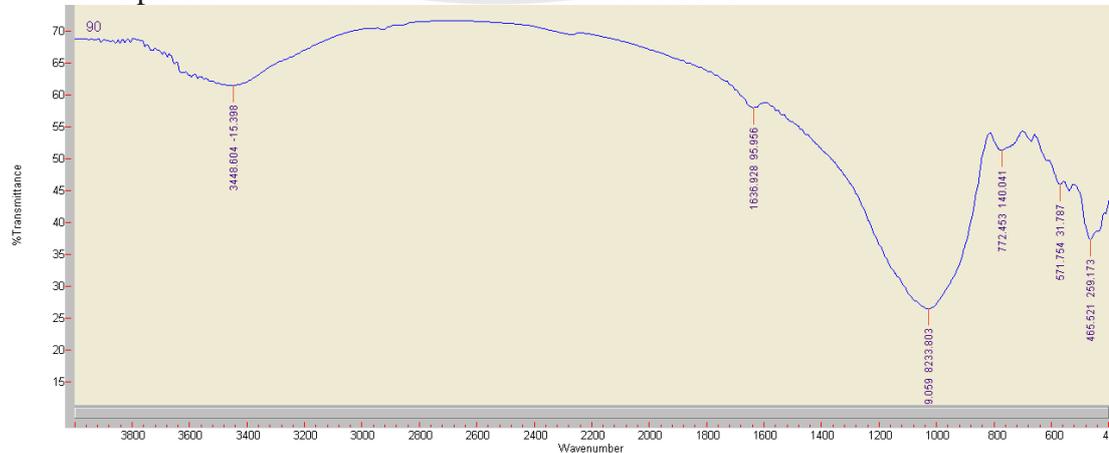
34.8968	74.56	0.0408	2.56898	16.81
35.6954	285.53	0.0669	2.51539	64.39
39.7751	10.45	0.1673	2.26629	2.36
40.8427	7.50	0.1004	2.20949	1.69
42.2353	68.11	0.0502	2.13980	15.36
42.9383	37.29	0.2007	2.10638	8.41
44.7804	23.79	0.1004	2.02392	5.36
45.2128	13.80	0.0612	2.00391	3.11
47.1012	30.02	0.1338	1.92947	6.77
48.5010	14.03	0.4015	1.87701	3.16
49.5039	49.00	0.0612	1.83978	11.05
49.7271	33.98	0.1171	1.83356	7.66
51.5200	21.34	0.2676	1.77389	4.81
53.2208	33.11	0.0612	1.71972	7.47
53.4844	22.19	0.2676	1.71328	5.00
56.6172	22.08	0.2676	1.62569	4.98
58.0694	16.91	0.3346	1.58845	3.81

L.5.3 Hasil Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

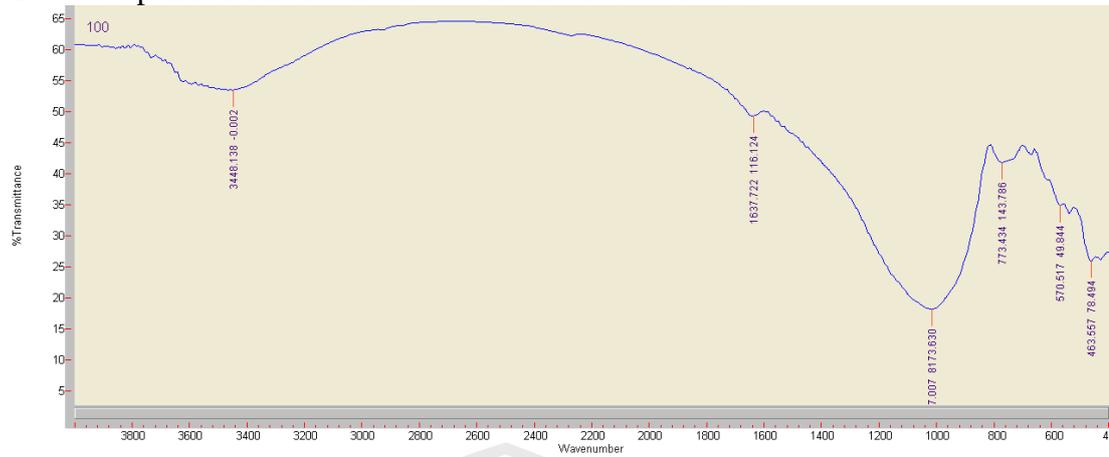
L.5.3.1 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 75°C



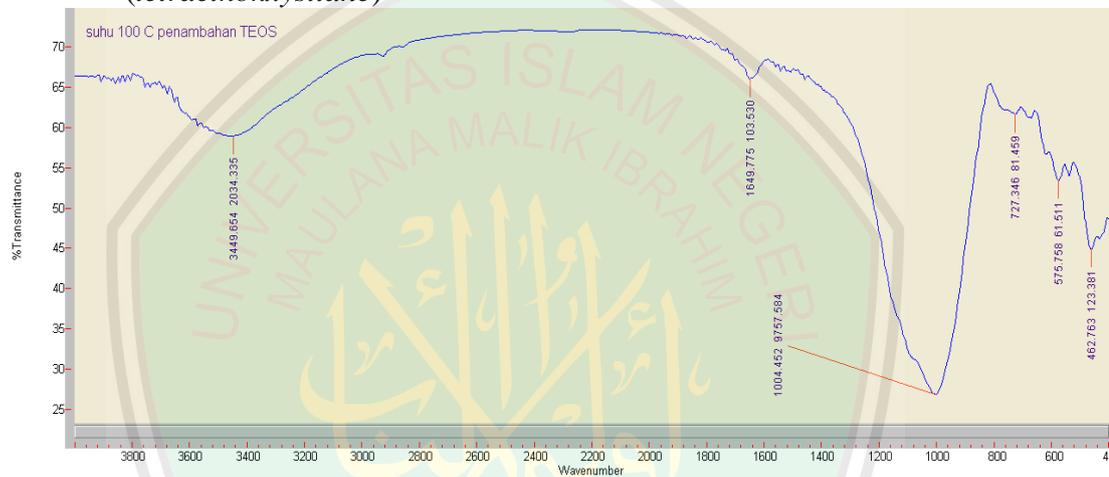
L.5.3.2 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 90°C



L.5.3.3 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100°C



L.5.3.4 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Suhu 100°C Penambahan TEOS (*tetraethokxysilane*)



Lampiran 6 Data Standar Zeolit X dan Zeolit A (Treacy and Higgins, 2001)

L.6.1 Data standar Zeolit X

FAU

Na-X, Hydrated

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_{88}(\text{H}_2\text{O})_{220}] [\text{Si}_{104}\text{Al}_{88}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{40.32}(\text{H}_2\text{O})_{171.84}] [\text{Si}_{103.68}\text{Al}_{88.32}\text{O}_{384}]$

CRYSTAL DATA: $Fd\bar{3}$ (No. 203) origin at centre ($\bar{3}$)
 $a = 25.028 \text{ \AA}$ $b = 25.028 \text{ \AA}$ $c = 25.028 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
 X-ray single crystal refinement, $R = 0.09$

REFERENCE: D. H. Olson,
J. Phys. Chem. **74** 2758–2764 (1970).

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}
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

L.6.2 Data standar zeolit A

LTA

Linde Type A, Hydrated

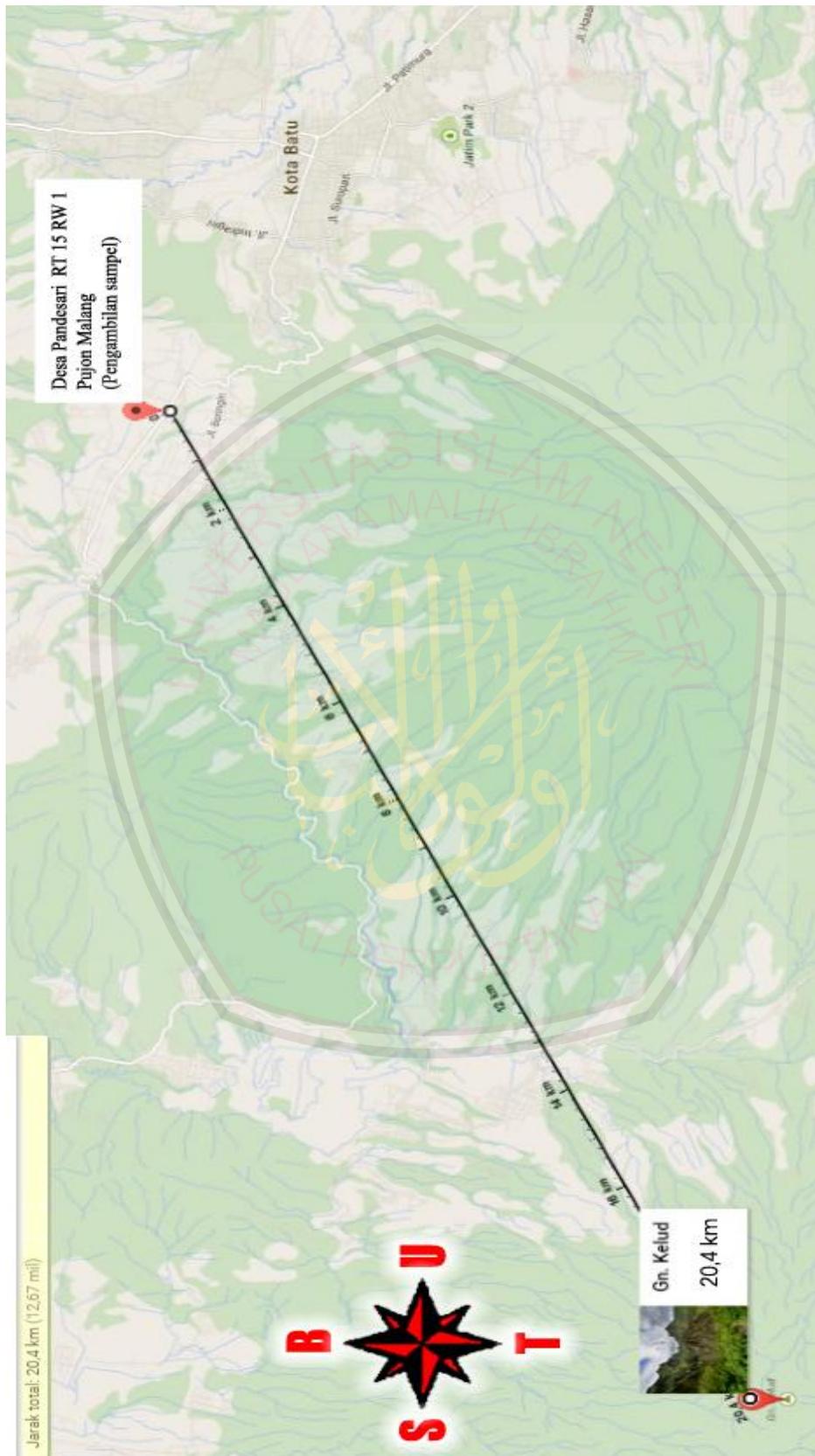
CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_{96}(\text{H}_2\text{O})_{216}] [\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{64}(\text{H}_2\text{O})_{326.71}] [\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$

CRYSTAL DATA: $Fm\bar{3}c$ (No. 226)
 $a = 24.61 \text{ \AA}$ $b = 24.61 \text{ \AA}$ $c = 24.61 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
 X-ray single crystal refinement, $R_w = 0.04$

REFERENCE: V. Gramlich and W. M. Meier,
Z. Kristallogr. **133** 134–149 (1971).

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	<i>I</i> _{rel}
2	0	0	7.18	12.305	6	100.0	8	2	2	30.83	2.900	24	5.4	8	6	6	42.85	2.110	24	2.3
2	2	0	10.17	8.701	12	51.3	6	6	0	30.83	2.900	12	2.3	10	6	0	42.85	2.110	24	1.2
2	2	2	12.46	7.104	8	31.8	6	6	2	31.70	2.823	24	0.2	10	6	2	43.51	2.080	48	1.8
4	0	0	14.40	6.153	6	0.5	8	4	0	32.54	2.751	24	9.3	8	8	4	44.16	2.051	24	0.9
4	2	0	16.11	5.503	24	20.3	8	4	2	33.37	2.685	48	3.0	12	0	0	44.16	2.051	6	7.8
4	2	2	17.65	5.023	24	2.4	6	6	4	34.18	2.623	24	27.1	12	2	0	44.80	2.023	24	0.5
4	4	0	20.41	4.350	12	3.6	9	3	1	34.77	2.580	48	0.1	12	2	2	45.44	1.996	24	0.1
5	3	1	21.36	4.160	48	2.1	8	4	4	35.75	2.512	24	4.7	12	4	0	46.69	1.946	24	0.2
6	0	0	21.67	4.102	6	10.6	10	0	0	36.51	2.461	6	4.1	10	8	0	47.30	1.922	24	2.3
4	4	2	21.67	4.102	24	22.8	8	6	0	36.51	2.461	24	0.4	8	8	6	47.30	1.922	24	4.2
6	2	0	22.85	3.891	24	1.2	10	2	0	37.26	2.413	24	0.1	12	4	2	47.30	1.922	48	0.3
6	2	2	23.99	3.710	24	44.3	10	2	2	38.00	2.368	24	1.6	10	8	2	47.91	1.899	48	5.1
4	4	4	25.07	3.552	8	0.7	6	6	6	38.00	2.368	8	1.4	10	6	6	48.51	1.876	24	0.3
6	4	0	26.11	3.413	24	10.1	8	6	4	39.43	2.285	48	1.0	12	4	4	49.11	1.855	24	0.9
6	4	2	27.11	3.289	48	41.0	10	4	0	39.43	2.285	24	0.3	10	8	4	49.70	1.834	48	1.8
8	0	0	29.03	3.076	6	0.4	10	4	2	40.14	2.247	48	2.2	12	6	0	49.70	1.834	24	0.9
6	4	4	29.94	2.984	24	19.7	8	8	0	41.51	2.175	12	4.3							
8	2	0	29.94	2.984	24	19.9	10	4	4	42.19	2.142	24	3.4							

Lampiran 7 Peta Pengambilan Sampel Abu Vulkanik



Gambar 3.1 Peta letak pengambilan sampel abu vulkanik Gunung Kelud

Lampiran 8 Dokumentasi



Proses pengayakan abu vulkanik



Abu Vulkanik Sebelum preparasi



Abu Vulkanik sesudah preparasi



TEOS (*Tetraethoxysilane*)



Proses penimbangan



Bahan yang digunakan (1) Abu vulkanik (2) Al_2O_3 (3) NaOH



pH ketika pencampuran semua bahan reaktan



Proses pengadukan dengan *magnetic stirrer*



Proses pemeraman



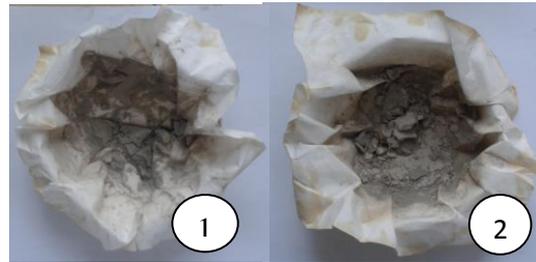
Sampel dalam botol PP hidrotermal



Proses kristalisasi dengan oven



Sampel setelah pencucian dengan Akuades (1) T= 90 °C (2) T= 100 °C



Zeolit X yang telah dikalsinasi (1) T= 90 °C (2) T= 100 °C



Produk zeolit X sintesis (1) T= 75 °C (2) T= 90 °C (3) T= 100 °C



Produk zeolit X sintesis T= 100 °C (1) tanpa penambahan TEOS (2) penambahan TEOS



Produk hasil sintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud
 (1) Hasil sintesis pada suhu hidrotermal 75 °C
 (2) Hasil sintesis pada suhu hidrotermal 90 °C
 (3) Hasil sintesis pada suhu hidrotermal 100 °C
 (4) Hasil sintesis pada suhu hidrotermal 100 °C dengan penambahan TEOS