

**SINTESIS ZEOLIT NaX DARI KAOLIN ALAM DENGAN METODE
SONIKASI MENGGUNAKAN VARIASI KONSENTRASI TEMPLAT
ORGANIK**

SKRIPSI

**Oleh :
NURUL QOMARIYAH
NIM. 15630100**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**SINTESIS ZEOLIT NaX DARI KAOLIN ALAM DENGAN METODE
SONIKASI MENGGUNAKAN VARIASI KONSENTRASI TEMPLAT
ORGANIK**

SKRIPSI

**Oleh :
NURUL QOMARIYAH
NIM. 15630100**

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

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

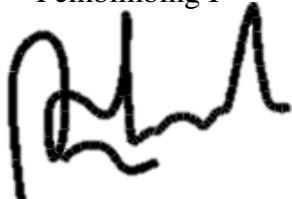
**SINTESIS ZEOLIT NaX DARI KAOLIN ALAM DENGAN METODE
SONIKASI MENGGUNAKAN VARIASI KONSENTRASI TEMPLAT
ORGANIK**

SKRIPSI

**Oleh :
NURUL QOMARIYAH
NIM. 15630100**

Telah disetujui oleh:

Pembimbing I



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

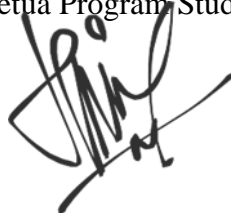
Pembimbing II



Oky Bagas Prasetyo, M.Pd
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,

Ketua Program Studi



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010


**SINTESIS ZEOLIT NaX DARI KAOLIN ALAM DENGAN METODE
SONIKASI MENGGUNAKAN VARIASI KONSENTRASI TEMPLAT
ORGANIK**

SKRIPSI

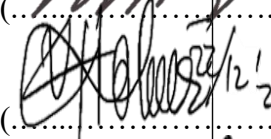
**Oleh :
NURUL QOMARIYAH
NIM. 15630100**

Telah dipertahankan di depan dewan penguji skripsi dan dinyatakan diterima
sebagai salah satu persyaratan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 24 Desember 2021

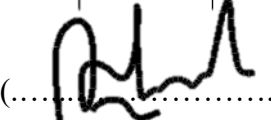
Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001

(.....)


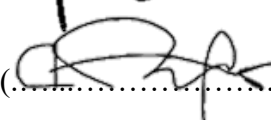
Ketua Penguji : Nur Aini, M.Si
NIP. 19840608201903 2 009

(.....)


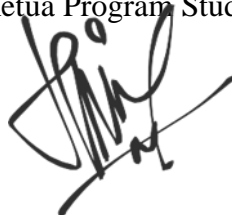
Sekretaris Penguji : Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

(.....)


Anggota Penguji : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd
NIDT. 19890113 20180201 1 244

(.....)


Mengetahui,
Ketua Program Studi



Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Nurul Qomariyah

NIM : 15630100

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Sintesis Zeolit NaX dari Kaolin Alam dengan Metode Sonikasi Menggunakan Variasi Konsentrasi Templat Organik"

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggungjawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 20 Desember 2019
Yang Membuat Pernyataan,



Nurul Qomariyah
NIM. 15630100

MOTTO

**“Hidup Itu Tentang Mengetahui Siapa
Diri Ini dan Siapa Tuhan**

**Aku Hidup Hanya untuk Mengabdikan
Kepada Tuhan dan Bermanfaat Terhadap
Makhluk Tuhan”**



HALAMAN PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk keluarga, sahabat, dan teman-teman saya. Terimakasih atas perhatian dan semangat yang telah kalian diberikan kepada saya. Teruntuk ayah, terimakasih atas kepercayaannya selama ini sehingga saya bisa menempuh pendidikan di luar kota. Terimakasih juga telah selalu mengingatkan saya untuk hanya fokus bertasbih pada Tuhan, melakukan semua hal di dunia sebagai bentuk rasa cinta terhadap Tuhan dan selalu menikmati semua perjalanan hidup, karena dari nasehat tersebut bisa membuat saya selalu semangat. teruntuk ibu dan kedua adik saya, terimakasih karena selama ini kalian selalu menghibur dan memberi warna.

Kepada teman-teman kelas C terimakasih kalian telah mengajarkan tentang ketulusan dalam pertemanan, keharmonisan, kekompakan, kekeluargaan, dan kesetiaan. Banyak yang bisa dipelajari selama berkuliah bersama kalian.

KATA PENGANTAR

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis Zeolit NaX dari Kaolin dengan Metode Sonikasi dengan Variasi Konsentrasi Templat Organik”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad SAW, yang menjadi suri tauladan bagi kita semua. Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini tidak akan terwujud tanpa adanya bantuan dan dorongan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Ayah dan Ibu tercinta. Terimakasih atas segala do'a, kepercayaan, cinta kasih yang tiada henti diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan pencerahan dan penguatan yang sangat berarti bagi penulis.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M,Si, Ibu Susi Nurul Khalifah, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan banyak arahan, masukan, serta motivasi dalam membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M,Si selaku ketua jurusan Kimia dan seluruh Dosen pengajar kimia yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat bagi penulis.
4. Teman-teman mahasiswa angkatan 2015, terutama teman-teman *“kaolin team”* yang telah banyak membantu penulis dan memberikan dukungan dalam menyusun skripsi ini.
5. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan proposal ini baik berupa moril maupun materil.

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

Malang, 5 Februari 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN OROSINALITAS PENELITIAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRAC.....	xiv
مستخلص البحث.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Tujuan Penelitian.....	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Manfaat Kaolin dalam Perspektif Islam	7
2.2 Sintesis Metakaolin dengan Metode Alkalifusi.....	9
2.3 Karakterisasi Zeolit Faujasit	15
2.4 Sintesis Zeolit Menggunakan Template Organik	18
2.5 Karakterisasi Sintesis Zeolit NaX.....	29
BAB III METODE PENELITIAN	34
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	34
3.2 Alat dan Bahan	34
3.2.1 Alat	34
3.2.2 Bahan	34
3.3 Rancangan Penelitian.....	35
3.4 Tahapan Penelitian.....	35
3.5 Prosedur Penelitian	35
3.5.1 Preparasi Kaolin Alam.....	35
3.5.2 Pengubahan Kaolin Menjadi Metakaolin	36
3.5.3 Sintesis Zeolit Faujasit dengan Metode Sonikasi Menggunakan Variasi Konsentrasi Template Organik	36
3.5.4 Karakterisasi	37
3.5.4.1 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaY Menggunakan XRF	37
3.5.4.2 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaY Menggunakan XR	38

3.5.4.3 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaY Menggunakan SEM.....	38
3.5.4.4 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit NaY Menggunakan FTIR	39
3.5.5 Analisis Data.....	39
3.5.5.1 Analisis Kemurnian.....	39
3.5.5.2 Analisis Ukuran Kristal.....	40
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	41
4.1 Karakteristik Kaolin Blitar	41
4.2 Karakteristik Kaolin Setelah Proses Alkali Fusi	44
4.3 Karakterisasi Zeolit NaX Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Mol Templat Organik.....	47
2.4 Sintesis Zeolit dalam perspektif Islam.....	54
BAB V PENUTUP.....	58
5.1 Kesimpulan.....	58
5.2 Saran	58
DAFTAR PUSTAKA	60
LAMPIRAN.....	66

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Kaolin.....	8
Gambar 2.2	Struktur Metakaolin.....	9
Gambar 2.3	Difraktogram kaolin sebelum dan setelah proses kalsinasi.....	11
Gambar 2.4	Konversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi	11
Gambar 2.5	Spektra Inframerah.....	12
Gambar 2.6	Morfologi SEM Kaolin Alam	15
Gambar 2.7	Struktur Kimia Zeolit	16
Gambar 2.8	Unit Struktural dari Zeolit A, Sodalit dan Faujasit	16
Gambar 2.9	Kerangka Zeolit NaX	18
Gambar 2.10	Pola Difraktogram Sinar-X	21
Gambar 2.11	Struktur TMAOH	22
Gambar 2.12	Proses Pembentukan Zeolit	23
Gambar 2.13	Pola Difraktogram Sinar-X	24
Gambar 2.14	Pola Difraktogram XRD Zeolit X Standar.....	25
Gambar 2.15	Pola Difraktogram XRD Zeolit Y Standar.....	26
Gambar 2.16	Difragtogram Sintesis Zeolit X dari SiO ₂ dan Al ₂ O ₃	27
Gambar 2.17	Hasil Karakterisasi Zeolite NaY Tanpa Templat Organik dengan Analisa XRD	30
Gambar 2.18	Difragtogram Sintesis Zeolit Metode Sonikasi	31
Gambar 2.19	Hasil Karakterisasi Zeolite NaY dengan Templat Organik dengan Analisa XRD	32
Gambar 2.20	Hasil Karakterisasi Zeolite NaY Tanpa Templat Organik Menggunakan SEM.....	33
Gambar 4.1	Difraktogram (a) StandarKaolin (b) Standar Kuarsa (c) Kaolin Aktifasi (Q= Kuarsa dan K=Kaolin	44
Gambar 4.2	Difraktogram (a) Standar Kuarsa (b) Standar Sosium Silikat (c) Standar Kaolin (d) Kaolin Aktifasi (e) Metakaolin Percobaan 1 (f) Metakaolin Percobaan 2 (K=Kaolin, SS = Sosium Silikat, dan Q=Kuarsa)	45
Gambar 4.3	Morfologi SEM (a) Kaolin Blitar perbesaran 30.000x (b) Sodium Silikat Perbesaran 10.000x	46
Gambar 4.4	Difraktogram (a) Standar Zeolit NaX, Zeolit NaX variasi TMAOH sonikator batch (b) 1 mol, (c) 1,4 mol (d) 2 mol (e) Zeolit NaX Sonicator Vibracell	51
Gambar 4.5	Spektra FTIR (a) Standar Kuarsa (b) Kaolin Aktifasi (c) Metakaolin (d) Zeolit NaX.....	49
Gambar 4.6	Morfologi SEM Zeolit Menggunakan Sonicator Batch Perbesaran 10.000 (a) 1 mol TMAOH (b) 1,4 mol TMAOH (c) 2 mol TMAOH.....	53

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kadar Unsur pada Kaolin Standar	8
Tabel 2.2	Interpretasi Spektra FTIR Kaolin dan Metakaolin.....	14
Tabel 2.3	Templat Ogranik untuk Berbagai Jenis Zeolit	20
Tabel 2.4	Data Hasil Perbandingan 2 Theta.....	27
Tabel 2.5	Data Hasil Perhitungan Ukuran Kristal	28
Tabel 2.6	Data Hasil Perhitungan Jarak Antar Kristal.....	28
Tabel 2.7	Hasil Analisa dengan XRF.....	29
Tabel 2.8	Hasil Analisa dengan XRF.....	29
Tabel 2.9	Hasil Analisa dengan XRF.....	30
Tabel 4.1	Kandungan Mineral Kaolin.....	42
Tabel 4.2	Interpretasi Spektra FTIR Zeolit NaX dengan Standar.....	52

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir	66
Lampiran 2 Perhitungan.....	69
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRF	75
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi Menggunakan XRD	76
Lampiran 5 Standar XRD.....	81
Lampiran 6 Hasil Karakterisasi Menggunakan FTIR	82
Lampiran 7 Hasil Karakterisasi Menggunakan SEM.....	84

ABSTRAK

Qomariyah, Nurul. 2021. **Sintesis Zeolit NaX dari Kaolin alam Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Konsentrasi Templat Organik**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing : Elok Kamilah Hayati, M.Si.

Kata kunci: Kaolin, Metode Sonikasi, Zeolit NaX, TMAOH

Penelitian menggunakan kaolin Blitar sebagai sumber silika dan alumina dalam sintesis zeolit NaX telah dilakukan. Kandungan silika dalam kaolin alam Blitar adalah 51,6 %, alumina 7,9 %, dan logam-logam pengotor lainnya. Kaolin terlebih dahulu diubah menjadi material yang lebih reaktif dengan proses alkali fusi. Sintesis zeolit NaX dilakukan dengan variasi mol *template* organik TMAOH menggunakan sonikasi selama 2 jam. Karakteristik dari kaolin, kaolin setelah proses alkalifusi dan zeolit NaX hasil sintesis telah diketahui melalui analisis dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui kemurnian zeolit, spektroskopi inframerah (FTIR) untuk mengetahui gugus zeolit yang terbentuk, dan SEM untuk mengetahui morfologinya.

Kaolin alam Blitar memiliki puncak difraksi kuarsa dengan intensitas tinggi dan puncak kaolin yang lebih rendah. Pada difraktogram kaolin setelah proses alkali fusi jumlah kuarsa dan kaolin telah banyak berkurang dan terbentuk sodium silikat. Hasil sintesis zeolit dengan *sonicator batch* masih berupa *amorf* dan pada penggunaan *sonicator vibracell* terbentuk satu puncak zeolit NaX. Spektra FTIR menunjukkan perubahan kaolin menjadi metakaolin ditandai dengan menghilangnya serapan pada daerah 796 cm^{-1} dan munculnya bilangan gelombang 991 cm^{-1} dimana kuarsa bertransformasi menjadi sodium silikat. Perubahan sodium silikat menjadi zeolite NaX ditunjukkan dengan menghilangnya bilangan gelombang 1392 cm^{-1} dan munculnya bilangan gelombang 547 cm^{-1} yang menunjukkan adanya fregangan cincin D6R. Morfologi kaolin berupa lempengan pipih yang berlapis-lapis, sementara metakaolin berubah menjadi tidak beraturan, dan morfologi zeolit NaX hasil sintesis juga tidak beraturan.

ABSTRACT

Qomariyah, Nurul. 2021. **Synthesis of NaX Zeolite from Natural Kaolin Using Sonication Method with Variations in Concentration of Organic Templates.** Essay. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Supervisor: Elok Kamilah Hayati, M.Sc.

Keywords: Kaolin, Sonication Method, Zeolite NaX, TMAOH

Research using Blitar kaolin as a source of silica and alumina in the synthesis of NaX zeolite has been carried out. The silica content in Blitar's natural kaolin is 51.6%, alumina 7.9%, and other metal impurities. Kaolin is first converted to metakaolin by the alkaline fusion process. The synthesis of NaX zeolite was carried out with various moles of organic TMAOH template using sonication for 2 hours. The characteristics of the synthesized kaolin, metakaolin and zeolite NaX have been known through analysis by X-ray diffraction (XRD) to determine the purity of the zeolite, infrared spectroscopy (FTIR) to determine the zeolite group formed, and SEM to determine the morphology.

Natural kaolin in Blitar has diffraction peaks with high intensity of quartz and kaolin, while in the metakaolin diffractogram the number of quartz and kaolin peaks decreases and sodium silicate peaks are formed. The results of the synthesis with a batch sonicator did not form zeolite and with the use of a vibracell sonicator, one peak of zeolite was formed on the diffractogram. The FTIR spectra showed the change of kaolin to metakaolin was indicated by the disappearance of absorption in the 796 cm⁻¹ region and the appearance of a wave number of 991 cm⁻¹ where the quartz was transformed into sodium silicate. The change of sodium silicate to zeolite NaX was indicated by the disappearance of the wave number of 1392 cm⁻¹ and the appearance of the wave number of 547 cm⁻¹ which indicated the presence of ring stretching D6R. The morphology of kaolin is in the form of flat plates in layers, while metakaolin turns into irregular shape, and the morphology of the synthesized zeolite is amorphous.

الملخص

قمرية ، نورول. ٢٠٢١. تركيب وتوصيف الزيوليت NaX من الكاولين الطبيعي باستخدام طريقة الصوتنة مع اختلافات في تركيز القوالب العضوية. البحث الجامعي. شعبة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: سوسي نور خليفة، الماجستير، المشرف الثاني: من الجيد أننا نعيش

الكلمات الرئيسية: الكاولين ، طريقة الصوتنة ، الزيوليت NaX ، TMAOH

تم إجراء بحث باستخدام بليتار كاولين كمصدر للسيليكا والألومينا في تخليق زيوليت NaX. محتوى السيليكا في الكاولين الطبيعي لبليتار هو ١٥,٦٪ والألومينا ٧,٩٪ وشوائب معدنية أخرى. يتم تحويل الكاولين أولاً إلى ميتاكاولين عن طريق عملية الاندماج القلوي. تم إجراء تصنيع زيوليت NaX باستخدام مولات مختلفة من قالب TMAOH العضوي باستخدام صوتنة لمدة ساعتين. تم التعرف على خصائص الكاولين المركب والميتاكاولين والزيوليت NaX من خلال التحليل عن طريق حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد نقاء الزيوليت ، والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء (FTIR) لتحديد مجموعة الزيوليت المتكونة ، و SEM لتحديد التشكل.

يحتوي الكاولين الطبيعي في بليتار على قمم حيود مع كثافة عالية من الكوارتز والكاولين ، بينما في حيود الميتاكاولين ، ينخفض عدد قمم الكوارتز والكاولين وتشكل قمم سيليكات الصوديوم. لم تشكل نتائج التوليف باستخدام جهاز صوتي دفعي زيوليت وباستخدام جهاز صوت اهتزازي ، تم تشكيل ذروة زيوليت واحدة على مخطط الحيود. أظهر أطياف FTIR أن تغير الكاولين إلى ميتاكاولين تمت الإشارة إليه من خلال اختفاء الامتصاص في منطقة ٦٩٧ سم^{-١} وظهور رقم موجة ١٩٩ سم^{-١} حيث تم تحويل الكوارتز إلى سيليكات الصوديوم. تمت الإشارة إلى تغيير سيليكات الصوديوم إلى زيوليت NaX باختفاء الموجة رقم ٢٩٣١ سم^{-١} وظهور رقم الموجة ٧٤٥ سم^{-١} مما يدل على وجود حلقة تمتد D6R. تكون مورفولوجيا الكاولين على شكل ألواح مسطحة في طبقات ، بينما يتحول الميتاكاولين إلى شكل غير منتظم ، ويكون شكل الزيوليت المركب غير متبلور.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kaolin alam memiliki komponen utama silika dan alumina, sehingga dapat digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit (Alkan, dkk., 2005). Perubahan Kaolin menjadi zeolit memiliki beberapa keuntungan diantaranya luas permukaan zeolit ($23 \text{ m}^2/\text{g}$) lebih besar dari pada kaolin ($8 \text{ m}^2/\text{g}$). Zeolit juga memiliki struktur tiga dimensi, sehingga banyak digunakan sebagai katalis dari beberapa reaksi (Ulfah, dkk., 2006) serta memiliki kemampuan adsorpsi dan kapasitas tukar ion lebih besar dari pada kaolin. Kaolin alam memiliki kandungan alumina dan silika dengan rasio ≥ 1 , sehingga merupakan material ideal untuk sintesis zeolit dengan kandungan rendah silika seperti Faujasit (zeolit X dan Y) dan zeolit A (Chandarasekhar dan Pramadha, 2004). Penggunaan kaolin salah satu bukti pemanfaatan alam untuk kemaslahatan manusia, sebagaimana Allah SWT berfirman dalam surah Al-Imran ayat 191 sebagaimana berikut:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمٰوٰتِ وَالْاَرْضِ رَبَّنَا
مَا خَلَقْتَهُذَا بٰطِلًا سُبْحٰنَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya: “(yaitu) orang-orang yang mengingdkklah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka.”

Dalam tafsir Al-Misbah dijelaskan bahwa kehidupan manusia dimuka bumi tidak lepas dari penggunaan akal. Menggunakan akal artinya manusia menggunakan kemampuannya dalam memahami setiap fenomena-fenomena

dalam kehidupan, baik berupa fenomena factual maupun spiritual. Bagaimana manusia menggunakan akalnya untuk memahami ilmu-ilmu Allah yang telah dituangkan dalam Al-Quran dan hadits yang kemudian dikontekstualisasikan dengan kehidupan, dan mengambil kebijakan yang tepat dalam memanfaatkan setiap anugrah yang diberikan Allah untuk selalu berusaha memberikan kontribusi yang baik atas tugasnya sebagai khalifah bumi. Dengan bekal akal manusia bisa membaca, mengetahui, memikirkan, meneliti, menelaah fenomena-fenomena yang ada kemudian menghasilkan suatu pengetahuan atau ilmu. Penemuan dalam berbagai ilmu dan teknologi tersebut mengantarkan orang yang berakal untuk mensyukuri dan meyakini segala ciptaan Allah amat bermanfaat dan tidak ada yang sia-sia. Ayat diatas menunjukkan kepada manusia agar merenungkan segala ciptaan-Nya karena Allah menciptakan segala yang ada di bumi tanpa ada yang sia-sia. Begitu juga dengan kaolin alam yang memiliki banyak manfaat bagi kehidupan, salah satunya sebagai sumber silika, perlu dimanfaatkan sebaik mungkin untuk menjadi bahan yang lebih bermanfaat.

Zeolit faujasit memiliki pori 0,74 nm, kestabilan termal dan aktifitas katalitik yang tinggi sehingga banyak digunakan sebagai penyaring molekul, penukar ion dan katalis dalam proses *fluid catalytic cracking* (FCC) (Chandrasekhar dan Pramada, 1998; Mravec, dkk., 2013; Zhao, dkk., 1996; Triguero, dkk.,2002). Terdapat dua jenis zeolit faujasit, yaitu zeolit X dan Y. Zeolit X memiliki kandungan silika rendah dengan rasio molar Si/Al 1-1,5 sedangkan zeolit Y memiliki rasio molar Si/Al 1,5-3 (Kasmoi, dkk., 2008, Saputra, 2006).

Sintesis zeolit dari kaolin alam dilakukan dengan mengubah kaolin yang tidak reaktif menjadi metakaolin terlebih dahulu yang lebih reaktif, selain itu

apabila kaolin yang langsung direaksikan (tidak diubah dalam bentuk aktif) dalam proses hidrotermal dengan NaOH akan terbentuk hidroksisodalit (Chandrasekhar, 1999). Perubahan kaolin menjadi metakaolin ada dua metode, yaitu metode konvensional (pemanasan) dan metode alkali fusi (penambahan NaOH disertai pemanasan). Metode konvensional dilakukan dengan kalsinasi (pemanasan 600-900 °C) yang menyebabkan terjadinya pelepasan air sehingga membentuk material amorf (Wang, dkk., 2014). Beberapa penelitian melakukan perubahan metakaolin menggunakan metode konvensional menghasilkan metakaolin dengan pengotor kuarsa (Ayele, dkk., 2016; Cahyawati, 2017; Wang, dkk., 2017).

Metode alkali fusi dilakukan dengan kalsinasi serta penambahan basa NaOH untuk melarutkan pengotor berupa kuarsa pada kaolin (Wang dan Lin, 2009). Ma, dkk., (2014) melakukan sintesis metakaolin dengan rasio berat NaOH/kaolin 1.0; 1.5; dan 2.0 dengan pemanasan 200°C selama 4 jam. Hasil dari penelitian ini, pada rasio berat NaOH/kaolin 1.0 metakaolin yang dihasilkan masih mengandung pengotor kuarsa, kaolin, dan ilit, sedangkan pada rasio berat NaOH/kaolin 1.5 metakaolin mengandung pengotor kuarsa, dan pada rasio berat NaOH/kaolin 2.0 metakaolin amorf. Ayele, dkk., (2009) berhasil melakukan perbandingan sintesis zeolit A menggunakan kaolin yang dipreparasi dengan metode konvensional dan alkali fusi. Hasil sintesis zeolit A menggunakan preparasi kaolin dengan metode konvensional masih terdapat pengotor kuarsa sedangkan menggunakan metode alkali fusi menghasilkan zeolit A murni. Berdasarkan penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa metode alkali fusi pada preparasi kaolin alam menjadi metakaolin akan menghasilkan sintesis zeolit yang lebih murni.

Sintesis zeolit selain membutuhkan silika, alumina dan suasana basa sebagai bahan dasar sintesis, juga membutuhkan templat organik yang berfungsi sebagai agen pengarah struktur (*structure directing agent*). Penggunaan agen pengarah struktur menjadikan sintesis zeolit yang dihasilkan lebih murni dan memiliki luas permukaan lebih besar (ukuran kristal lebih kecil). Templat organik untuk sintesis zeolit yang umum digunakan faujasit yaitu TMA^+ (*tetramethyl ammonium*) (Mintova dan Ng, 2013). Templat organik TMA^+ dapat berupa TMAOH (Tetrametilamonium Hidroksida) maupun TMABr (Tetrametilamonium Bromida). Taufiqurrahmi, dkk., (2011) melakukan sintesis nanozeolit Y dengan sumber silika sintetik menggunakan templat organik berupa TMAOH dan dihasilkan nanozeolit Y murni dengan ukuran partikel 50 nm. Perbandingan sintesis zeolit dengan dan tanpa penambahan templat organik telah dilakukan oleh Hardiaty (2019). Hasil penelitian menunjukkan sintesis zeolit dengan penambahan templat organik menghasilkan zeolit NaX dengan lebih sedikit pengotor (sodalit) dibandingkan tanpa penggunaan templat organik. Selain itu, penggunaan templat TMAOH menghasilkan kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan penggunaan templat TMABr dan CTABr.

Metode sintesis zeolit yang umum digunakan adalah metode hidrotermal, namun metode ini memiliki beberapa kelemahan, yaitu waktu hidrotermal yang dibutuhkan untuk kristalisasi lebih lama dan tingkat kemurnian zeolit yang masih rendah. Semakin berkembangnya zaman, maka beberapa peneliti menggunakan metode baru untuk mendapatkan kristalinitas yang lebih tinggi dalam waktu yang relatif singkat, salah satu contohnya yaitu metode sonikasi. Azizi dan Yousefpour (2010) menggunakan metode sonikasi selama 1 jam pada proses pembuatan zeolit.

Metode ini menghasilkan kristalinitas tinggi saat diberikan pengaruh ultrasonik selama 1 jam. Menurut Sari dan Muttaqin (2016) Pemberian sonikasi pada proses pembuatan zeolit sintetis mempengaruhi morfologi zeolit sintetis yang dihasilkan.

Belviso, dkk., (2013) membandingkan pengaruh ultrasonik pada proses pembuatan zeolit berbahan dasar abu layang. Belviso mendapatkan bahwa ultrasonik selama 1 jam membuat kristalisasi zeolit telah terjadi lebih cepat (pada suhu 25°C) dibandingkan dengan perlakuan hidrotermal tanpa ultrasonik (pada suhu 45°C). Arifa (2018) sintesis zeolit menggunakan metode sonikasi (70°C) 2 jam menghasilkan ukuran kristal 36,5 nm dan pada 4 jam menghasilkan ukuran kristal 47 nm.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit NaX dari kaolin alam sebagai bahan dasar silika dan alumina dengan penambahan variasi konsentrasi templat organik (TMAOH) menggunakan metode sonikasi. Selanjutnya, zeolit NaX hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorocence* (XRF) untuk mengetahui presentase kandungan silika dan alumina, *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengidentifikasi kemurnian hasil sintesis, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi, dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan keseragaman zeolit yang terbentuk.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana karakter perubahan kaolin (sebagai bahan dasar sintesis zeolit) yang dipreparasi dengan metode alkali fusi?

2. Bagaimana karakter stuktur, gugus fungsi, dan morfologi zeolit hasil sintesis dari kaolin alam dengan variasi konsentrasi TMAOH?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan yang ingin dicapai pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui karakter perubahan kaolin (sebagai bahan dasar sintesis zeolit) yang dipreparasi dengan metode alkali fusi
2. Untuk mengetahui karakter stuktur, gugus fungsi, dan morfologi zeolit hasil sintesis dari kaolin alam dengan variasi konsentrasi TMAOH

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Kaolin yang digunakan berasal dari Blitar.
2. Parameter yang digunakan adalah variasi konsentrasi TMAOH 0.5 ; 0,7 ; 1
(TMA)₂O : 3 SiO₂ : 1 Al₂O₃ : 4.2 Na₂O : 180.6 H₂O

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi tentang proses sintesis zeolit NaX dari kaolin alam yang efektif menggunakan metode sonikasi dengan variasi konsentrasi templat organik, sehingga kaolin alam dapat lebih dimanfaatkan oleh masyarakat.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Manfaat Kaolin dalam Perspektif Islam

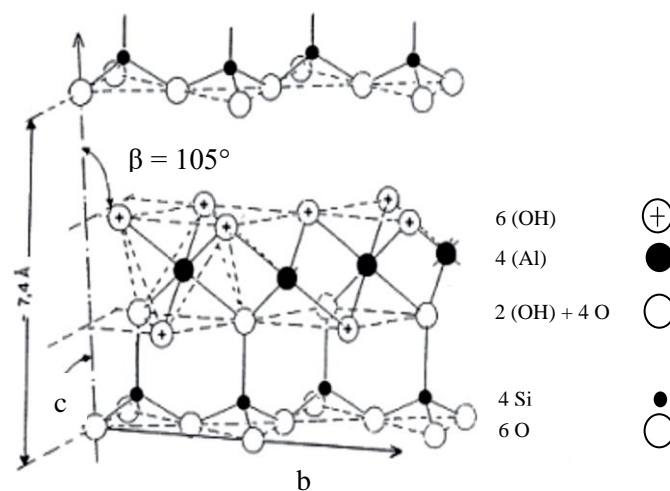
Manusia sebagai khalifah di bumi harus dapat mengelola, mengolah, merawat, dan menjaga seluruh ciptaan Allah SWT yang ada di bumi. Salah satu yang perlu ditingkatkan nilai gunanya yaitu kaolin dimana kaolin merupakan batuan tambang yang kaya akan silika, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit. Sebagaimana firman Allah dalam surat Shaad ayat 27:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ذُلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ
كَفَرُوا مِنَ النَّارِ (٢٧)

Artinya: *“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. Yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka.”* (QS. Shaad: 27).

Menurut tafsir Al-Misbah, ayat ini merupakan petunjuk Allah kepada manusia bahwa segala yang ada di langit dan di bumi dan yang ada diantara keduanya seperti udara, bebatuan, tanah, mineral, dan lain-lain yaitu semua ciptaan Allah tidak ada yang sia-sia melainkan memiliki hikmah (Shihab, 2002). Ayat ini menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan segala sesuatu baik di langit maupun di bumi masing-masing memiliki manfaat untuk setiap makhluknya. Salah satunya dengan melakukan sintesis zeolit faujasit dari kaolin alam sebagai sumber silika dan alumina untuk memaksimalkan potensi kaolin alam menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat seperti zeolit faujasit.

Kaolin adalah bahan tambang alam dari jenis tanah lempung (*clay*) yang berwarna putih keabu-abuan dimana mineral penyusun utamanya adalah kaolinit. Kaolin memiliki struktur tetrahedral SiO_4^{4-} dan oktahedral $[\text{AlO}_3(\text{OH}_3)]^{6-}$ dengan perbandingan 1:1, sehingga tidak memiliki kelebihan muatan dari logam terhidrat maupun hidrosil yang dapat dipertukarkan (Murray, 2000). Struktur kaolin dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kaolin (Varga, 2007)

Sistem kristal dari kaolin adalah triklinik dengan *space group* $P1$, parameter kisi $a = 0,515$ nm, $b = 0,895$ nm, $c = 0,740$ nm, $\alpha = 91,68^\circ$, $\beta = 104,87^\circ$, dan $\gamma = 89,9^\circ$ (Murray, 2000 dan Čičel, dkk., 1981). Hasil XRF kaolin standar pada Tabel 2.1 menunjukkan bahwa kaolin mengandung beberapa logam terutama Si dan Al dengan rasio Si/Al sebesar 1,85. (Dewi, dkk., 2018).

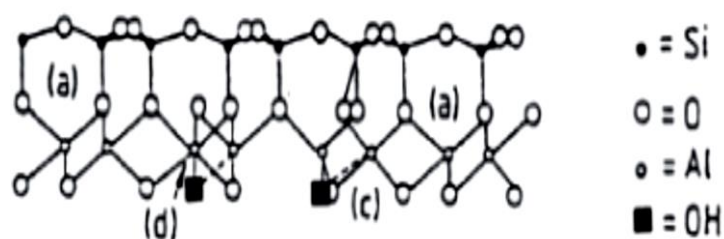
Tabel 2.1 Kadar unsur pada kaolin standar

Unsur	Si	Al	K	Ca	Ti	Na	Fe	Mg
Kadar (%)	42,99	23,19	0,15	2,66	0,003	0,21	0,20	0,39

Kaolin banyak digunakan pada industri keramik, karet, plastik, cat, semen Kaolin dalam teknologi juga cukup banyak seperti sebagai adsorben, *ion-exchange*, katalis dan bahan baku material zeolit (Bakri, dkk., 2008). Kaolin tidak dapat mengembang dan luas permukaannya kecil, luas permukaan spesifik kaolin adalah 7-20 m²/g. Hal ini menyebabkan kemampuan adsorpsi dan kapasitas tukar ionnya terbatas (Rodiansono, dkk., 2007).

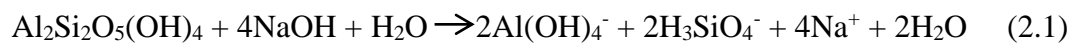
2.2 Sintesis Metakaolin dengan Metode Alkali Fusi

Kaolin merupakan mineral yang stabil pada suhu tinggi sehingga tidak dapat dijadikan material sintesis zeolit secara langsung (Kovo, dkk., 2009). Kaolin harus diubah menjadi spesies yang relatif tidak stabil sehingga mudah disintesis menjadi zeolit NaX. Salah satu precursor yang dapat digunakan untuk sintesis zeolit NaX adalah metakaolin yang merupakan bentuk dehidroksilasi dari kaolin melalui proses alkali fusi yang dipanaskan pada suhu tinggi sekitar 600-1000°C yang bersifat lebih reaktif (Sperinck, dkk., 2010). Metakaolin tetap mempertahankan parameter kisi a dan b tetapi parameter sumbu c menghilang. Hal ini menyebabkan lembaran oktahedral alumina berubah menjadi lembaran tetrahedral selama proses dehidroksilasi (Varga, 2007). Struktur metakaolin dapat dilihat pada Gambar 2.2.

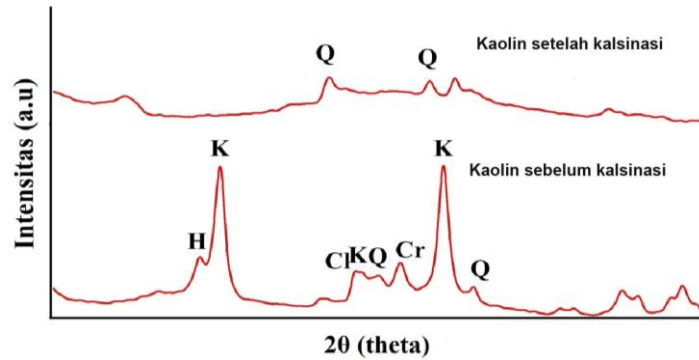


Gambar 2.2 Struktur metakaolin (Varga, 2007)

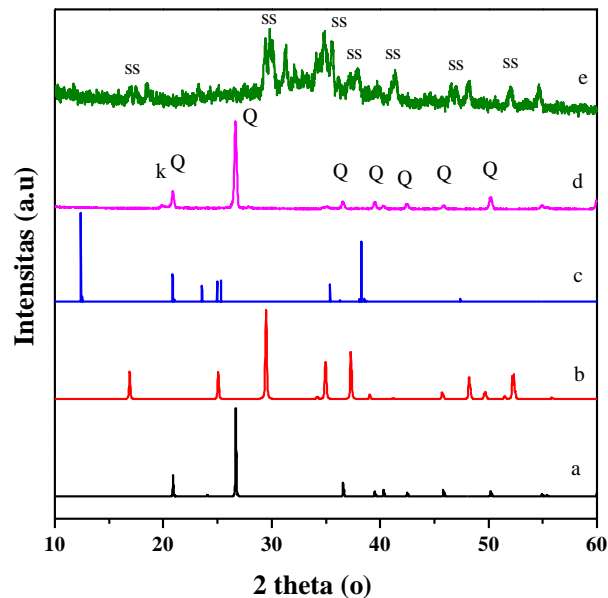
Kaolin dapat berubah menjadi struktur lain ketika direaksikan dengan asam atau basa. Kaolin yang direaksikan dengan asam (HCl) dapat menghilangkan pengotor berupa oksida logam, menurunkan kation oktahedral Al^{3+} hingga 90% dan dapat membentuk fase silika amorf dengan luas permukaan $219 \text{ m}^2/\text{g}$ (Balver, *et al.*, 2002). Sedangkan kaolin yang direaksikan dengan basa dapat membentuk kristal dengan kerangka zeolit (Balver, *et al.*, 2002; Alkan, *et al.*, 2005 dan Liu, *et al.*, 2002). Hal ini dapat terjadi karena pada kondisi basa kaolin bersifat tidak stabil, sehingga dapat merubah struktur kerangka kaolin menjadi struktur zeolit. Reaksi antara kaolin dan basa dapat dilihat pada Persamaan 2.1.



Terdapat dua metode untuk mengkonversi kaolin menjadi metakaolin, yaitu metode konvensional dan alkali fusi. Metode konvensional dilakukan dengan pemanasan (Sunardi, dkk., 2011), sedangkan metode alkali fusi dengan penambahan NaOH dan pemanasan (Ma, dkk., 2014). Sunardi, dkk. (2011) melakukan metode konvensional pada temperatur mencapai 800°C yang dapat dilihat pada data XRD Gambar 2.3. Berdasarkan data tersebut kaolin sebelum kalsinasi memiliki komposisi kaolinit, haloisit, kursa, klorit dan kristobalit, sedangkan setelah kalsinasi hanya terdapat puncak yg khas dari kuarsa. Proses kalsinasi mengakibatkan ikatan antar lapisan kaolin (Si-O dan Al-O) tidak cukup kuat sehingga mudah putus. Puncak-puncak kaolin setelah kalsinasi hilang karena rusaknya struktur kaolin menjadi fasa amorf. Namun metode ini kurang efektif karena masih terdapat kandungan kuarsa yang tinggi. Adanya kuarsa pada metakaolin akan menyebabkan hasil sintesis yang tidak murni.



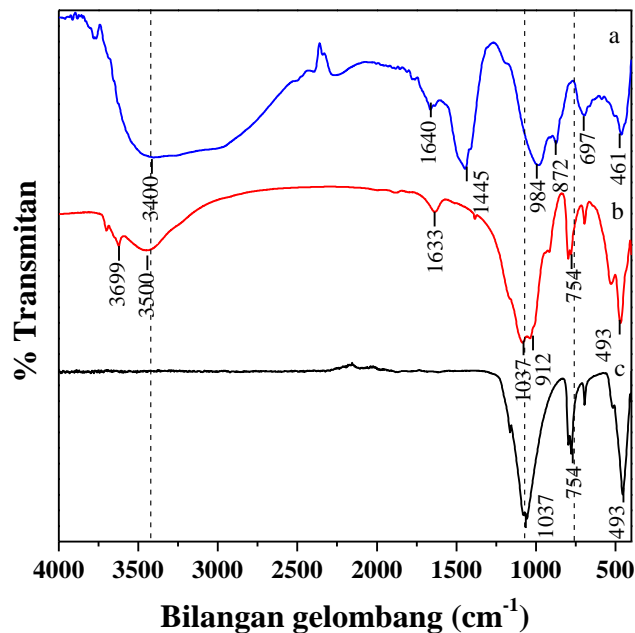
Gambar 2.3 Difraktogram kaolin sebelum dan setelah proses kalsinasi (K : Kaolinit, H : Haloisit, Q : Kuarsa, Cl : Klorit dan Cr : Kristobalit) (Sunardi, dkk., 2011)



Gambar 2.4 Konversi kaolin menjadi metakaolin menggunakan metode alkali fusi (a) standar kuarsa, (b) standar sodium silikat, (c) std kaolin (d) kaolin alam, (e) metakaolin (600°C, 1 jam, Q= kuarsa, k= kaolin, ss= sodium silikat) (Arifa, 2018).

Proses alkali fusi dilakukan dengan menggerus kaolin dan NaOH diikuti dengan pemanasan pada suhu tinggi. NaOH pada alkali fusi berfungsi untuk menghilangkan pengotor yang ada pada kaolin seperti pengotor kuarsa. Arifa (2018) mengkonversi kaolin menjadi metakaolin dengan metode alkali fusi dengan rasio kaolin/NaOH yaitu 1:2 pada suhu 600°C selama 1 jam yang dapat dilihat pada

hasil XRD Gambar 2.4 dimana kaolin alam memiliki pengotor kuarsa yang tinggi (d), dan setelah proses alkali fusi struktur kaolin dan kuarsa tidak bertransformasi menjadi metakaolin melainkan sodium silikat (e).



Gambar 2.5 Spektra inframerah (a) standar kuarsa, (b) kaolin (c) metakaolin (Arifa, 2018)

Sodium silikat merupakan salah satu sumber silika untuk sintesis zeolit sehingga terbentuknya sodium silikat tidak mengganggu sintesis zeolit selanjutnya. Hal ini menunjukkan bahwa perubahan kaolin menjadi fase metastabil (sodium silikat) sudah sempurna dan proses alkali fusi efektif untuk diterapkan pada material *low grade* lainnya. Penelitian lain dilakukan oleh Ma, dkk (2014) mengkonversi kaolin menjadi metakaolin dengan metode alkali fusi menggunakan rasio NaOH/kaolin 1, 1,5 dan 2 pada suhu 400°C selama 4 jam dan dihasilkan metakaolin murni pada rasio 2.

Kaolin dan sodium silikat dianalisa menggunakan FTIR untuk mendukung hasil analisa XRD. Analisa dengan FTIR digunakan untuk mengetahui perubahan

gugus fungsi dan vibrasi molekul dari kaolin menjadi sodium silikat. Hasil analisis menggunakan FTIR (Gambar 2.5) menunjukkan bahwa kaolin memiliki pengotor kuarsa yang tinggi ditandai dengan serapan dari vibrasi silika bebas dari pengotor kuarsa pada bilangan gelombang 754 cm^{-1} (a), sedangkan kaolin memiliki serapan dari regangan Al-O-H pada daerah 3699 dan 3450 cm^{-1} , $\text{H}_2\text{O bending}$ pada 1633 cm^{-1} , regangan Si-O pada 1037 cm^{-1} , regangan Al-OH oktahedral pada 912 cm^{-1} , dan Si-O-Al *bending* (Al oktahedral) pada 493 cm^{-1} . Setelah proses alkali fusi perubahan kaolin menjadi sodium silikat menyebabkan hilangnya serapan pada 3699 cm^{-1} , 912 cm^{-1} , dan 754 cm^{-1} dan munculnya serapan pada 872 cm^{-1} . Serapan tersebut mengindikasikan adanya gugus alumina tetrahedral, hal ini menandakan bahwa pada proses alkali fusi kaolin tidak hanya bertransformasi menjadi sodium silikat tetapi juga metakaolin. Transformasi tersebut tidak teramati pada analisa menggunakan XRD karena metakaolin tidak memiliki struktur yang panjang atau hanya menghasilkan difraktogram yang amorf. Perubahan serapan tersebut menandakan adanya perubahan struktur dari alumina oktahedral pada kaolin menjadi alumina tetrahedral pada metakaolin.

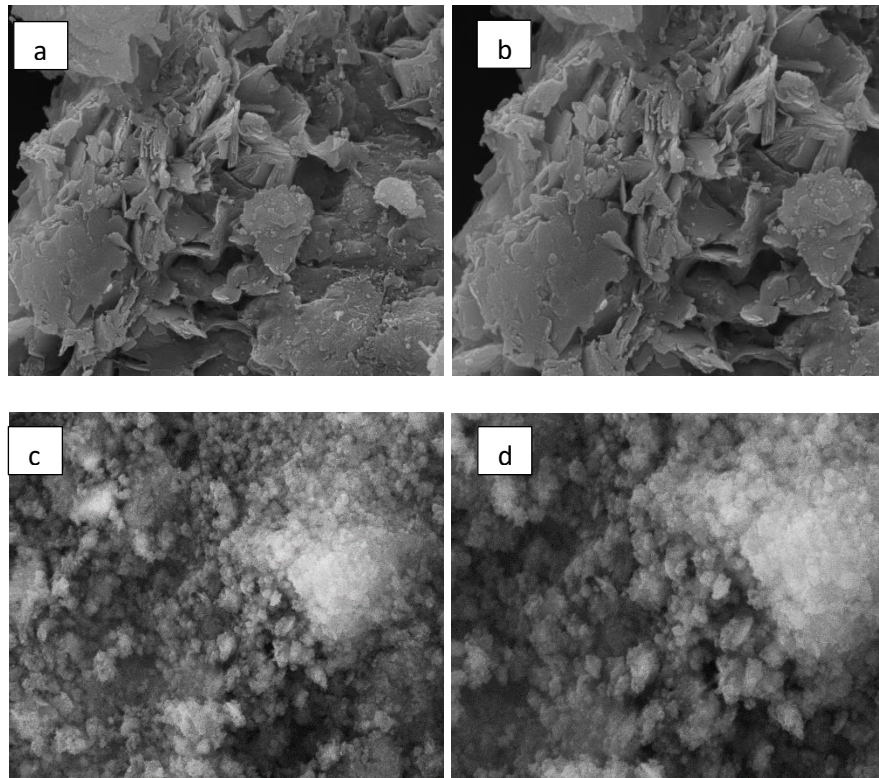
Selain hilangnya serapan dari alumina oktahedral, proses alkali fusi juga menyebabkan munculnya serapan dari vibrasi O-H pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} yang merupakan serapan dari sodium silikat, serapan tersebut melebar karena sodium silikat yang terbentuk bersifat higroskopis, kemudian serapan dari regangan T-O-T (T = Si atau Al) asimetrik pada 984 cm^{-1} , Si-O *bending* pada 697 cm^{-1} , T-O-T *bending* pada 461 cm^{-1} dan regangan C-O asimetrik dari Na_2CO_3 pada 1445 cm^{-1} yang juga menunjukkan adanya spesies sodium silikat (Tabel 2.2). Serapan C-O asimetrik dari Na_2CO_3 muncul dari reaksi sodium silikat dengan gas karbon

dioksida di udara. Berdasarkan analisa menggunakan FTIR tersebut, proses alkali fusi menyebabkan terbentuknya metakaolin dan sodium silikat meskipun sodium silikat (Na_2SiO_3) lebih dominan sesuai dengan hasil analisa menggunakan XRD.

Tabel 2.2 Interpretasi spektra FTIR kaolin dan metakaolin (Saikia, 2010 dan Ekosse, 2005)

Bilangan Gelombang (cm^{-1})		Keterangan (Jenis Vibrasi)
Kaolin	Sodium Silikat	
3699	-	Regangan Al-OH antar lapisan
3500	3400	Regangan O-H
1633	1640	H-O-H <i>Bending</i>
-	1445	Regangan C-O asimetrik dari Na_2CO_3
1037	-	Regangan Si-O-Si
-	984	Regangan T-O-T asimetrik
912	-	Regangan Al-OH (oktahedral)
-	872	Regangan Al-O (tetrahedral)
754	-	Si-O bebas (kuarsa)
-	697	Si-O <i>bending</i>
593	461	Regangan Si-O-Al

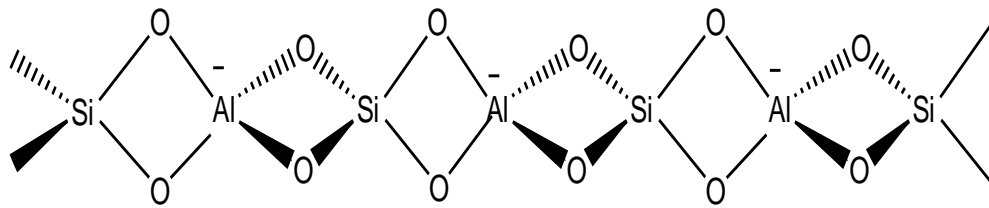
Perubahan struktur dari kaolin menjadi sodium silikat juga dapat dilihat dari perubahan morfologinya. Analisa morfologi dari kaolin dan sodium silikat dianalisa menggunakan SEM. Hasil analisa morfologi menggunakan SEM (Gambar 2.6) menunjukkan bahwa kaolin alam memiliki morfologi berupa lempengan yang tersusun berlapis-lapis yang merupakan tumpukan silika tetrahedral dan alumina oktahedral (a dan b), sementara pada sodium silikat (c dan d) morfologi menjadi tidak beraturan (amorf), kaolin yang sebelumnya berupa lempengan-lempengan berubah menjadi amorf akibat proses dehidroksilasi. Berdasarkan karakterisasi menggunakan FTIR, SEM dan XRD perubahan kaolin menjadi sodium silikat sudah sempurna (Arifa, 2018).



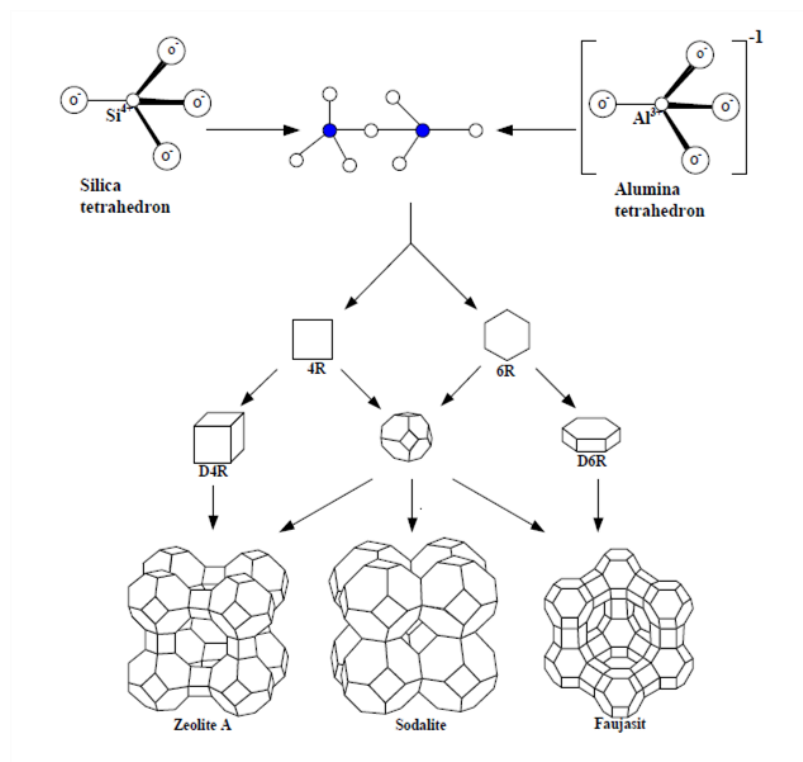
Gambar 2.6. Morfologi SEM kaolin alam pada perbesaran (a) 15000x, (b) 20.000x dan metakaolin pada perbesaran (c) 15000x, (d) 25.000x (Arifa, 2018)

2.3 Karakteristik Zeolit Faujasit

Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Smart, 1993). Umumnya struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit TO_4 , dimana T adalah Si^{4+} atau Al^{3+} dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Struktur kimia zeolit (Haag, 1984)



Gambar 2.8 Unit struktur zeolit A, sodalite dan faujasit (Masoudian, dkk., 2013)

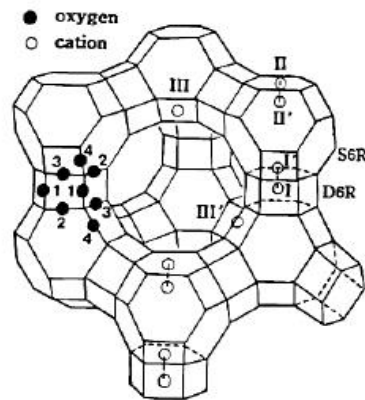
Zeolit NaY mempunyai struktur yang sama dengan zeolit NaX yaitu *faujasite*, sehingga aktivitas dari kedua zeolit tersebut adalah sama. Faujasit adalah jenis zeolit yang tersusun dari 10 unit sangkar beta sebagai unit pembangun sekundernya seperti gambar 2.8 (Gate, 1992). Faujasit adalah satu dari beberapa zeolit yang dapat disintesis dari bahan alam. Rumus umum zeolit faujasit adalah $\text{Na}_j[(\text{AlO}_2)_j(\text{SiO}_2)_{192-j}]\cdot z\text{H}_2\text{O}$ (Gates, 1991). Ada dua jenis zeolit faujasit yaitu zeolit

faujasit kaya silikon (zeolit Y) yang mempunyai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1,5-3 dan zeolit faujasit kaya aluminium (zeolit X) yang mempunyai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1-1,5 (Kasmui, dkk., 2008).

Struktur zeolit *faujasite* terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi *tetrahedral* SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk *oktahedral* terpancung (*sodalite*). Jika 6 buah *sodalite* terhubung oleh prisma *hexagonal* akan membentuk tumpukan *tetrahedral*. Jenis tumpukan ini membentuk lubang besar (*supercages*) dan berdiameter 13\AA . Lubang-lubang (*supercages*) dapat terbentuk dari 4 kristal *tetrahedral* yang tersebar, yang masing-masing mempunyai 12 cincin oksigen dan berdiameter $7,4\text{\AA}$. Lubang-lubang tersebut bila saling bersambung (12) maka akan membentuk sistem pori-pori yang besar dari zeolit. Setiap atom aluminium di koordinat *tetrahedral* dalam kerangka membawa muatan negatif (Szostak, 1989).

Zeolit X merupakan tipe zeolit sintetis yang termasuk dalam kelompok Faujasit (FAU) (Kurniawan, 2006). Zeolit X yaitu zeolit yang memiliki diameter *a-cage* (*supercage*) 13\AA dan diameter *β -cage* (kerangka sodalit) $6,6\text{\AA}$ dengan diameter pori $7,4\text{\AA}$ membentuk struktur tiga dimensi dengan rasio Si/Al 1,0 – 1,5 (Thammavong, 2003). Rumus molekul dari zeolit X sintesis adalah $\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106}]\cdot 264\text{H}_2\text{O}$ (Widati, dkk., 2010). Perbedaan *faujasite* dengan jenis zeolit yang lain adalah pada komposisi dan distribusi kation, rasio Si/Al dan keteraturan Si/Al pada pusat *tetrahedral* (Salaman, 2004). Struktur zeolit *faujasite* terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi *tetrahedral* SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk *oktahedral* terpancung (*sodalite*). Zeolit NaX mempunyai diameter pori yang berstruktur bangun oktahedral pada titik I, II dan III. Hal ini

menunjukkan posisi dari kation natrium yang dapat bertukar ion dan dapat berpindah dengan adanya ion lain seperti Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Kerangka zeolit NaX (Yeom, dkk., 1997)

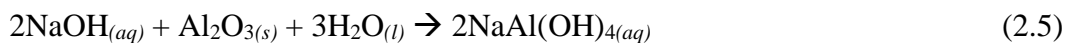
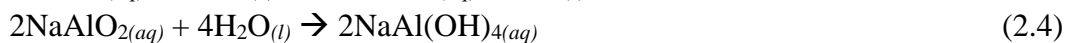
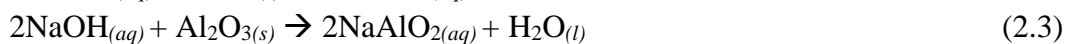
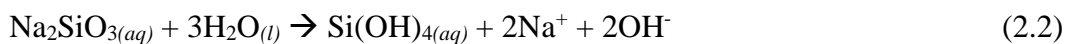
2.4 Sintesis Zeolit Menggunakan Template Organik

Metode yang sering digunakan dalam sintesis zeolit X adalah metode sonikasi. Pengolahan zeolit secara garis besar dapat dibagi menjadi 2 tahap, yaitu preparasi dan aktivasi. Tahapan preparasi zeolit dilakukan agar mendapatkan zeolit yang siap olah. Tahap ini meliputi pengecilan ukuran dan pengayakan. Tahapan ini dapat menggunakan mesin secara keseluruhan atau dengan cara sedikit konvensional. Tahapan pengolahan zeolit yang kedua adalah aktivasi. Aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu:

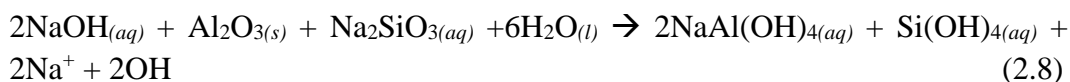
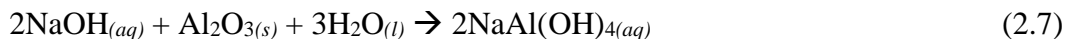
1. Aktivasi pemanasan, hasil preparasi zeolit tahap pertama dikeringkan dalam pengering putar dengan suhu tetap 2300 °C dan waktu pemanasan selama 3 jam. Proses ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap di dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaannya bertambah (Khairinal, 2000)
2. Penambahan pereaksi kimia, dilakukan di dalam pengaktifan dengan basa (NaOH) atau asam (HCl), dimaksudkan untuk membersihkan permukaan pori,

membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan (Weitkamp, 1999). Zeolit yang telah diaktivasi perlu dikeringkan terlebih dahulu, pengeringan dapat dilakukan dengan penjemuran dibawah sinar matahari atau didiamkan dalam desikator.

Reaksi pada proses sintesis zeolit NaX dapat dilihat pada persamaan 2.2 - 2.10 (Peng, dkk., 2015 dan Deleuze, dkk., 1995).



Penjumlahan reaksi pada Persamaan 2.3 dan 2.6



Proses alkali fusi menghasilkan sodium yang bereaksi dengan air membentuk spesi silikat (Persamaan 2.2). Lalu NaOH berlebih pada sodium silikat bereaksi dengan alumina yang ditambahkan akan membentuk sodium aluminat dan selanjutnya membentuk spesi aluminat (Persamaan 2.3 dan 2.4). Spesi aluminat selanjutnya akan bereaksi dengan spesi silikat yang akan membentuk polimer alumina silikat. Namun reaksi tersebut menghasilkan spesi silikat yang reaktif

karena adanya pasangan elektron bebas dari atom oksigen (O), sehingga akan bereaksi dengan spesi silikat lainnya.

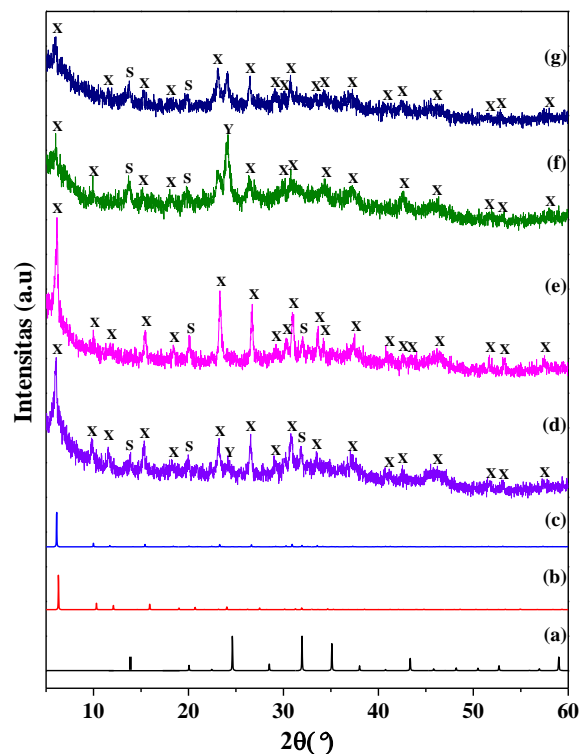
Kristal zeolit mulai terbentuk ketika dilakukan pemeraman (aging) selama 10 hari. Proses aging berfungsi menghomogenkan reaktan dan meningkatkan kristalinitas dari produk. Waktu aging yang lama akan meningkatkan keseragaman produk karena semakin banyak jumlah silikat yang masuk ke dalam polimer aluminasilikat sehingga inti kristal yang terbentuk lebih banyak dan seragam (Johnson dan Arsyadi, 2014).

Sintesis zeolit NaX menggunakan suatu templat organik yang berfungsi sebagai molekul atau media pengarah struktur. Templat organik digunakan sebagai agen pengarah pembentukan struktur faujasit yaitu TMA^+ (*tetramethyl ammonium*) (Mintova dan Ng, 2013). Macam-macam templat organik yang digunakan untuk berbagai jenis zeolit dapat dilihat pada Tabel 2.3. Salah satu *template* organik yang dapat digunakan pada sintesis zeolit faujasit adalah *tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH).

Tabel 2.3 Templat organik untuk berbagai jenis zeolit (Mintova dan Ng, 2013).

Jenis Templat	Jenis Zeolit
Tetrametil amonium, TMA^+	LTA(<i>Linde Type A</i>), FAU (<i>Faujasite</i>), SOD (<i>Sodalite</i>), GIS (<i>Gismondine</i>)
Tetraetil amonium, TEA^+	AEI (<i>Aluminophosphate number eighteen</i>), AFI (<i>Aluminophosphate number five</i>), CHA (<i>Chabasite</i>), BEA (<i>Beta</i>)
Tetrapropil amonium, TPA^+	MFI (<i>Mobil number five</i>), AFI

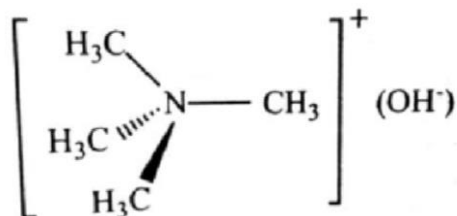
Hardiyanti (2019) melakukan sintesis zeolite dengan penambahan template organik TMAOH, TMABr, dan CTABr menghasilkan difraktogram pada Gambar 2.10. Pada penambahan TMAOH (e) diperoleh zeolit NaX dengan kristalinitas yang lebih tinggi dan campuran sodalit yang lebih sedikit ditandai dengan munculnya puncak khas sodalit pada 2θ ($^{\circ}$) = 20,1 dan 32. Pada penambahan TMABr (f) diperoleh zeolit NaX namun dengan kristalinitas lebih rendah serta mengandung pengotor zeolit NaY dan sodalit. Hal ini ditandai dengan munculnya puncak khas zeolit NaY pada 2θ ($^{\circ}$) = 24,06 dan puncak khas sodalit pada 2θ ($^{\circ}$) = 13,74 dan 19,81. Pada penambahan CTABr (g) diperoleh zeolit NaX dengan kristalinitas yang lebih rendah serta mengandung pengotor sodalit. Pengotor sodalit muncul pada 2θ ($^{\circ}$) = 13,70 dan 19,85.



Gambar 2.10 Pola difraksi sinar-X (a) standar zeolit sodalit, (b) standar zeolit NaY, (c) standar zeolit NaX, zeolit NaX (d) tanpa templat organik, (e) dengan

TMAOH, (f) dengan TMABr, (g) dengan CTABr (X: zeolit NaX, Y: zeolit NaY dan S: sodalit)

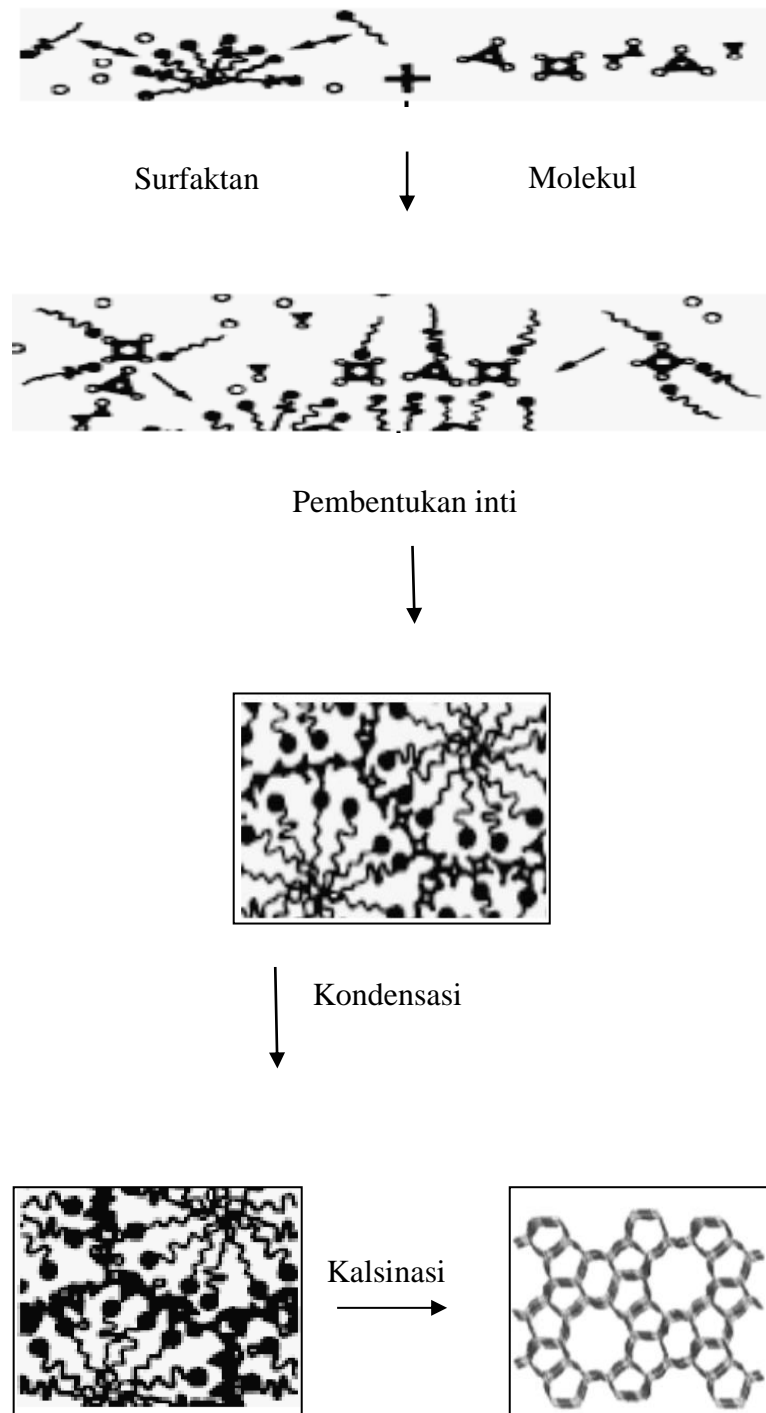
Struktur dari TMAOH ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Struktur TMAOH (Effendy, 2006)

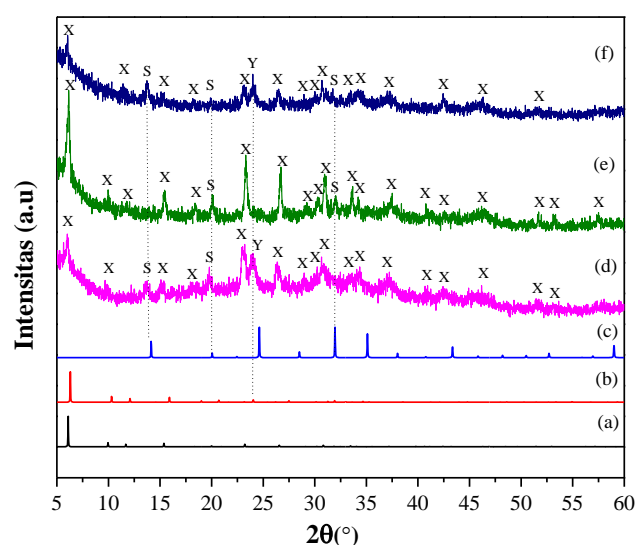
Pada penelitian ini menggunakan tetrametil ammonium hidroksida (TMAOH) yang bertindak sebagai molekul pengarah struktur zeolit atau *structure directing agent* (SDA) (Nugandini, 2007). Templat difungsikan seperti agen yang mengarahkan dalam pembentukan struktur kristal zeolit. Adanya surfaktan kation TMA^+ dalam campuran akan bereaksi cepat dengan kerangka anionik yaitu ion silikat dalam proses perakitan struktur untuk membentuk suatu embrio zeolit (Mazak, 2006). TMAOH cenderung melepaskan ion OH^- karena tidak ada interaksi pembentukan ikatan hidrogen interioniknya, sehingga molekul TMAOH sangat mudah melepaskan OH^- dan memiliki sifat kebasaaan yang sangat kuat (Park, 2012). Ion OH^- merupakan agen *mineralizer* yang kuat dalam sintesis zeolit. Keberadaan OH^- pada TMAOH dapat meningkatkan konsentrasi OH^- dalam campuran prekursor. Dijelaskan oleh Rakoczy dan Traa (2003) bahwa bertambahnya jumlah OH^- dapat meningkatkan laju nukleasi serta kelarutan Si dan Al sehingga mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan. Hardiyanti (2019) dalam sintesisnya menghasilkan rata-rata ukuran kristal 64,7 nm pada zeolit NaX dengan penambahan templat organik TMAOH, sedangkan pada zeolit tanpa penambahan templat

organik menghasilkan rata-rata ukuran kristal yang lebih besar yaitu 82,8 nm. Mekanisme pembentukan kerangka zeolite dapat dilihat pada Gambar 2.12.



Gambar 2.12 Proses pembentukan zeolit (Warsito, dkk., 2008)

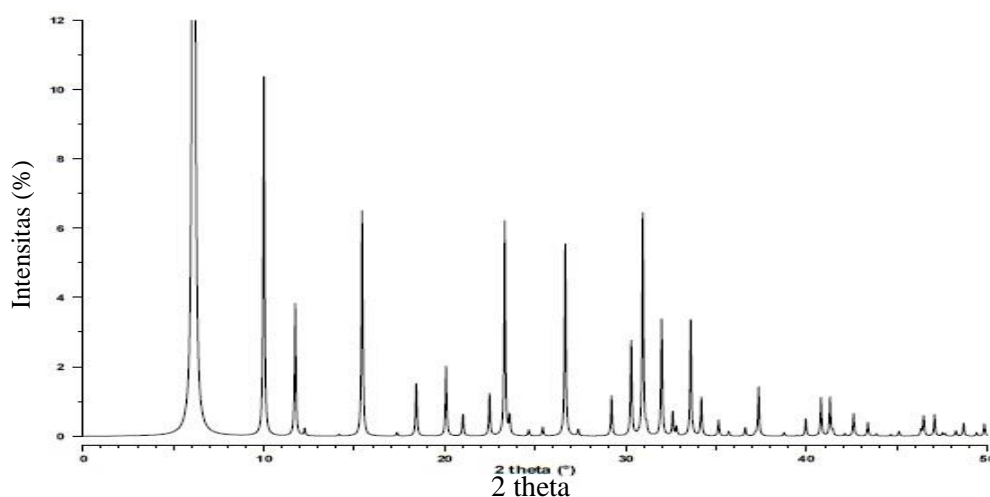
Pada penelitian Elendra (2019) melakukan sintesis zeolite menggunakan variasi template organik TMAOH dengan metode hidrotermal diperoleh TMAOH 1 mol menghasilkan zeolit NaX dengan campuran zeolit NaY dan sodalit, campuran antara zeolit NaX dan sodalit pada TMAOH 1,4 mol, sedangkan pada penambahan TMAOH 2 mol diperoleh campuran zeolit NaX, NaY dan sodalit dalam jumlah yang banyak. Seperti yang terdapat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Pola difraksi sinar-X (a) standar zeolit NaX (b) standar zeolit NaY (c) standar sodalit (d) zeolit NaX dengan TMAOH 1 mol (e) zeolit NaX dengan TMAOH 1,4 mol dan (f) zeolit NaX dengan TMAOH 2 mol (x: zeolit NaX, y: zeolit NaY dan s: sodalit).

Metode sonikasi merupakan metode yang memanfaatkan iradiasi ultrasonik dengan kisaran frekuensi 20 kHz hingga 500 MHz dan diterapkan dalam pemecahan partikel untuk menghasilkan ukuran nanopartikel dalam waktu yang lebih singkat menggunakan gelombang ultrasonik. Hal ini bertujuan untuk meningkatkan stabilitas nanofluida (Leena dan Srinivasan, 2015). Interaksi radiasi ultrasonik dengan larutan menyebabkan adanya ekspansi dan kompresi gelombang

ultrasonik sehingga menimbulkan kavitasi atau gelembung-gelembung. Gelembung tersebut akan bergetar oleh adanya radiasi ultrasonik dan saling bertumbukan satu sama lain sehingga terjadi pelepasan energi yang menyebabkan tekanan dan suhu sistem meningkat. Peningkatan tekanan dan suhu pada sistem akan mempercepat terjadinya reaksi kimia antara spesies reaktan (Bang dan Suslick, 2010). Metode ini dinilai lebih efektif dan efisien dalam preparasi zeolit sintesis karena memerlukan waktu yang relatif lebih singkat dan tidak banyak bahan kimia yang terbuang. Dari segi keamanan, metode ini tergolong aman karena menggunakan frekuensi yang tidak terlalu tinggi. Selain itu, pada reaksi yang menggunakan bahan padat, ultrasonik dapat memecah padatan dari energi yang ditimbulkan akibat pecahnya kavitasi. Efeknya adalah memberikan komponen reaktan padat luas permukaan yang lebih besar untuk meningkatkan laju reaksi (Suslick, 1989).

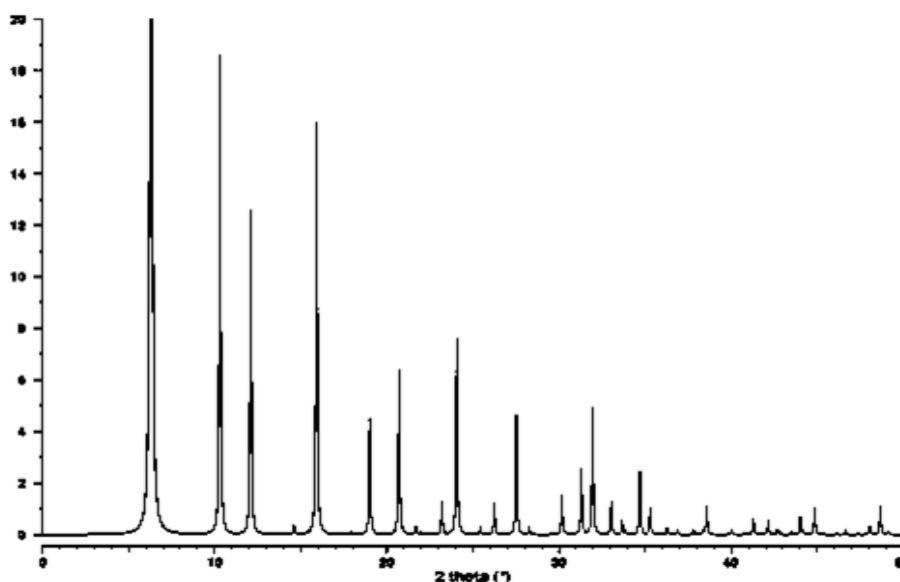


Gambar 2.14 Pola difraktogram XRD zeolit X standar (Treacy dan Higgins, 2001)

Purnama, Musthofa, Akhwan, & Dewi, 2014). Kemurnian zeolit X hasil sintesis dapat diketahui dengan membandingkan nilai sudut 2θ dan intensitasnya

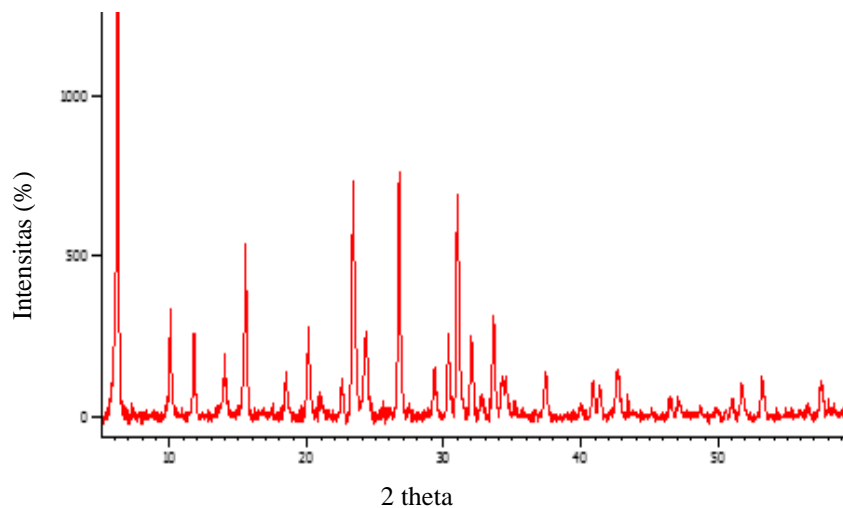
dengan zeolit X standar *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001). Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difraktogram yang identik. Berikut difraktogram zeolit X standar pada Gambar 2.14. Berdasarkan difraktogram zeolit X standar tersebut, puncak-puncak tertinggi zeolit X diketahui terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$; $10,7^\circ$; 16° ; 27° dan $34,08^\circ$ (Georgiev, dkk., 2013; Manurung, dkk., 2011). Apabila puncak-puncak hasil difraktogram zeolit X sintesis tidak muncul pada 2θ tersebut, maka sintesis zeolit X yang dilakukan kurang berhasil.

Berdasarkan Gambar 2.15 puncak pertama zeolit Y muncul pada $2\theta = 6-10^\circ$. Jika puncak pertama hasil difraktogram zeolit Y sintesis tidak muncul pada 2θ tersebut, maka sintesis zeolit Y yang dilakukan kurang berhasil. Selain itu, pembentukan zeolit Y kompetitif dengan zeolit P. Puncak pertama zeolit P muncul pada $2\theta = 10^\circ$. Terbentuknya zeolit P akan menyebabkan kemurnian zeolit Y berkurang.



Gambar 2.15 Difraktogram zeolit Y standar (Treacy dan Higgins, 2001)

Berikut difraktogram zeolit X hasil sintesis dari SiO_2 dan Al_2O_3 ditunjukkan pada Gambar 2.16.



Gambar 2.16 Difraktogram sintesis zeolit X dari SiO_2 dan Al_2O_3 (Khalifah, 2016)

Hasil perbandingan 2θ standar dan sampel dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Data hasil perbandingan 2θ (Treacy dan Higgins, 2001).

Zeolit X Standar ($^{\circ}2\theta$)	Zeolit X Sampel ($^{\circ}2\theta$)
6.31	6.2911
10,31	10.2368
15.92	15.6701
19.01	18.6871
20.71	20.3901
21.98	22.9080
23.19	22.8313
24.06	24.4311
24.06	26.9981
26,24	26.9981
27.52	27.5869
30.16	30.4683
31.29	31.3507
31.95	32.4329

Berdasarkan Tabel 2.4 perbandingan 2θ hasil sintesis zeolit X dengan standar, menunjukkan bahwa puncak pertama yang muncul pada difraktogram dari zeolit X hasil sintesis yaitu pada $2\theta = 6.2911$ yang sesuai dengan standar zeolit X. Puncak-puncak yang lain muncul di daerah 2θ yang sesuai dengan difraktogram zeolit X standar, sehingga dapat disimpulkan produk yang terbentuk merupakan zeolit X murni. Selain itu, ketajaman puncak yang dihasilkan memiliki intensitas yang relatif tinggi, hal ini menunjukkan tingginya kristalinitas produk yang terbentuk.

Ukuran kristal zeolit hasil sintesis dapat dihitung menggunakan rumus Scherrer's. Hasil perhitungan menunjukkan bahwa ukuran kristal pada zeolit bervariasi. Hasil dari perhitungan ukuran kristal dapat dilihat pada Tabel 2.5.

Zeolit X Sampel ($^{\circ}2\theta$)	D (nm)
6.1898	119.66
23.3405	95.273
26.6852	111.0296

Jarak antar kisi kristal zeolit tertera pada Tabel 2.5. Semakin dekat jarak antar kisi kristal maka bentuk zeolit semakin kristalin. Berdasarkan Tabel 2.6 dapat disimpulkan bahwa zeolit hasil sintesis yang digunakan dalam penelitian ini sangat kristalin.

Zeolit X Sampel ($^{\circ}2\theta$)	d (A°)
6.1898	14.28032
23.3405	3.81127
26.6852	3.34067

2.5 Karakterisasi Sintesis Zeolit NaX

Pada penelitian Ghasemi dan Habibollah, (2011) melakukan sintesis zeolit NaA dari abu sekam padi, dari hasil analisis XRF diperoleh kadar SiO₂ sebesar 95,913 % yang ditunjukkan pada Tabel 2.7.

Tabel 2.7 Hasil analisa dengan XRF (Ghasemi dan Habibollah, 2011)

Komposisi	Abu Sekam Padi (%)	Bubuk Silika Hasil Ekstraksi (%)
Fe ₂ O ₃	0,104	0,047
CaO	0,539	0,085
K ₂ O	0,103	0,121
SiO ₂	95,913	87,988
Al ₂ O ₃	0,192	0,477
MgO	0,24	0,077
Na ₂ O	-	0,566
P ₂ O ₅	0,302	-
SO ₃	0,044	-
LOI	2,562	10,64

Eng-Poh Ng, dkk., (2015) melakukan sintesis zeolit tipe EMT dari abu sekam padi dan diperoleh kadar SiO₂ sebesar 97,1 % yang ditunjukkan pada Tabel 2.8.

Tabel 2.8 Hasil analisis dengan XRF (Eng-Poh Ng, dkk., 2015)

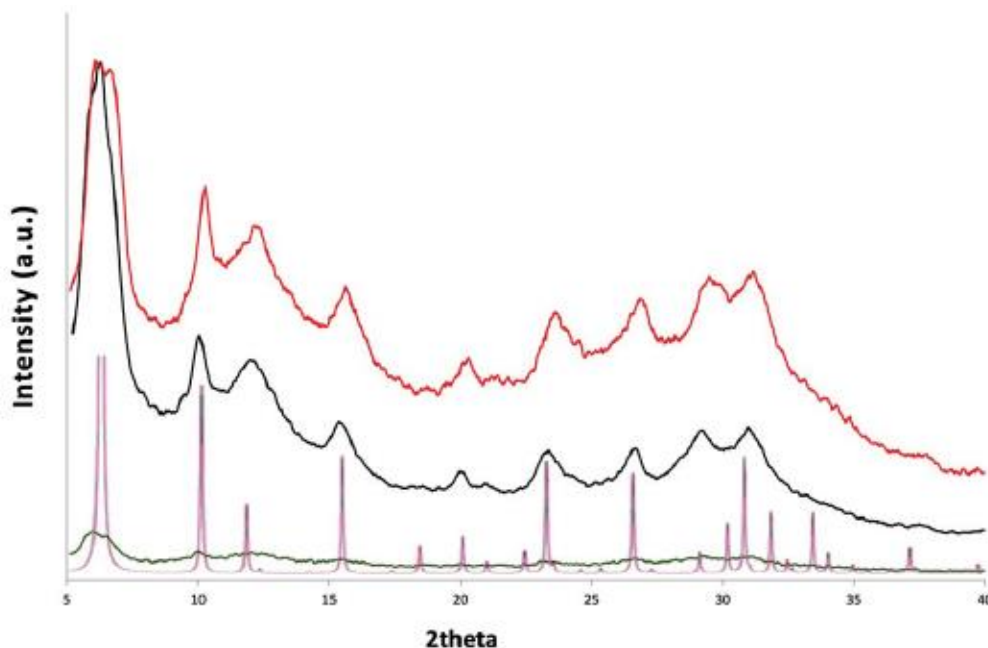
Komposisi	Kadar (%)
SiO ₂	97,1
Al	-
Na	-
C	0,31
H	0,24
Fe	0,02

Rahman, dkk., (2009) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi sebagai sumber silika dan dari hasil analisis XRF diperoleh kadar SiO₂ sebesar 95,85 %. Pratomo, dkk., (2013) telah melakukan penelitian tentang ekstraksi silika

dari abu sekam padi. Perlakuan dilakukan dengan pencucian menggunakan HCl dengan variasi konsentrasi yakni 1, 2, dan 3 M dan tanpa pencucian, dengan teknik pengadukan dan refluks. Kadar silika tertinggi diperoleh dengan pencucian menggunakan HCl 1 M teknik pengadukan yang ditunjukkan pada Tabel 2.9 berikut :

Tabel 2.9 Hasil analisis dengan XRF (Pratomo, dkk., 2013)

Parameter	Kandungan Kimia (%)								
	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	CrO	MnO	NiO	CuO
Sebelum	94,9	2,84	0,84	0,69	0,03	0,03	0,37	0,03	0,05
Sesudah	97,5	1,01	0,69	0,4	0,04	0,03	0,16	0,02	0,04

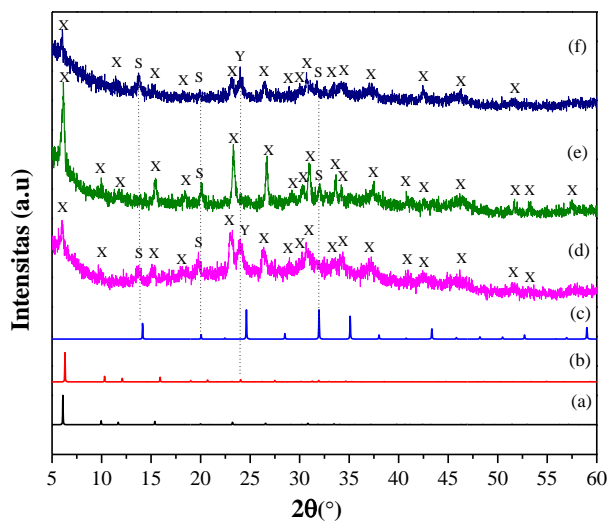


Gambar 2.17 Hasil karakterisasi zeolit NaY dari bahan sintetik tanpa templat organik dengan Analisa XRD (Mastropietro, dkk., 2014)

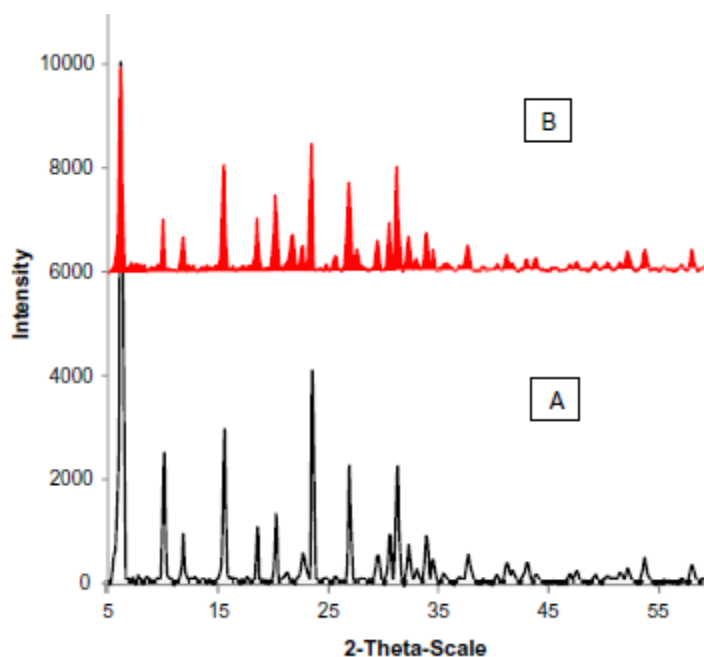
Berdasarkan Gambar 2.17 diperoleh hasil bahwa analisis XRD menunjukkan sintesis zeolit NaY dari bahan sintetik dengan komposisi molar 4,3 SiO₂ ; 1 Al₂O₃ ; 15,2 NaOH ; 321,4 H₂O memiliki kristalinitas yang rendah. Pada garis merah atas menunjukkan hasil karakterisasi zeolit NaY tanpa *seeding supports* pada suhu 30 °C selama 36 jam, garis hitam menunjukkan hasil

karakterisasi zeolit NaY menggunakan seeding supports selama 36 jam, garis abu-abu menunjukkan karakterisasi zeolit NaY tanpa seeding supports selama 24 jam, sedangkan garis warna magenta dibawah merupakan referensi dari zeolite FAU murni. Dari hasil karakterisasi tersebut di dapat ukuran partikel sebesar 35-60 nm (Mastropietro, dkk., 2014).

Arifa (2018) melakukan sintesis zeolit NaX dengan variasi waktu sonikasi seperti pada Gambar 2.18. Sintesis zeolit NaX metode sonikasi juga menghasilkan zeolit NaX murni pada waktu sonikasi 2 jam, sedangkan sintesis dengan waktu sonikasi 4 jam juga menghasilkan zeolit NaX murni tetapi dengan kristalinitas yang lebih tinggi. Peningkatan kristalinitas zeolit waktu sonikasi 4 jam ditandai dengan meningkatnya intensitas pada 2θ $26,67^\circ$.



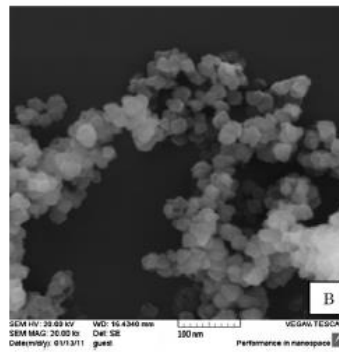
Gambar 2.18 Difraktogram sintesis zeolit metode sonikasi (70°C) (a) standar sodalit (b) standar NaX, (c) standar NaY (d) zeolite variasi waktu kristalisasi 2 jam, (e) 4 jam (x= zeolit NaX)



Gambar 2.19 Hasil Karakterisasi Zeolit NaY dari silika sintetik menggunakan templat organik dengan analisis XRD. A). Microcrystalin zeolite NaY dan B). Nanocrystalline zeolite Na-Y (Rasouli, dkk., 2012)

Berdasarkan Gambar 2.19 dapat diketahui bahwa hasil analisa menggunakan XRD sintesis zeolit Y dari silika sintetik dengan menggunakan templat organik berupa *tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH) dibawah kondisi hidrotehrmal pada suhu antara 90-160 °C selama 48-72 jam, memiliki kristalinitas yang hampir dekat dengan standart zeolit Na-Y (Rasouli, dkk., 2012).

Penelitian yang dilakukan Rasouli, dkk., (2012) berhasil mensintesis zeolit NaY dari silika sintetik menggunakan templat organik berupa *tetramethylemmonium hydroxide* (TMAOH) di bawah kondisi hidrotermal pada suhu antara 90-160 °C selama 48-72 jam, kemudian dianalisis menggunakan SEM dan diperoleh rata-rata ukuran Kristal 20 ± 5 nm. Hasil ditunjukkan pada Gambar 2.20 berikut:



Gambar 2.20 Hasil karakterisasi zeolit Y menggunakan templat organic dengan analisa SEM (Rasouli, dkk., 2012)

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Oktober 2018-April 2021 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi, dan Laboratorium Analitik Universitas Negeri (UIN) Mulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral Mineral Maju FMIPA Universitas Negeri Malang (UM), Laboratorium Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh November (ITS) Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, *magnetic stirrer*, mortar dan alu, spatula, *hot plate*, corong *Buchner*, cawan perselen, *stopwatch*, oven merk *Thermo Scientific*, neraca analitik, tanur listrik (*Fisher Scientific*), botol akuades, pH universal, ultrasonic cleaner (Branson Ultrasonics model B3510-MT), *X-Ray Diffraction (XRD)*, *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *Fourier Transform Infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*, dan desikator.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah kaolin alam, NaOH (99%, Merck), aquades, aluminium oksida (Al_2O_3) (Merck), asam klorida teknis (HCl), *tetramethylammonium hydroxide (TMAOH)* (*Sigma Aldrich*, 25%), indikator universal, aluminium foil, kertas saring.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan yaitu karakterisasi kaolin, metakaolin dan zeolit faujasit menggunakan XRF, XRD, FTIR, Adsorpsi N₂ dan SEM. Sintesis zeolit faujasit dilakukan 2 tahap, yaitu sintesis metakaolin dan sintesis zeolit faujasit. Sintesis metakaolin dilakukan dengan alkali fusi. Sedangkan sintesis zeolit faujasit menggunakan metode sonikasi dengan penambahan templat organik (TMAOH) dengan variasi konsentrasi.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel kaolin alam
2. Karakterisasi kaolin alam dengan XRF, XRD, FTIR, dan SEM
3. Pengubahan kaolin menjadi metakaolin melalui proses alkali fusi
4. Karakterisasi metakaolin dengan XRD, FTIR dan SEM
5. Sintesis zeolite faujasit menggunakan metode sonikasi dengan variasi konsentrasi template organic.
6. Karakterisasi zeolit faujasit menggunakan XRD, FTIR dan SEM
7. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Kaolin Alam

Sampel kaolin dicuci dengan akuades auntuk menghilangkan tanah yang menutupi permukaan kaolin lalu dikeringkan. Kemudian kaolin dihaluskan dan diayak menggunakan ayakan 200-230 mess (Ismail, dkk., 2013). Selanjutnya sampel

yang tidak lolos pada 230 mesh dicuci dengan 20 gram HCl 1M dengan jumlah kaolin sebanyak 10 gram dan diaduk menggunakan stirrer selama 1 jam. Setelah itu sampel dicuci dan disaring dengan akuades hingga pH fitrat 7 dan dikeringkan pada temperature 100 °C selama 1 jam. Kemudian kaolin dikarakterisasi menggunakan XRF, XRD, FTIR, dan SEM.

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

Pengubahan kaolin menjadi metakaolin dilakukan dengan penambahan NaOH dan pemanasan. Campuran kaolin dan NaOH dengan rasio 1 : 2 yakni 6,44 g kaolin dan 12,88 g NaOH digerus selama 30 menit dan dipanaskan pada suhu 600°C selama 1 jam. Selanjutnya, digerus kembali hingga menjadi serbuk dan dilakukan karakterisasi dengan XRD, FTIR dan SEM.

3.5.3 Sintesis Zeolit Faujasit dengan Metode Sonikasi Menggunakan Variasi Konsentrasi Templat Organik

Bahan dengan komposisi molar yaitu 0.5 ; 0.7 ; 1 (TMA)₂O : 3 SiO₂ : 1 Al₂O₃ : 4.2 Na₂O : 180.6 H₂O. Prekursor awal dibuat dengan mencampurkan 3,6 mL TMAOH dan 29,8 mL H₂O, 5 mL TMAOH dan 28,7 mL H₂O, 7,2 mL TMAOH dan 27 mL H₂O, masing-masing ditambahkan 2,94 g metakaolin, 0,8 g NaOH dan 1,02 g Al₂O₃ 99%.

Selanjutnya semua campuran diaduk menggunakan stirrer selama 1 jam pada suhu ruang hingga larutan homogen. Kemudian larutan di pindahkan ke dalam botol polypropilen tertutup dan dieramkan selama 10 hari pada suhu ruang untuk pembentukan inti kristal zeolit. Selanjutnya, dimasukkan dalam vial HDPE dan

dilakukan sonikasi dengan frekuensi gelombang 42 KHz dan daya 100 W menggunakan suhu 69 °C selama 4 jam. Hasil sonikasi disaring dan endapan dicuci dengan akuades hingga diperoleh pH filtrat mencapai 9. Kemudian filtrat dibuang dan endapan yang diperoleh dipindahkan ke cawan penguap. Dikeringkan endapan pada suhu 120 °C selama 1 jam dalam oven untuk menguapkan air. Kemudian dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk mendekomposisi template organik (TMAOH). Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas, ukuran partikel, serta keberhasilan sintesis, dan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dari zeolit faujasit hasil sintesis.

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit Faujasit Menggunakan X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi XRF kaolin alam dilakukan sebelum dan sesudah dipreparasi dengan cara sebagai berikut: sampel yang akan dikarakterisasi diletakkan dalam sampel *holder*, kemudian disinari dengan sinar-X. Data hasil karakterisasi kaolin menggunakan XRF yang diperoleh adalah dalam bentuk Tabel tersebut menunjukkan persentase unsur yang terkandung dalam kaolin. Selanjutnya dari data persentase Si dan Al dihitung rasio molar Si/Al. Jika rasio molar masih dalam rentang >3 maka kaolin langsung bisa dijadikan sebagai bahan awal dalam sintesis zeolit faujasit tanpa penambahan sumber silika atau aluminat lain.

3.5.4.2 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit Faujasit Menggunakan X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada zeolit faujasit hasil sintesis variasi mol TMAOH 1; 1,4 dan 2 mol. Mula – mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk halus , kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α pada λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2θ sebesar 5-50° dan kecepatan scan 0,02°/detik. Data hasil karakterisasi zeolit Faujasit menggunakan XRD yang diperoleh adalah berupa difraktogram. Kristalinitas zeolite Faujasit variasi konsentrasi TMAOH dan variasi waktu reaksi dengan metode sonikasi ditentukan oleh kemunculan puncak pada daerah 2θ pada difraktogram. Selanjutnya pola puncak-puncak yang terbentuk pada difraktogram dibandingkan dengan referensi untuk mengetahui terbentuknya kristal zeolit Faujasit. Semakin tinggi intensitas puncak menandakan bahwa kristal zeolit Faujasit semakin banyak terbentuk.

3.5.4.3 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit Faujasit Menggunakan Scanning Electron Microcopy (SEM)

Sampel zeolit Faujasit hasil sintesis variasi konsentrasi TMAOH dan variasi waktu reaksi dengan metode sonikasi dilakukan karakterisasi dengan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dari suatu sampel padat. Sampel ditempatkan pada mesin pelapis emas dan ditempatkan pada instrument SEM. Diamati mikrografny mulai perbesaran 5000-20.000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.4.4 Karakterisasi Kaolin, Metakaolin dan Zeolit Faujasit Metakaolin dan Zeolit NaX Menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap zeolit faujasit hasil sintesis variasi mol TMAOH 1; 1,4 dan 2 mol. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortar dari batu agate dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipres dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada sampel *holder* dan dianalisa menggunakan FTIR pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} . Data hasil karakterisasi kaolin, metakaolin dan zeolit faujasit dengan FTIR diperoleh data berupa spektra inframerah. Spektra tersebut berupa pola pita-pita serapan inframerah yang muncul pada frekuensi vibrasi spesifik oleh molekul-molekul yang ada pada material. Pita-pita serapan inframerah tersebut muncul berdasarkan pada % transmisi dan bilangan gelombang. Spektra yang didapatkan kemudian dianalisis dengan cara dibandingkan dengan standar.

3.5.5 Analisis Data

3.5.5.1 Analisis Kemurnian

Data karakterisasi XRD yang diperoleh berupa difraktogram yaitu puncak-puncak spesifik kaolin dan pengotornya. Data difraktogram metakaolin digunakan untuk mengetahui keberhasilan sintesis metakaolin yang merupakan material amorf. Puncak-puncak yang muncul pada 2θ difraktogram menentukan pembentukan struktur zeolit X. Analisis data difraktogram akan dilakukan pencocokan data terukur (XRD) dengan data terhitung yaitu *Inorganic Crystal Structure Database* (ICSD), *Joint Committee on Powder Diffraction Standard*

(JCPDS), dan *Raman Spectroscopy, X-ray Diffraction and Chemistry Data for Mineral* (RRUFF) menggunakan program Rietica. Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka kemurnian zeolit faujasit dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas zeolit faujasit dengan intensitas total sesuai Persamaan 3.1

$$\text{Kemurnian (\%)} = \frac{\text{jumlah intensitas zeolit faujasit}}{2 \sin \theta \text{ jumlah intensitas total}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.1)$$

3.5.5.2 Analisis Ukuran Kristal

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari difraksi sinar-X, maka ukuran atau ketebalan kristal dapat ditentukan menggunakan Persamaan 3.2 Debye-Scherrer:

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

Keterangan:

D : ukuran kristal (nm)

K : Konstanta (0,9)

λ : Panjang gelombang radiasi (nm)

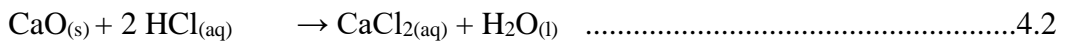
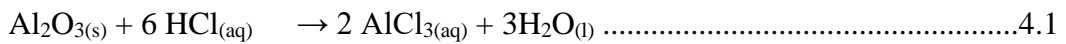
β : FWHM (*full width at half max*) x π /integrasi luas puncak refleksi (radian)

θ : Sudut peristiwa sinar-X

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakteristik Kaolin Blitar

Kaolin yang digunakan pada penelitian ini sebagai sumber silika dan alumina untuk sintesis zeolit faujasit. Kaolin yang berasal dari alam pada umumnya masih mengandung banyak pengotor, baik pengotor fisik maupun pengotor logam. Pengotor fisik seperti tanah dapat dihilangkan dengan pencucian menggunakan akuades sedangkan pengotor logam dapat dikurangi kandungannya dengan pencucian menggunakan asam (HCl 1 M). Reaksi pelarutan logam dengan HCl secara umum dapat dilihat pada persamaan 4.1 dan 4.2.



Pencucian kaolin dengan HCl dapat mengurangi kadar logam namun juga menyebabkan adanya pengotor lain berupa anion Cl⁻. Anion Cl⁻ yang tersisa dalam sampel akan bereaksi NaOH dan membentuk NaCl sehingga mengganggu perombakan struktur kaolin oleh NaOH. Anion Cl⁻ dapat dihilangkan dengan pencucian menggunakan akuades dan dihentikan ketika tidak terbentuk filtrate AgCl putih dengan ditetesi AgNO₃ untuk memastikannya. Kandungan mineral kaolin blitar sebelum dan setelah aktivasi oleh HCl 1M dapat dilihat dari hasil analisis XRF pada Tabel 4.1.

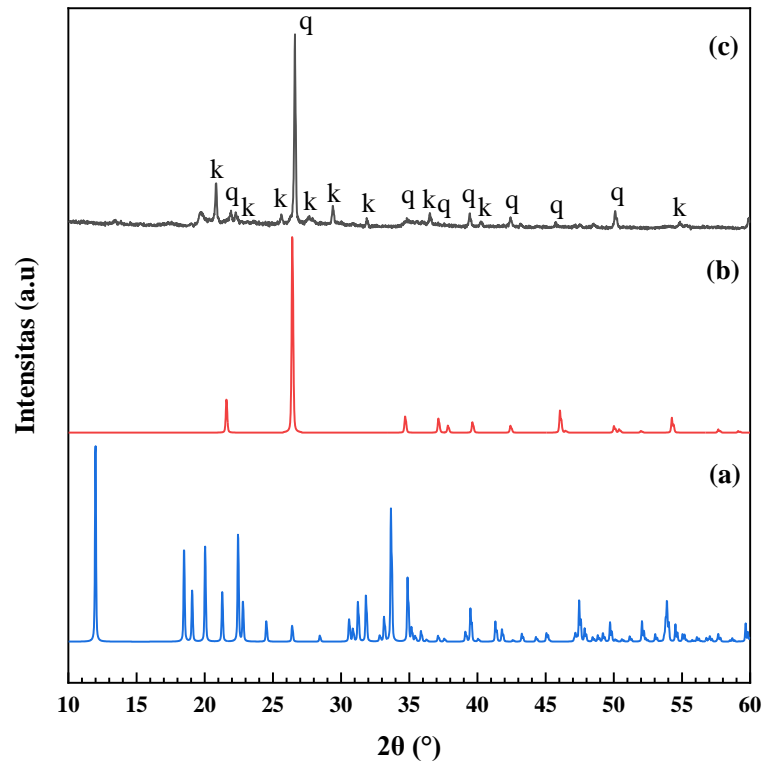
Tabel 4.1 Kandungan mineral kaolin

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

Berdasarkan Tabel 4.1 sebelum pencucian dengan HCl 1M rasio Si/Al didapatkan 5,47 sedangkan setelah pencucian didapatkan rasio Si/Al didapatkan 6,53. Logam Ca dan Sr mengalami penurunan persentase, sementara logam Al, Si, K, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Zn mengalami peningkatan persentase. Peningkatan presentase Si dikarenakan SiO_3 tidak reaktif pada asam dalam suhu ruang maupun suhu yang lebih tinggi (Cotton dan Wilkison, 1986). Aluminium (Al) mengalami penurunan karena merupakan oksida amfoter sehingga mudah larut dalam asam maupun basa (Svehla, 1979). Persentase logam titanium (Ti) dan vanadium (Va) meningkat karena logam tersebut tidak dapat larut dalam asam klorida maupun asam sulfat encer (Svehla, 1979). Oksida logam mangan (Mn) dalam asam tereduksi dan cenderung membentuk ion mangan (II) (Svehla, 1979).

Pencucian menggunakan HCl 1 M tidak menurunkan logam secara signifikan, namun terdapat beberapa logam yang mengalami penurunan persentase karena bersifat larut dalam asam. Logam alkali tanah lebih mudah larut dalam asam sedangkan logam transisi lebih sukar untuk larut dalam HCl 1M. Konsentrasis asam yang kecil juga menyebabkan logam-logam pengotor dalam kaolin menjadi sukar larut. Selain itu, struktur kaolin alam yang sangat *rigid*, sehingga kation penyeimbang seperti logam tidak mudah hilang meskipun telah dilakukan pencucian dengan asam kandungan logam yang masih banyak terdapat pada kaolin setelah proses aktivasi dengan HCl 1 M, dapat mengganggu proses sintesis zeolit. Pengotor (logam) pada kaolin dan material alam lainnya sulit untuk dihilangkan. Akan tetapi, Tyas (2016) telah berhasil banyak menghilangkan kandungan logam pada lumpur alam dengan menggunakan dua metode, yaitu aktivasi asam dan basa, sehingga zeolit sintesis yang dihasilkan lebih murni.

Karakter kaolin Blitar juga dapat diketahui strukturnya menggunakan analisis XRD. Hasil analisa XRD ditunjukkan pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa kaolin Blitar memiliki puncak khas kaolin dengan intensitas rendah dan puncak khas kuarsa dengan intensitas tinggi. Kuarsa memiliki sifat tidak reaktif sehingga perlu dilakukan alkali fusi untuk merubah kuarsa menjadi sodium silikat dan kaolin menjadi metakaolin agar menjadi bahan yang lebih reaktif dan bisa digunakan sebagai *raw material* untuk sintesis zeolit.

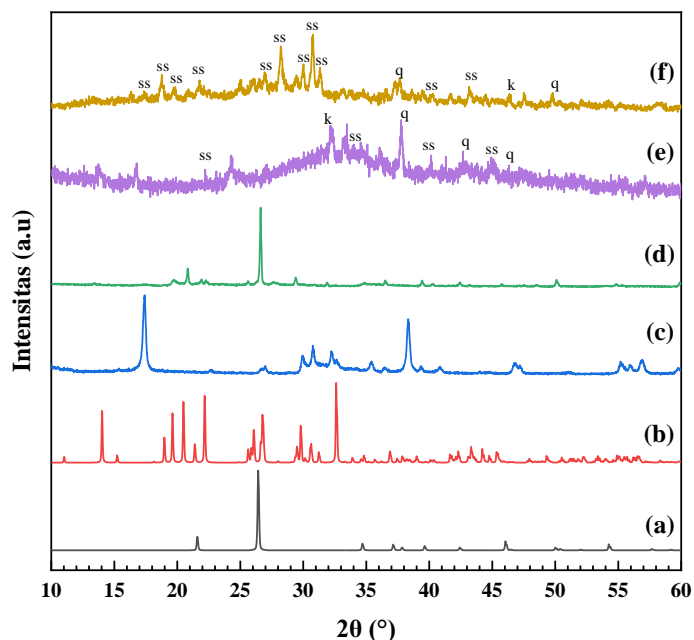


Gambar 4.1 Difraktogram (a) standar kaolin, (b) standar kuarsa, (c) kaolin yang telah diaktivasi (Q=kuarsa dan K=kaolin)

4.2 Karakteristik Kaolin Setelah Proses Alkali Fusi

Kaolin merupakan salah satu mineral yang stabil terhadap suhu tinggi sehingga harus diubah menjadi material yang relatif tidak stabil untuk memudahkan proses sintesis zeolit NaX. Kaolin Blitar yang digunakan sebagai *raw material* mengandung banyak pengotor kuarsa sehingga kurang reaktif dan perlu dilakukan proses alkali fusi yang dilakukan dengan menggerus kaolin dan NaOH yang diikuti oleh proses kalsinasi agar menjadi material yang lebih reaktif. Pemanasan pada proses alkali fusi berfungsi untuk memutus ikatan antara lapisan kaolin, yaitu Al-O dan Si-O sehingga terbentuk produk sodium silikat dan metakaolin. Salah satu

prekursor yang lebih reaktif adalah metakaolin yang merupakan bentuk dehidroksilasi dari kaolin.

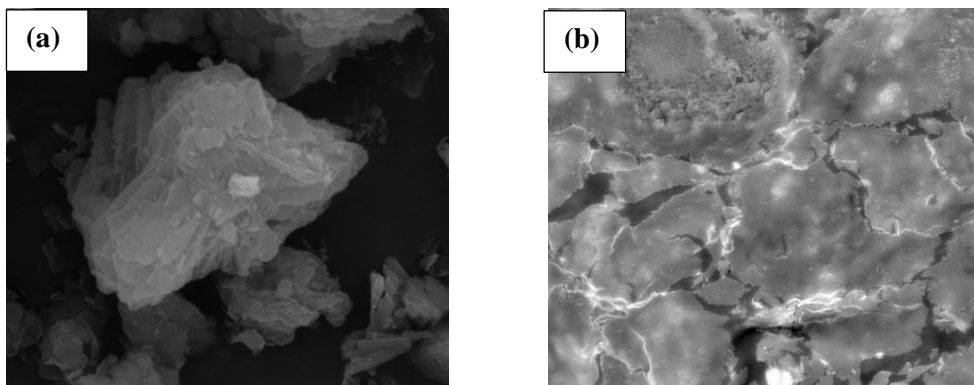
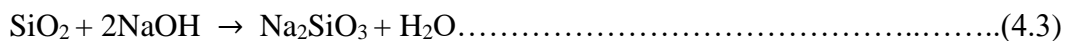


Gambar 4.2 Difraktogram (a) standar kuarsa, (b) standar sodium silikat, (c) standar kaolin, (d) kaolin yang telah diaktivasi, (e) Kaolin setelah proses alkali fusi percobaan 1, (f) Kaolin setelah proses alkali fusi percobaan 2, (K=kaolin, SS=sodium silikat, Q= kuarsa)

Proses alkali fusi pada kaolin dilakukan dua kali dengan perlakuan yang sama, akan tetapi menghasilkan komposisi yang berbeda, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2. Proses alkali fusi yang pertama (e) terdapat puncak kaolin, kuarsa dan sebagian besar telah berubah menjadi sodium silikat yang juga reaktif dan dapat dijadikan sebagai *raw material* untuk sintesis zeolit. Sedangkan alkali fusi yang kedua (f) puncak kaolin dan kuarsa berkurang atau lebih sedikit dari pada alkali fusi yang pertama. Puncak sodium silikat lebih banyak terbentuk, sehingga alkali fusi yang kedua ini lebih reaktif dari pada alkali fusi yang pertama. Proses alkali fusi yang masih mengandung sedikit kaolin dan kuarsa berpengaruh terhadap sintesis

zeolit, karena kaolin dan kuarsa yang tidak reaktif akan sulit diubah strukturnya menjadi zeolit, sehingga zeolit yang dihasilkan masih dalam bentuk amorf.

Proses terbentuknya sodium silikat seperti persamaan 4.3 yaitu reaksi antara kuarsa pada kaolin dan NaOH (Prabomo, dkk., 2017). Sodium silikat tidak mengganggu proses sintesis zeolit faujasit, karena sodium silikat merupakan salah satu sumber silika. Sodium silikat yang terbentuk lebih tinggi karena adanya pengotor kuarsa. Puncak pengotor kuarsa yang tersisa merupakan sisa dari reaktan yang belum bereaksi dengan sempurna. Keberadaan kuarsa dan kaolin mengganggu proses sintesis, karena kaolin dan kuarsa merupakan senyawa yang tidak reaktif sehingga sulit untuk dapat diubah menjadi zeolit. Adanya sisa reaktan disebabkan oleh proses penggerusan NaOH dan kaolin aktivasi yang kurang maksimal, sehingga proses reaktan tidak tercampur secara sempurna.



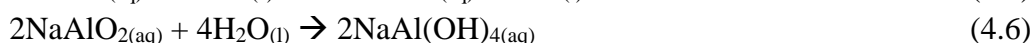
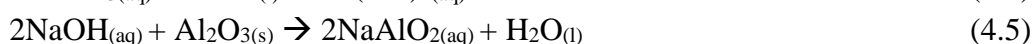
Gambar 4.3 Morfologi SEM (a) kaolin Blitar perbesaran 30.000x (b) kaolin setelah proses alkali fusi perbesaran 10.000x

Analisis dengan instrument SEM dihasilkan morfologi seperti Gambar 4.3 (a) menunjukkan morfologi dari kaolin berupa lempengan pipih yang berlapis-lapis

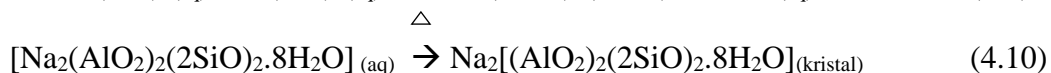
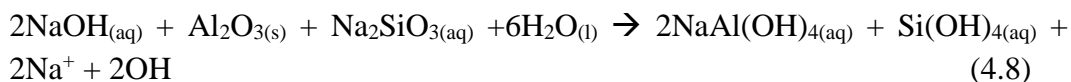
dan tidak beraturan, hal ini dikarenakan dari hasil XRD terkandung banyak pengotor kuarsa, sedangkan kaolin setelah proses alkali fusi (b) mengalami perubahan morfologi menjadi tidak beraturan karena terjadi dehidroksilasi. Dari hasil karakterisasi XRD dan SEM menunjukkan perubahan kaolin yang tidak reaktif menjadi material yang reaktif setelah proses alkali fusi.

4.3 Karakteristik Zeolit NaX Hasil Sintesis Menggunakan Metode Sonikasi dengan Variasi Mol Templat Organik

Sintesis zeolit NaX dilakukan menggunakan metode sonikasi, dengan menggunakan dua jenis sonikator yaitu sonikator *bath* dan sonikator *vibracell*. Sintesis dilakukan dengan variasi konsentrasi templat organik TMAOH yaitu 1 mol, 1,4 mol, dan 2 mol. Secara umum reaksi pada sintesis zeolit NaX dapat dilihat pada persamaan 4.4-4.10 (Peng, dkk., 2014 dan Deleuze, dkk., 2014).



Penjumlahan reaksi pada Persamaan 4.4 dan 4.7



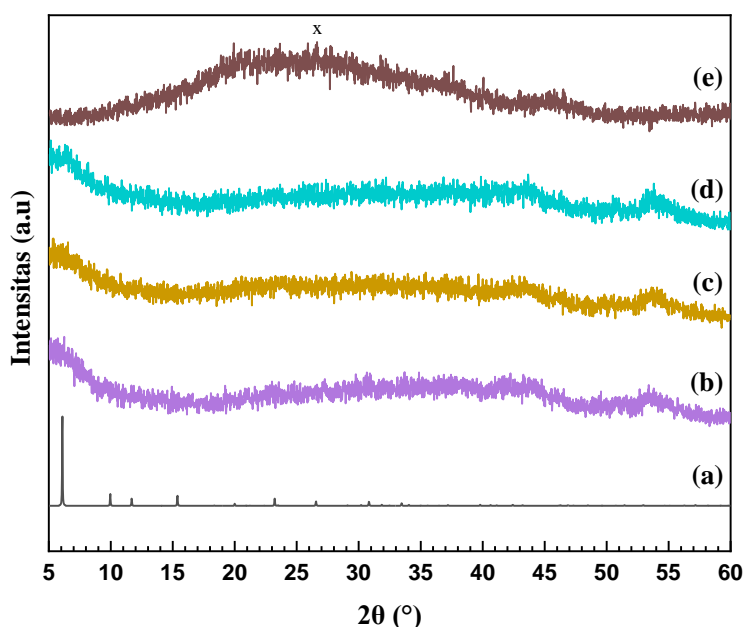
NaOH pada proses alkali fusi kaolin berfungsi sebagai agen mineralizer dan pengarah struktur pada proses kristalisasi zeolit NaX. NaOH juga mempengaruhi pH dalam kondisi campuran menjadi basa (pH=14) dan ion Na^+ akan menyebabkan terbentuknya struktur berongga pada zeolit. Pada persamaan 4.4 proses alkalifusi menghasilkan sodium yang bereaksi dengan air membentuk silikat. Kemudian pada persamaan 4.5 dan 4.6 NaOH berlebih pada sodium silikat bereaksi dengan alumina yang ditambahkan membentuk sodium aluminat dan akan membentuk spesi aluminat yang akan bereaksi dengan spesi silikat dan membentuk polimer alumina silikat. Pada atom oksigen (O) terdapat pasangan elektron bebas yang menghasilkan silikat yang reaktif sehingga akan bereaksi dengan spesi silikat yang lain.

Kristal zeolit mulai terbentuk pada tahap *aging* (pemeraman) yang dilakukan selama 10 hari, dimana fungsi dari proses pemeraman adalah untuk meningkatkan kristalinitas produk. Waktu aging yang lama akan meningkatkan keseragaman produk karena semakin banyak jumlah silikat yang masuk kedalam polimer alumina silikat akan semakin banyak jumlah inti yang terbentuk dan seragam (Johnson dan Arsyadi, 2014).

Pembentukan kristal zeolit dilanjutkan pada proses pemanasan atau kristalisasi yang dilakukan menggunakan metode sonikasi. Tujuan dari proses kristalisasi adalah untuk menyempurnakan dan menyeragamkan pertumbuhan kristal zeolit, dimana campuran aluminosilikat akan mengalami penataan ulang agar strukturnya menjadi lebih teratur.

Berdasarkan hasil analisis XRD sintesis zeolit NaX yang ditunjukkan ada Gambar yang kemudian dibandingkan dengan difraktogram standar dari

International Zeolit Association (IZA). Difraktogram pada Gambar 4.4 menunjukkan bahwa hasil sintesis masih berupa amorf, baik yang disintesis dengan alat sonikasi *batch* ataupun yang disintesis dengan sonikasi *vibracell*. Manfaat dari penggunaan metode sonikasi yaitu dapat menghasilkan ukuran kristal yang lebih kecil dan sehingga luas permukaannya lebih besar. Selain itu juga waktu yang dibutuhkan untuk sintesis lebih singkat. Akan tetapi hasil sintesis dengan sonikasi *vibracell* terdapat satu puncak lemah yang merupakan puncak zeolit X. Hasil difraktogram menggunakan sonicator *batch* dan sonicator *vibracell* sama-sama menunjukkan hasil zeolit yang amorf. Hal ini menunjukkan bahwa jenis sonicator tidak mempengaruhi hasil sintesis, yang paling berpengaruh adalah raw material yang digunakan untuk sintesis (kandungan logam dan kemurnian material yang reaktif).

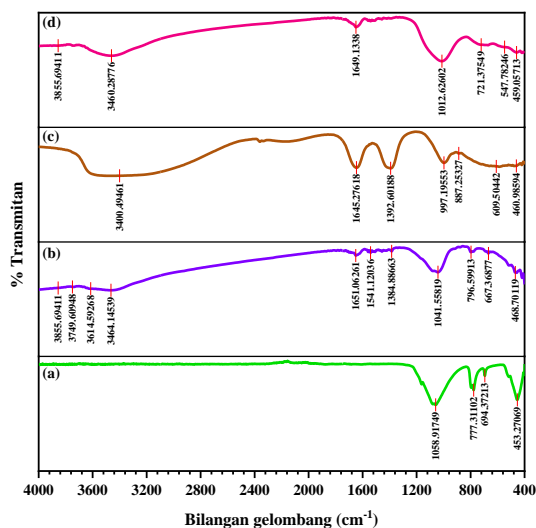


Gambar 4.4 Difraktogram (a) standar zeolit x, zeolit NaX variasi TMAOH sonikasi *batch* (b) 1 mol (c), 1,4 mol, (d) 2 mol, (e) zeolit NaX 1 mol TMAOH sonikasi *vibracell*

Hasil sintesis zeolit NaX yang masih amorf, belum bisa diketahui telah terbentuk atau tidaknya zeolit. Sehingga, perlu dianalisis dengan FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi yang dapat digunakan sebagai acuan bahwa gugus fungsi zeolit telah terbentuk. Keberhasilan suatu sintesis sangat dipengaruhi oleh raw material yang digunakan. raw material dari alam dibutuhkan pemurnian dari logam-logam lain dan pemurnian struktur material menjadi sangat reaktif sehingga memudahkan dalam pembentukan zeolit. Zeolit dengan fasa amorf tersebut dapat digunakan kembali sebagai precursor sintesis zeolit NaX untuk menghasilkan produk yang lebih kristalin (Khumar, dkk., 2016). Zeolit dengan fasa amorf dapat dimanfaatkan untuk menangkap CO₂ yang diemisikan pada proses industry, selain itu juga dapat digunakan sebagai pengolahan limbah cair (Dosa, dkk., 2021) Elendra (2019) melakukan sintesis zeolit NaX dengan variasi konsentrasi tempat organik yang sama namun dengan metode yang berbeda (hidrotermal) menghasilkan puncak zeolit NaX dengan pengotor zeolit NaY dan sodalit dengan morfologi yang dihasilkan berbentuk fasa kristalinitas rendah (amorf). Keberhasilan sintesis zeolit NaX juga dialami oleh Hardianti (2019), dimana sintesis menggunakan template organik TMAOH dengan metode hidrotermal menghasilkan kristalinitas yang lebih tinggi dengan puncak yang jelas dan tajam.

Spektra FTIR pada kaolin Blitar ditampilkan pada Gambar 4.5 sedangkan identifikasi modus vibrasi dirangkum pada Tabel 4.2. Hasil analisis FTIR yang ditunjukkan pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa sampel kaolin memiliki kandungan kuarsa yang tinggi ditandai dengan adanya serapan vibrasi silika bebas dari kuarsa (Si-O) pada bilangan gelombang 796 cm⁻¹, sedangkan serapan dari

kaolin ditunjukkan pada bilangan gelombang pada daerah 3614 cm^{-1} dan 3464 cm^{-1} regangan Al-OH antar lapisan, 1651 cm^{-1} regangan H-O-H bending, 1041 cm^{-1} regangan asimetrik Si-O tetrahedral, 796 cm^{-1} dan 667 cm^{-1} regangan T-O-T simetrik bending, dan 468 cm^{-1} regangan T-O-T asimetrik bending.



Gambar 4.5 Spektra FTIR (a) standar kuarsa (b) kaolin aktivasi (c) kaolin setelah proses alkali fusi (d) zeolit NaX

Hasil proses alkali fusi menyebabkan perubahan struktur kaolin, dimana terjadi vibrasi pada bilangan gelombang 796 cm^{-1} menghilang yang memungkinkan kuarsa telah bertransformasi menjadi sodium silikat dan munculnya bilangan gelombang 998 cm^{-1} regangan Si-O-Si tetrahedral. Selain itu terjadi pelebaran serapan vibrasi O-H pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} , hal ini diakibatkan oleh sifat sodium silikat yang bersifat higroskopis (Hera, 2005). Setelah proses alkali fusi terjadi pergeseran bilangan gelombang dari 1651 cm^{-1} menjadi 1645 cm^{-1} H-O-H bending. Pada bilangan gelombang 1392 cm^{-1} merupakan spektrum baru yang menunjukkan regangan asimetris C-O pada CO_3^{2-} akibat dari reaksi antara sodium silikat dengan CO_2 membentuk Na_2CO_3 . Hasil analisis alkali fusi dengan FTIR

menunjukkan bahwa kaolin berubah menjadi sodium silikat sesuai dengan analisis XRD.

Tabel 4.2. Interpretasi hasil FTIR zeolit NaX dengan standar

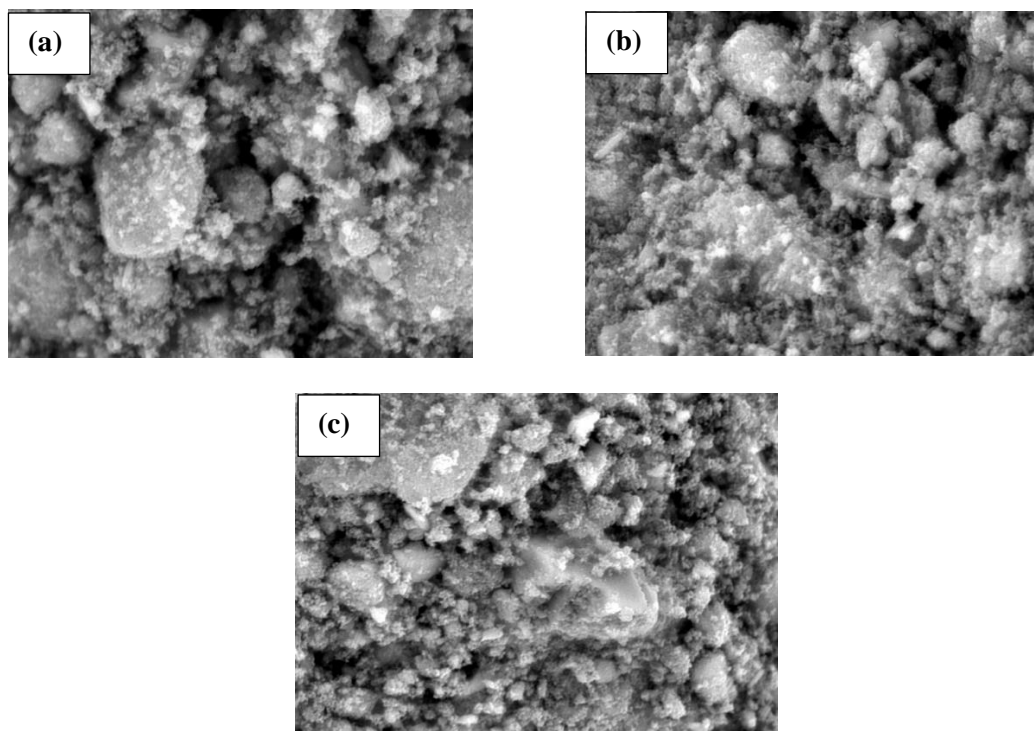
No	Kaolin	Sodium Silikat Refrensi	Kaolin setelah proses alakali fusi	Zeolit NaX Refrensi	Zeolit	Jenis Vibrasi
1	3855	-	-	-	3855	Regangan OH****
2	3749	-	-	-	-	Regangan OH*
3	3614	-	-	-	-	Regangan Al-OH antar lapisan*
4	3464	3436	3400	3200-3500	3460	Regangan H-O-H*
5	1651	1634	1645	-	1649	Vibrasi H-O-H <i>bending</i> ****
6	1541	-	-	-	-	Regangan asimetrik metil (CH ₃)***
7	-	1425	1392	-	-	Regangan asimetrik C-O dari Na ₂ CO ₃ **
8	1384	-	-	-	-	Regangan simetrik metil (CH ₃)***
9	1041	1058	-	-	-	Regangan asimetrik Si-O tetrahedral**
10	-	900-1100	997	-	1012	Regangan <i>T-O-T</i> asimetrik tetrahedral*
11	-	800	887	-	-	Regangan Al-OH oktahedral**
12	796	-	-	-	-	Vibrasi Si-O (kuarsa)*
13	-	-	-	720-750	721	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik eksternal*
14	667	694	609	-	-	Regangan <i>T-O-T</i> simetrik <i>bending</i> *
15	-	-	-	500-650	547	Regangan cincin <i>D6R</i> *****
16	468	453	460	-	459	Regangan <i>T-O-T</i> asimetrik <i>bending</i> *

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

(2002), ****Byrappa dan Kumar (2007), *****Flanigen, dkk. (1971), Keterangan

T: Si atau Al

Perubahan sodium silikat menjadi zeolit ditunjukkan oleh hilangnya serapan gugus C-O dari sodium silikat dan berubah menjadi bentuk zeolit pada bilangan gelombang 1392 cm^{-1} . Terbentuknya zeolit NaX dapat diketahui dengan munculnya modus vibrasi disekitar 721 cm^{-1} yang menunjukkan regangan eksternal T-O-T. Pada bilangan gelombang 547 cm^{-1} yang menunjukkan regangan cincin D6R, dimana daerah tersebut disebut sebagai daerah *fingerprint* yang berada pada bilangan gelombang $650\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ (Aurbah, dkk., 2003). Pada penambahan TMAOH mengalami pelebaran puncak pada bilangan gelombang 1012 cm^{-1} terdapat regangan T-O-T. Dari spektra kaolin setelah proses alkali fusi dan zeolit terdapat perbedaan lebar puncak pada bilangan gelombang 3400 , dan 3460 cm^{-1} yang mengidentifikasi gugus O-H semakin berkurang, dimana serapan zeolit NaX pada daerah $3500\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan regangan O-H (Socrates, 1994).



Gambar 4.6 Morfologi SEM Zeolit menggunakan sonikator *batch* perbesaran 10.000 (a) 1 mol TMAOH (b) 1,4 mol TMAOH (c) 2 mol TMAOH

Karakteristik zeolit hasil sintesis juga dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui perubahan morfologi dari kaolin sebagai *raw material* untuk sintesis, kaolin setelah proses alkali fusi (Gambar 4.3) dan hasil sintesis zeolit dengan variasi mol *template*. Terdapat perubahan morfologi dari *raw material* (kaolin dan setelah proses alkali fusi) menjadi zeolit dapat terlihat dengan jelas. Akan tetapi morfologi dan topografi yang dihasilkan tidak beraturan. Hal ini diperkuat dengan hasil analisis dengan XRD, bahwa sintesis yang dihasilkan masih berupa *amorf*.

4.4 Sintesis Zeolit dalam Perspektif Islam

Perkembangan ilmu pengetahuan hasil penelitian menunjukkan bahwa sumber daya alam memiliki peranan penting dalam menghasilkan produk-produk bernilai ekonomi tinggi. Indonesia dapat mengambil peluang dan pemanfaatannya untuk meningkatkan daya saing dan kemandirian bangsa, karena sumber daya alam di Indonesia sangat melimpah. Sintesis Zeolit NaX dari kaolin alam dengan metode sonikasi menggunakan variasi konsentrasi templat organik TMAOH menjadi salah satu usaha dalam memanfaatkan bahan tambang kaolin yang terletak di Blitar. Sebagaimana firmanNya dalam surat al Jaatsiyah ayat 13:

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ ؕ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لٰٰيٰتٍ لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ

Artinya: “Dan Dia menundukkan apa yang ada di langit dan apa yang ada di bumi untukmu semuanya (sebagai rahmat) dari-Nya. Sungguh, dalam hal yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang-orang yang berpikir.” (QS. Al Jaatsiyah ayat 13).

Dalam tafsir Al- Misbah dijelaskan hanya Dia pula untuk kemaslahatan kalian, menundukkan seluruh benda langit berupa bintang-bintang yang gemerlapan dan bermacam planet, dan semua yang ada di bumi, semua itu

ditundukkan oleh Allah SWT untuk menjamin kebutuhan hidup. Nikmat-nikmat yang disebutkan itu merupakan tanda-tanda yang menunjukkan kemahakuasaan Allah bagi orang yang mau merenungkan ayat tersebut.

وَلَقَدْ مَكَّنَّاكُمْ فِي الْأَرْضِ وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعَايِشَ قَلِيلًا مَّا تَشْكُرُونَ

Artinya: *“Dan sungguh, Kami telah menempatkan kamu di bumi dan di sana Kami sediakan (sumber) penghidupan untukmu. (Tetapi) sedikit sekali kamu bersyukur.” (QS. Al A’raf: 10)*

Didalam tafsir Al- Misbah oleh Quraish Shihab dijelaskan bahwa sesungguhnya kami telah menempatkan kalian dimuka bumi. Lalu kami berikan kalian kemampuan untuk bisa mengeksploitasi dan mendayagunakan. Kami juga menyediakan sarana-sarana kehidupan. Hanya saja sangat sedikit diantara kalian yang bersyukur, dan kalian yang bersyukur dan kalian yang akan mendapatkan balasannya. Ayat tersebut juga menjelaskan jika Allah memberikan petunjuk dalam Al-Quran, bahwasanya di dunia Allah telah menyediakan berbagai jenis sumber penghidupan untuk makhluk-Nya, namun pada kenyataannya hanya sedikit sekali manusia yang mampu mensyukuri nikmat yang sudah Tuhan berikan. Salah satu cara untuk mensyukuri pemberian Tuhan dengan memanfaatkan sumber daya alam yang telah tersedia. Sintesis zeolit NaX dari kaolin alam merupakan salah satu cara dalam memanfaatkan sumber daya alam yang ada, dimana kaolin alam memiliki kandungan silika dan alumina yang tinggi sehingga dapat dijadikan sebagai precursor sintesis zeolit. Selain kaolin alam terdapat pula sumber daya alam lain yang dapat disintesis menjadi zeolit, beberapa diantaranya adalah abu sekam padi, bentonit, halloysit, dll (Belviso, dkk. 2010).

وَلَقَدْ ذَرَأْنَا لِجَهَنَّمَ كَثِيرًا مِّنَ الْجِنِّ وَالإِنسِ لَهُمْ قُلُوبٌ لَّا يَفْقَهُونَ بِهَا وَهُمْ أَعْيُنٌ لَّا يُبْصِرُونَ
بِهَا وَهُمْ أذَانٌ لَّا يَسْمَعُونَ بِهَا أُولَئِكَ كَالْأَنْعَامِ بَلْ هُمْ أَضَلُّ أُولَئِكَ هُمُ الْغَافِلُونَ

Artinya: “Dan sungguh, akan Kami isi neraka Jahanam banyak dari kalangan jin dan manusia. Mereka memiliki hati, tetapi tidak dipergunakannya untuk memahami (ayat-ayat Allah) dan mereka memiliki mata (tetapi) tidak dipergunakannya untuk melihat (tanda-tanda kekuasaan Allah), dan mereka mempunyai telinga (tetapi) tidak dipergunakannya untuk mendengarkan (ayat-ayat Allah). Mereka seperti hewan ternak, bahkan lebih sesat lagi. Mereka itulah orang-orang yang lengah.” (QS. Al-A'raf 179).

Tafsir oleh Quraish Shihab dalam Al- Misbah dijelaskan dan sungguh kami telah menciptakan banyak diantara jin dan manusia yang dihari kiamat akan berada di api neraka. Hal itu karena hati mereka tidak digunakan untuk menembus kebenaran, magta mereka tidak merenungi kekuasaan Tuhan, dan telinga mereka tidak mendengarkan ayat-ayat dan nasihat-nasihat untuk direnungi dan diambil pelajaran. Mereka layaknya seperti binatang yang tidak menggunakan akal yang siberikan Allah untk bertadabbur. Bahkan mereka sebenarnya lebih sesat dari binatang. Sebab binatang itu dengan instingnya kan selalu mencari kebaikan dan menghindari bahaya, sementara mereka itu malah menolak kebaikan dan kebenaran yang ada. Mereka itu memang orang-orang yang sangat bodoh.

Dari ayat di atas tentang manusia yang tidak memanfaatkan sesuatu dari indera-indera yang telah dijadikan oleh Allah sebagai sarana untuk mendapatkan hidayah. Mereka yang tidak mau mendengarkan perkara yang hak dan mereka tidak mau melihat jalan hidayah-Nya adalah seperti binatang ternak yang terlepas bebas.

Kelalaian manusia yang tidak memanfaatkan hati dan akal yang telah diberikan kepada mereka untuk memikirkan petunjuk yang Allah jelaskan dalam Al Qur'an dan mengamalkannya untuk lebih mengenal siapa dirinya. Manusia

sebagai khalifah di muka bumi harus bermanfaat kepada makhluk yang lain, salah satunya dengan menggunakan kecerdasan mereka dalam memanfaatkan sumberdaya alam yang tersedia agar menjadi bahan jadi yang memiliki lebih banyak manfaat untuk manusia yang lain. Batuan kaolin yang disintesis menjadi zeolit memiliki manfaat yang lebih luas lagi, salah satunya pemanfaatan dalam dunia kecantikan, dimana zeolit dimanfaatkan sebagai adsorben karena sifatnya yang memiliki ukuran pori lebih besar.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Hasil analisis menggunakan XRD, kaolin Blitar mengandung pengotor kuarsa yang sangat tinggi. Proses alkali fusi terhadap kaolin menghasilkan perubahan mineral menjadi sodium silikat, metakaolin dan masih terdapat kuarsa serta kaolin yang belum berubah. Perubahan kaolin setelah proses alkali fusi juga di analisis menggunakan FTIR dan SEM, yang menunjukkan hilangnya gugus fungsi pada bilangan gelombang 796 cm^{-1} (vibrasi Si-O bebas) dan perubahan morfologi kaolin yang berlapis-lapis menjadi tidak beraturan setelah proses alkali fusi. Hasil proses alalkali fusi menunjukkan kaolin berubah menjadi material yang lebih reaktif.
2. Hasil sintesis zeolit masih berupa material amorf, keberhasilan sintesis zeolit didukung dengan hasil analisis FTIR yaitu adanya gugus fungsi pada bilangan gelombang 1012 cm^{-1} (*T-O-T* asimetrik tetrahedral, T=Si, Al) dan bilangan gelombang 547 cm^{-1} yang menunjukkan regangan cincin D6R. Morfologi yang terlihat dari hasil SEM tidak beraturan sesuai dengan hasil XRD.

5.2 Saran

1. Proses aktivasi kaolin masih menyisakan banyak pengotor logam, dan langkah yang bisa dilakukan untuk menurunkan kadar logam secara maksimal yaitu dengan dilakukan penambahan asam dengan konsentrasi lebih tinggi atau menggunakan asam yang lebih kuat.

2. Untuk menghasilkan produk sodium silikat dan metakaolin pada proses alkali fusi tanpa adanya reaktan sisa, proses penggerusan perlu dilakukan lebih lama agar NaOH dan kaolin aktifasi bisa tercampur secara maksimal. Selain itu juga waktu kalsinasi bisa dilakukan lebih lama atau dengan menaikkan suhu, agar proses pemutusan ikatan Si-O dan Al-O bisa terjadi secara maksimal.
3. Sintesis menggunakan *sonicator batch* tidak menghasilkan puncak difraktogram dan pada *sonicator vibracell* hanya menghasilkan satu puncak difraktogram zeolite, sehingga perlu dilakukan sintesis dengan variasi waktu untuk mendapatkan zeolite NaX.

DAFTAR PUSTAKA

- Alkan, M., Hopa, C., Yilmas, Z., dan Guler H. 2005. The Effect of Alkali Concentration and Solid/Liquid Ratio on The Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaA from Natural Kaolinite. *Microporous and Macroporous Materials*, 86, 176-184.
- Arifa, Aminatus. 2018. *Skripsi*. Sintesis Zeolit NaX dari Kaolin Blitar dengan Alkali Fusi Menggunakan Metode Hidrotermal dan Sonikasi Variasi Waktu Kristalisasi. UIN Malang.
- Auerbach, M. C dan Dutta, P. 2003. *Zeolite Science and Technology*. New York: Marcell Dekker. Inc.
- Ayele, L., Péres-Pariente, J., Chebude, Y., dan Diaz, I. 2016. Conventional Versus Alkali Fusion Synthesis of Zeolite A from Low Grade Kaolin. *Applied Clay Science*, 132-133, 485-490.
- Azizi, S., N. dan Yousefpour, M. 2010. Synthesis of Zeolites NaA and Analcime Using Rice Husk Ash as Silica Source without Using Organic Template. *Journal of Materials Science*, 45(20): 5692–5697.
- Bakri, R., Utari, T., dan Puspita, I.S. 2008. Kaolin Sebagai Sumber SiO₂ untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO₂ : Karakterisasi dan Uji Katalitik pada Hidrogenasi Benzene Menjadi Siklo Heksana. *Jurnal Makara Sains*, 412 37-42.
- Belviso, C., Cavalcante, F., Lettino, A., dan Fiore, S. 2013. A and X-type zeolite Synthesised from Kaolinite at Low Temperature. *Applied Clay Science*, 80-81: 162-168.
- Byrappa, K. Dan Yoshimura, M. 2001. *Handbook of Hydrothermal technology*. Norwich: William and Andrew Publishing.
- Cahyawati, Melinda. 2017. *Skripsi*. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit NaY dari Kaolin dengan Variasi Suhu Kristalisasi Menggunakan Metode Hidrotermal. UIN Malang.
- Carrasco, M.T., Palomo, J.G., Puertas, F. 2014. Sodium Silicate Solutions from Dissolution of Glass Wastes Statistical Analysis. *Materials Construction*. 64, ISSN: 0456-2746.
- Chandarasekhar, S. dan Pramada, P, N. 1999. Investigation on the Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin. *Journal of Porous Material*, 6(4), 283-297.
- Chandarasekhar, S. dan Pramada, P.N. 2004. Kaolin-based Zeolite Y, A Precursor for Cordierite Ceramics. *Applied Clay Science*, 27, 187-198.

- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati. Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Deleuze, M. A., Goiffon, A., Ibanez, dan E. Philipot. 1995. Solvent Influence on Kinetics and Dissolution Mechanism of Quartz in Concentrated Basic Media (NaOH, KOH, LiOH). *Solid State Chemistry*, 118, 254-260.
- Effendy. 2006. *Teori VSEPR, Kepolaran dan Gaya Antarmolekul*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Ekosse, G.E. 2005. Fourier Transform Infrared Spectrophotometry and X-ray Diffractometry as Complementary Techniques in characterizing Clay size fraction of Kaolin. *Journal of Applied Science and Environmental Management*, 9(2), 43-48.
- Eng-Poh, Ng, dkk. 2015. EMT-type Zeolite Nanocrystal Synthesized from Rice Husk. *Microporous and Mesoporous Materials*, 204, 204–209.
- Flanigen, E. 1991. *Zeolite in Industrial Separation and Catalyst*. Weinheim: Wiley. VCH Verlag GmbH & Co.
- Gates, Bruce C. 1992. *Catalytic Chemistry*. Singapore: John Wiley and Sons Inc.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Markovska, I., and Hristov, Y. 2013. A Study on the Synthesis and Structure of Zeolite NaX. *Journal Chemical Technology and Metallurgy*, 48, 168-173.
- Ghasemi, Z., dan Habibollah, Y. 2011. Preparation and Characterization of Nanozeolite NaA from Rice Husk at Room Temperature without Organic Additives. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials*. 2(3), 267-279.
- Hardianty, R.E. 2019. *Skripsi*. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Faujasit dari Kaolin Menggunakan Metode Hidrotermal dengan Variasi Templat Organik. UIN Malang.
- Haag, W.O. 1984. *Catalysis by Zeolite Science and Technology in Zeolite: Related Microporous Materials*. Amsterdam. Elsevier.
- Ismail, M.A., Eltayeb, M.A., dan Abdel, M.M.A. 2013. Elimination of Heavy Metals from Aqueous Solution Using Zeolite LTA Synthesis from Suandese Clay. *Journal of Chemical Sciences. International Science Congress Association*, 5, 93-98.
- Johnson, E.B.G dan Arshad, E. 2014. Hydrothermally Synthesized Zeolites Based on Kaolinite: A Review. *Applied Clay Science*, 97-98: 2015-221.

- Kasmui, Muhlisin, M.Z., dan Sumarni, W. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Jurnal Kimia: UNNES*.
- Khairinal, T.W. 2000. Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari dengan Perlakuan Asam dan Proses Hidrotermal. Prosiding. *Seminar Nasional Kimia VIII*. Yogyakarta: 4 Januari.
- Khalifah, S.N., Hartanto, D., dan Prasetyoko, D. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 Mesopori dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$* . Tesis Tidak Diterbitkan. Surabaya: Jurusan Kimia Anorganik. Fakultas FMIPA ITS.
- Kovo, A. S., Hernandez, O., dan Holmes, S. M. 2009. Synthesis and Characterization of Zeolite Y and ZSM-5 from Nigerian Ahoko Kaolin Using a Novel, Lower Temperature, Metakaolinization Technique. *J. Mater, Chem*, 19(34), 6207-6212.
- Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C., dan Li, D. 2014. Synthesis and Characterization of 13X Zeolite from Low-Grade Natural Kaolin. *Advanced Powder Technology*, 25(2), 495-499.
- 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 and Catalysis*, 8(1), 54-60. Iran.
- Mastropietro, T.F., Drioli E., dan Poerio. 2014. Low Temperature Synthesis of Nanosized NaY Zeolite Crystals from Organic-Free Gel by Using Supported Seeds. *Journal of the Royal Society of Chemistry*, 4, 21951-21957.
- Manurung, T.W., Sunardi., Irawati, U. 2011. Kajian Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Karakter Zeolit Sintetik dari Kaolin Lokal Kalimantan Selatan. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 5, 76-83.
- Mazak, M.A. 2006. Modified Zeolite Beta As Catalyst in Friedel-Crafts Alkylation of Resorcinol. *Thesis Chemistry*. Malaysia: UTM.
- Mintova, S. dan Ng, E-P. 2013. *Zeolite Nanoparticles*. Elsevier. France.
- Murray, H.H. 2000. Traditional and New Application for Kaolin, Smectit, and Polygroskite. A general Overview. *Appl Clay Sci*, 17, 207-221.
- Nata, A. 2002. *Tafsir Ayat-ayat Pendidikan*, Terjemah Tafsir al-Ayah al-Tarbawiy. Jakarta: Raja Grafindo Persada.
- Nugandini, S. 2007. *Skripsi*. Sintesis Material Mesopori dari Abu Sekam Padi dengan Penambahan Sumber Silika. Universitas Diponegoro.

- Pratomo, I., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi Untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*. Universitas Brawijaya Malang, 2(1), 358-364.
- Prawono, D., Agus, A., Maryam, R., dan Setyabudi, F. (2007). Application of Silica Extracted from Rice Husk for the Encapsulation of AFB 1 Antibody as A Matrix in Immunoaffinity Columns, 77-83.
- Rahman, M.M.N., Hasnida dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research*, 1 (2), 285-291.
- Rasouli, M., Yaghoobi, N., Chitasazan, S., dan Sayyar, M.H. 2012. Effect of Nanocrystalline Zeolite Na-Y on Meta-Xylene Separation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 152, 141-147.
- Rodiansono, Ariyantje, R., dan Abdullah. 2007. Interkalasi Oligomer Hidroksil-Kromium pada Kaolin Alam Tatakan. *Indonesian Journal Chemistry*, 8(1), 31-36.
- Saikia, B. J dan Parthasarathy, G. 2010. Fourier Transform Infrared Spectroscopic Characterization of Kaolinite from Assam and Meghalaya, Northeastern India. *J. Mod. Phys*, 1, 206-210.
- Salaman, S. 2004. *Skripsi*. Persepsi Karakterisasi dan Modifikasi Katalis Ni³-Pd¹/Zeolit-Y untuk Hidrorengkah Fraksi Aspaten dari Aspal Buton dengan Sistem Reaktor Semi Batch. UGM.
- Saputra, R. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintesis sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*.
- Sari, N.K. dan Muttaqin, A. 2016. Pengaruh Waktu Sonikasi terhadap Konduktivitas Listrik Zeolit Berbahan Abu Dasar Batubara Menggunakan Metode Peleburan Alkali Hidrotermal. *Jurnal Fisika Unand*. 5(4): 322-326.
- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Smart, L. and Moore, E. 1993. *Solid State Chemistry*. First edition. Chapman and Hall University and Professional Division. London.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.
- Sperinck, S., Raiteri, P., Nigel, M., dan Wight, K. 2010. Dehydroxylation of Kaolinite to Metakaolinites- a Molecular Dynamics Study. *Springer. Journal of Materials Chemistry*, 21, 2118-2125.

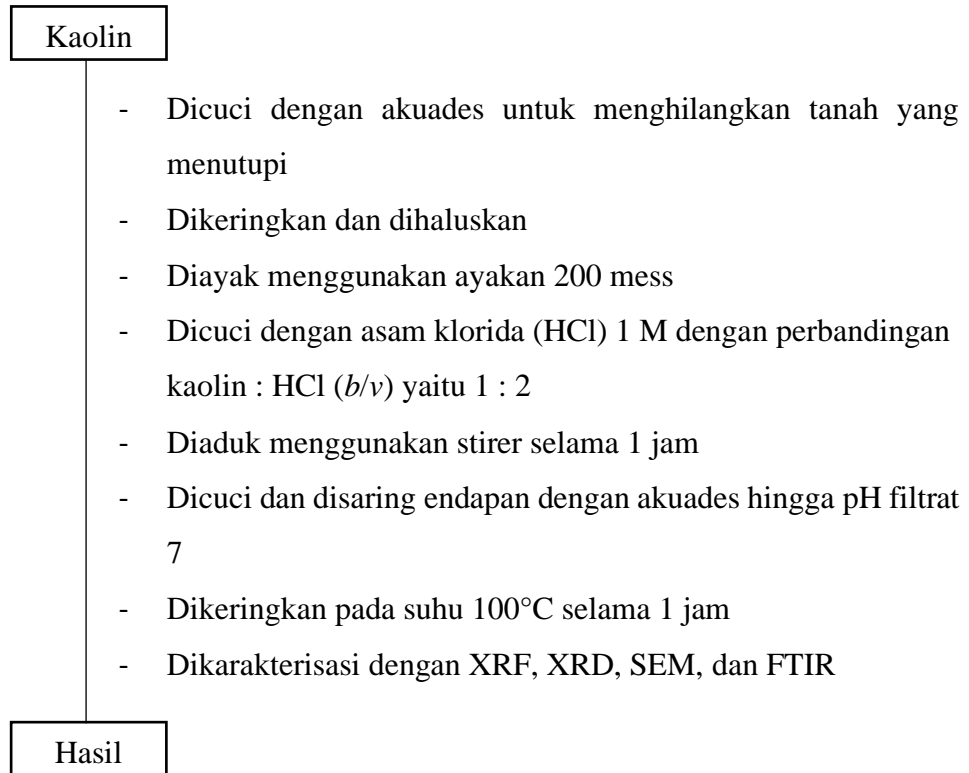
- Suslick, K.S. 1989. The Chemical Effects of Ultrasound. *Scientific American*, 260 (2): 80–87.
- Svehla. 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima Bagian Satu*. Buku Text.
- Taufiqurrahmi, N., Mohamed, A.R., Bhatia, S. 2011. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Characterization. *Material Science and Engineering*. Malaysia: Univesity Sains Malaysia.
- Thammavong, S. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Thesis*. Laos: Suranaree University of Technology.
- Treacy, M.M.J dan Higgins, J.B. 2001. Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites. Fourth Revised Edition. *Structure Commision of the International Zeolite Association*.
- Ulfah, E.M., Yasnuar, F.A., dan Istadi. 2006. Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*, 1 (3), 26-32.
- Varga, G. 2007. The Structures of Kaolinite and Metakaolinite. *JSGCM*, 1(59), 6-9.
- Wahyuni, E.T. 2003. *Hand Out Metode Difraksi Sinar X*. Yogyakarta: Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UGM.
- Wang, Y. dan Lin, F. 2009. Synthesis of High Capacity Cation Exchangers from a Low-Grade Chinese Natural Zeolite. *Journal of Hazardous Materials*, 166 (2-3), 1014-1019.
- Wang, J. Q., Huang, Y. X., Pan, Y., dan Mi, J. X. 2014. Hydrothermal Synthesis of High Purity of Zeolite Afrom Natural Kaolin without Calcination. *Microporous and Mesoporous Material*, 199: 50-56.
- Wang, L., Zhu, S., Shen, M., Tian, H., Xie, S., Zhang, H., Tang, Y. 2017. Fractal MTW Zeolite Crystals: Hidden Dimensions in Nanoporous Materials. *Angewandte Chemie International Edition*, 56(39): 11764–11768.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-CTAB) pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir SI Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.
- Weitkamp, J. dan Puppe, L. 1999. *Catalysis and Zeolites Fundamentals and Application*, Germany.

- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis of Zeolite A from Bagasse and its Antimicrobial Activity on *Candida albicans*. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*. 15, 2.
- Yeom, Y. H., Jang, S. B., dan Kim, Y. 1997. Three Crystal Structures of Vacuum-Dehydrated Zeolite X, $M_{46}Si_{100}Al_{92}O_{384}$, $M=Mg^{2+}$, Ca^{2+} and Ba^{2+} . *Journal Physics Chemistry B*, 101, 6914-6920.
- Zhao, Xiu S., Lu. G. Q., and Millar G.J. 1996. Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41". *Ind Eng Chem Res*. The University of Queensland, Australia.

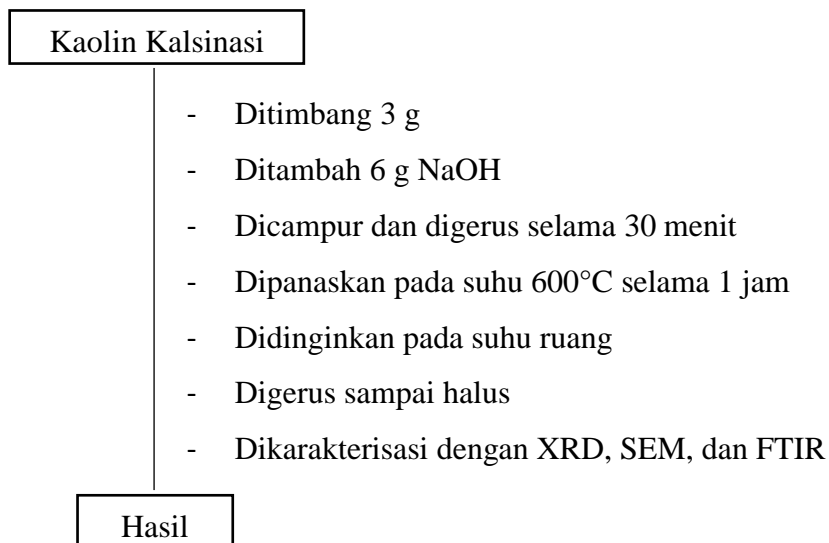
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

1. Preparasi Sampel



2. Sintesis Metakaolin



3. Sintesis Zeolit Faujasit Menggunakan Templat Organik

Metakaolin

- Ditimbang 2,94 g
- Ditambah 1,02 g Al_2O_3
- Ditambah 0,8 g NaOH
- Ditambah variasi mol TMAOH yaitu sebanyak 3,6 mL TMAOH 1 mol dan 29,8 mL H_2O , sebanyak 5 mL TMAOH 1,4 mol dan 28,7 mL H_2O , sebanyak 7,2 mL TMAOH 2 mol dan 27 mL H_2O
- Diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu ruang dan didiamkan selama 10 hari
- Dimasukkan dalam vial HDPE
- Menggunakan suhu 69°C selama 240 menit dengan frekuensi gelombang 42 KHz dan daya 100 W
- Disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH 9
- Dikeringkan pada suhu 100°C selama 2 jam
- Dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam
- Dikarakterisasi dengan XRD, SEM, Adsorpsi

Hasil

Karakterisasi

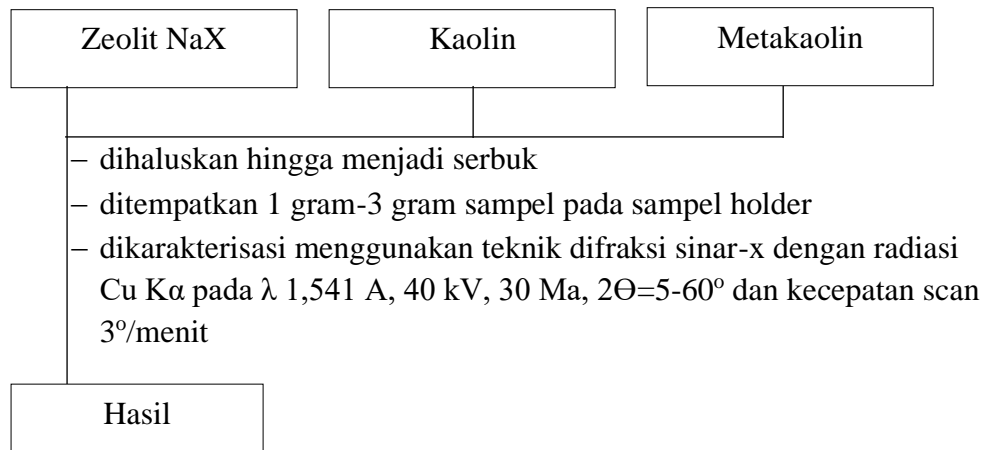
a. Karakterisasi Kaolin menggunakan XRF

Kaolin

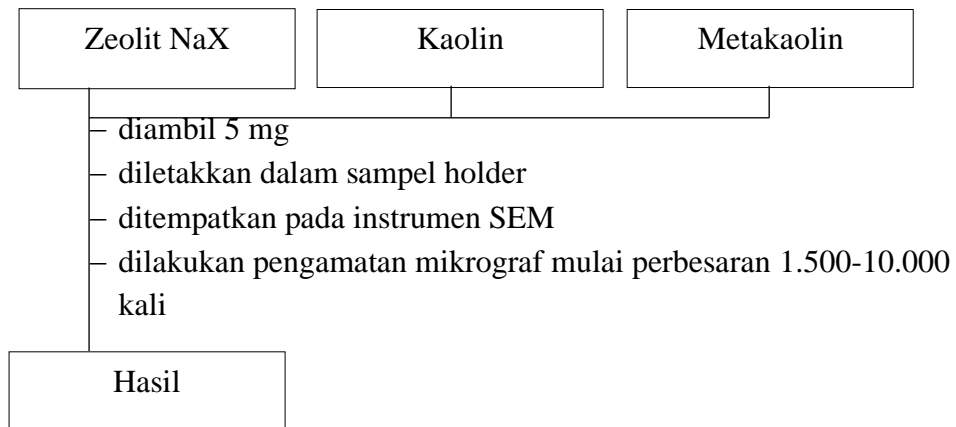
- dihaluskan hingga berukuran ≤ 200 mesh
- ditempatkan 5 mg sampel kaolin pada sampel holder
- disinari dengan sinar-x 20 kV dengan arus $128 \mu\text{A}$ selama 60 detik

Hasil

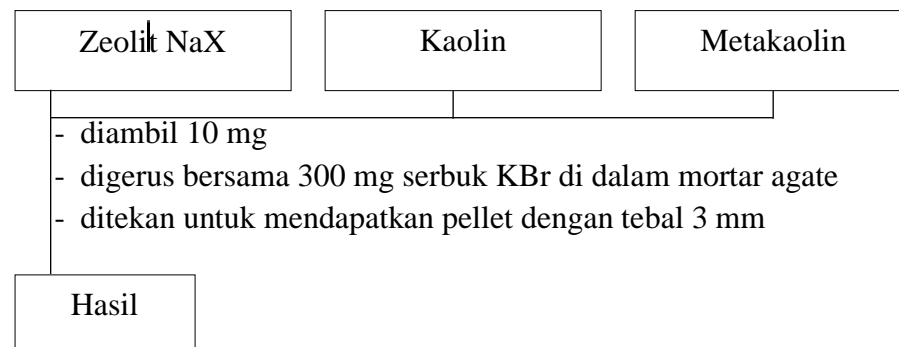
b. Karakterisasi Kaolin, Metakaolin, dan Zeolit NaX menggunakan XRD



c. Karakterisasi menggunakan SEM



d. Karakterisasi menggunakan FTIR



Lampiran 2. Perhitungan

Perbandingan Mol:



1. Rasio mol Si/Al kaolin Blitar

$$\text{Rasio Si/Al} = 1,5$$

Hasil XRF kaolin setelah proses alkali fusi:

$$\text{Si} = 28,7 \%$$

$$\text{Al} = 3,6 \%$$

2. Sintesis Metakaolin

a. Massa kaolin yang ditambahkan = 3 g

b. Massa NaOH yang ditambahkan

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

$$\text{NaOH} = 2 \times 3 \text{ g} = 6 \text{ g}$$

Jadi massa yang ditambahkan untuk:

Sintesis metakaolin:

1. Kaolin 3 g

2. NaOH 6 g

3. Sintesis Zeolit NaX

a. SiO₂ yang diperlukan

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

$$\text{Gram SiO}_2 = 3 \text{ mol} \times 60,082 \text{ g/mol}$$

$$= 180,246 \text{ g}$$

Gram Si dalam SiO₂

$$= \frac{Ar \text{ Si}}{Mr \text{ SiO}_2} \times 180,246 \text{ g}$$

$$= \frac{28,082 \text{ g/mol}}{60,082 \text{ g/mol}} \times 180,246 \text{ g} = 84,246 \text{ g}$$

$$\text{Sodium silikat yang dibutuhkan} = \frac{100\%}{21,3\%} \times 84,246 \text{ g} = 293,54 \text{ g}$$

Sodium silikat yang dibutuhkan = $1/100$ resep x 293,54 g = 2,94 g

b. Al_2O_3 99%

$$\text{Berat Al dalam sodium silikat} = \frac{3,6\%}{100\%} \times 2,94 \text{ g} = 0,106 \text{ g}$$

$$\text{Berat Al}_2\text{O}_3 = \frac{101,964 \text{ g/mol}}{53,96 \text{ g/mol}} \times 0,106 \text{ g} = 0,2 \text{ g}$$

Berat Al yang dibutuhkan:

$$\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 3 \text{ mol}$$

$$\text{Berat Al}_2\text{O}_3 = 1 \text{ mol} \times 101,964 \text{ g/mol} = 101,964 \text{ g}$$

$$\text{Berat Al}_2\text{O}_3 \text{ yang ditambah} = 101,964 \text{ g} - 0,2 \text{ g} = 101,764 \text{ g}$$

$$\text{Berat Al}_2\text{O}_3 \text{ yang ditambah} = 1/100 \text{ resep} \times 101,764 \text{ g} = 1,02 \text{ g}$$

c. NaOH

$$\text{Berat NaOH} = \frac{19\%}{100\%} \times 2,94 \text{ g} = 0,56 \text{ g}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = \frac{0,56 \text{ g}}{62 \text{ g/mol}} = 0,01 \text{ mol}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O yang dibutuhkan} = 1 \text{ mol} - 0,01 \text{ mol} = 0,99 \text{ mol}$$

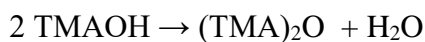
$$\text{Mol NaOH} = 2 \times 0,99 \text{ mol} = 1,98 \text{ mol}$$

$$\text{Berat NaOH} = 1,98 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} = 79,2 \text{ g}$$

$$\text{NaOH 99\%} = \frac{100\%}{99\%} \times 79,2 \text{ g} = 80 \text{ g}$$

$$\text{NaOH 99\%} = 1/100 \text{ resep} \times 80 \text{ g} = 0,8 \text{ g}$$

d. TMAOH yang ditambahkan



$$\text{Mr} = 91,15 \text{ gram/mol}$$

$$\text{TMAOH} = 25\%$$

- 0,5 $(\text{TMA})_2\text{O}$

$$\text{Mol } (\text{TMA})_2\text{O} = 0,5 \text{ mol}$$

$$\text{Mol TMAOH} = 2 \times \text{mol } (\text{TMA})_2\text{O} = 2 \times 0,5 \text{ mol} = 1 \text{ mol}$$

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

$$= 1 \text{ mol} \times 91,15 \text{ g/mol}$$

$$= 91,15 \text{ gram}$$

$$\text{Gram TMAOH 25\%} = \frac{100}{25} \times 91,15 \text{ g} = 364,6 \text{ g}$$

$$\text{Volume TMAOH} = \frac{g}{\rho} = \frac{364,6 \text{ g}}{1,015 \text{ g/mL}} = 359,21 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi TMAOH} &= \frac{\text{mol TMAOH}}{V \text{ TMAOH}} \\ &= \frac{1 \text{ mol}}{0,35921 \text{ L}} = 2,78 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TMAOH} = 1/100 \text{ resep} \times 359,21 \text{ mL} = 3,59 \text{ mL}$$

- 0,7 (TMA)₂O

$$\text{Mol (TMA)}_2\text{O} = 0,7 \text{ mol}$$

$$\text{Mol TMAOH} = 2 \times \text{mol (TMA)}_2\text{O} = 2 \times 0,7 \text{ mol} = 1,4 \text{ mol}$$

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

$$= 1,4 \text{ mol} \times 91,15 \text{ g/mol}$$

$$= 127,61 \text{ gram}$$

$$\text{Gram TMAOH 25\%} = \frac{100}{25} \times 127,61 \text{ g} = 510,44 \text{ g}$$

$$\text{Volume TMAOH} = \frac{g}{\rho} = \frac{510,44 \text{ g}}{1,015 \text{ g/mL}} = 502,9 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi TMAOH} &= \frac{\text{mol TMAOH}}{V \text{ TMAOH}} \\ &= \frac{1,4 \text{ mol}}{0,5029 \text{ L}} = 2,78 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TMAOH} = 1/100 \text{ resep} \times 502,9 \text{ mL} = 5,03 \text{ mL}$$

- 1 (TMA)₂O

$$\text{Mol (TMA)}_2\text{O} = 1 \text{ mol}$$

$$\text{Mol TMAOH} = 2 \times \text{mol (TMA)}_2\text{O} = 2 \times 1 \text{ mol} = 2 \text{ mol}$$

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

$$= 2 \text{ mol} \times 91,15 \text{ g/mol}$$

$$= 182,3 \text{ gram}$$

$$\text{Gram TMAOH 25\%} = \frac{100}{25} \times 182,3 \text{ g} = 729,2 \text{ g}$$

$$\text{Volume TMAOH} = \frac{g}{\rho} = \frac{729,2 \text{ g}}{1,015 \text{ g/mL}} = 718,42 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi TMAOH} &= \frac{\text{mol TMAOH}}{V \text{ TMAOH}} \\ &= \frac{2 \text{ mol}}{0,71842 \text{ L}} = 2,78 \text{ M} \end{aligned}$$

$$\text{Volume TMAOH} = 1/100 \text{ resep} \times 718,42 \text{ mL} = 7,18 \text{ mL}$$

e. H₂O yang ditambahkan

Gram H₂O = mol x Mr

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

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

$$\text{- Massa H}_2\text{O dalam 0,5 (TMA)}_2\text{O} = \frac{75\%}{100\%} \times 364,6 \text{ gram} = 273,45 \text{ g}$$

$$\text{- Massa H}_2\text{O dalam 0,7 (TMA)}_2\text{O} = \frac{75\%}{100\%} \times 510,44 \text{ gram} = 382,83 \text{ g}$$

$$\text{- Massa H}_2\text{O dalam 1 (TMA)}_2\text{O} = \frac{75\%}{100\%} \times 729,2 \text{ gram} = 546,9 \text{ g}$$

Jadi massa H₂O yang ditambahkan :

- Tanpa Penambahan *Template*

Massa H₂O yang dibutuhkan – (massa H₂O dalam padatan Al₂O₃)

$$3250,8 \text{ g} - 1,0176 \text{ g} = 3248,99 \text{ g}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\rho} = \frac{3248,99 \text{ g}}{1 \text{ gram/mL}} = 3249,78 \text{ mL}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = 1/100 \text{ resep} \times 3249,78 \text{ mL} = 32,5 \text{ mL}$$

- Pada Penambahan 0,5 (TMA)₂O

Massa H₂O yang dibutuhkan – (massa H₂O dalam padatan Al₂O₃ + massa H₂O dalam TMAOH)

$$3250,8 \text{ g} - (1,0176 \text{ g} + 273,45) = 2976,33 \text{ g}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\rho} = \frac{2976,33 \text{ g}}{1 \text{ gram/mL}} = 2976,33 \text{ mL}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = 1/100 \text{ resep} \times 2976,33 \text{ mL} = 29,8 \text{ mL}$$

- Pada Penambahan 0,7 (TMA)₂O

Massa H₂O yang dibutuhkan – (massa H₂O dalam padatan Al₂O₃ + massa H₂O dalam TMAOH)

$$3250,8 \text{ g} - (1,0176 \text{ g} + 382,83) = 2866,95 \text{ g}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\rho} = \frac{2866,95 \text{ g}}{1 \text{ gram/mL}} = 2866,95 \text{ mL}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = 1/100 \text{ resep} \times 2866,95 \text{ mL} = 28,7 \text{ mL}$$

- Pada Penambahan 1 (TMA)₂O

Massa H₂O yang dibutuhkan – (massa H₂O dalam padatan Al₂O₃ + massa H₂O dalam TMAOH)

$$3250,8 \text{ g} - (1,0176 \text{ g} + 546,9) = 2702,88 \text{ g}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = \frac{\text{gram}}{\rho} = \frac{2702,88 \text{ g}}{1 \text{ gram/mL}} = 2702,88 \text{ mL}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = 1/100 \text{ resep} \times 2702,88 \text{ mL} = 27,03 \text{ mL}$$

Sintesis zeolit faujasit:

1. Al₂O₃ 1,02 gram
2. Metakaolin 2,94 gram
3. NaOH 0,8 g
4. Sebanyak 3,6 mL TMAOH 1 mol dan 29,8 mL H₂O
5. Sebanyak 5 mL TMAOH 1,4 mol dan 28,7 mL H₂O
6. Sebanyak 7,2 mL TMAOH 2 mol dan 27 mL H₂O

Pembuatan Larutan HCl 1 M

Larutan HCl 1 M (BM = 36,5 g/mol) dibuat dengan cara mengencerkan larutan HCl pekat 37% dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan pengenceran adalah sebagai berikut:

Konsentrasi HCl dalam Molar:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Lampiran 3. Data Karakterisasi XRF Kaolin

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

0-180-2019 11:33:47 Page

Sample results

Sample ident														
E 223														

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

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

Compound	Re
Conc	0,2
Unit	%

3.2 Hasil karakterisasi XRF kaolin setelah pencucian dengan HCl 1 M

0-180-2019 11:04:10 Page

Sample results

Sample ident														
E 224														

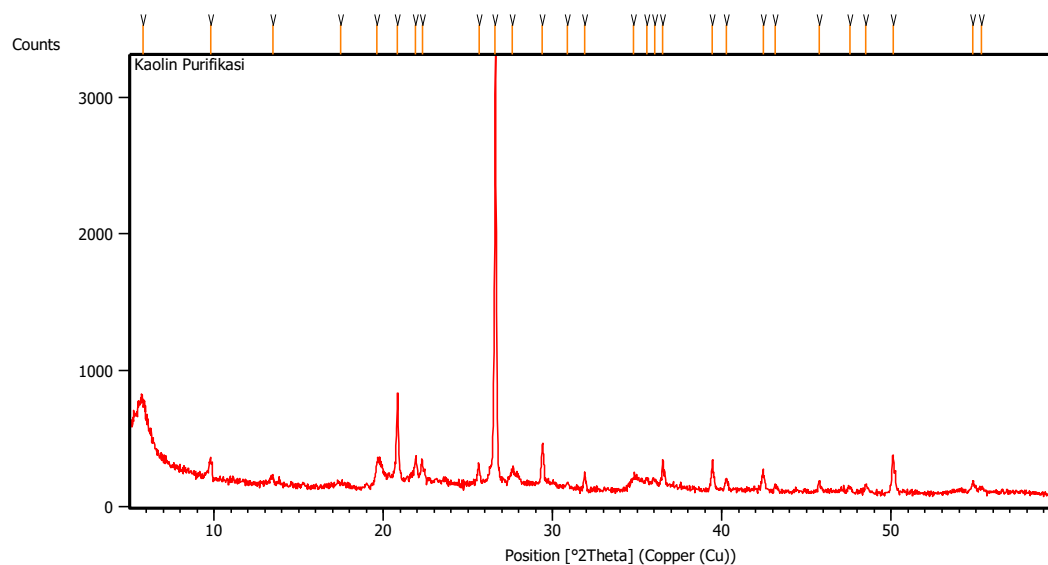
Application	<Standardless>
Sequence	1 of 1
Measurement time	25-feb-2019 11:24:41
Position	7

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

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

Lampiran 4. Data Hasil XRD

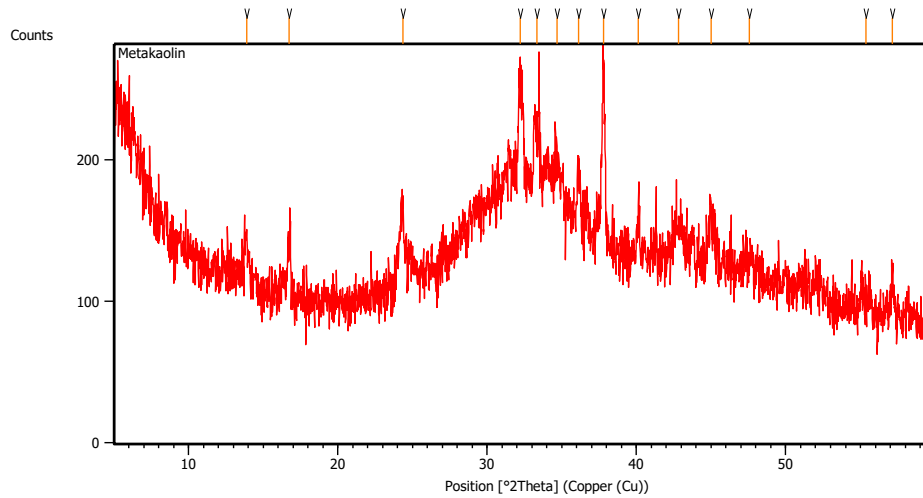
4.1 Hasil XRD Kaolin Alam Blitar



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
5.8030	473.26	0.4015	15.23008	15.00
9.7811	147.21	0.1004	9.04297	4.67
13.4696	68.28	0.2007	6.57384	2.16
17.4941	27.35	0.8029	5.06955	0.87
19.6247	179.10	0.2342	4.52370	5.68
20.8383	674.18	0.0836	4.26290	21.37
21.9135	173.35	0.1004	4.05611	5.49
22.2893	168.66	0.0836	3.98856	5.35
25.6383	153.28	0.0836	3.47465	4.86
26.6104	3154.93	0.1004	3.34989	100.00
27.6239	113.15	0.2007	3.22924	3.59
29.3933	323.90	0.0669	3.03876	10.27
30.8660	46.24	0.1338	2.89704	1.47
31.8764	119.34	0.0669	2.80749	3.78
34.7945	98.18	0.3346	2.57843	3.11
35.5551	87.46	0.1673	2.52499	2.77
36.0046	77.87	0.2007	2.49449	2.47
36.5135	229.95	0.0669	2.46089	7.29
39.4318	225.31	0.0836	2.28523	7.14
40.2373	86.79	0.2007	2.24132	2.75
42.4453	128.79	0.1673	2.12970	4.08
43.1424	57.93	0.1338	2.09689	1.84
45.7625	85.41	0.1004	1.98275	2.71
47.5487	43.31	0.2007	1.91235	1.37
48.4981	67.38	0.1004	1.87711	2.14
50.1042	282.44	0.1004	1.82064	8.95
54.8233	74.17	0.1004	1.67457	2.35
55.3302	33.97	0.2007	1.66042	1.08

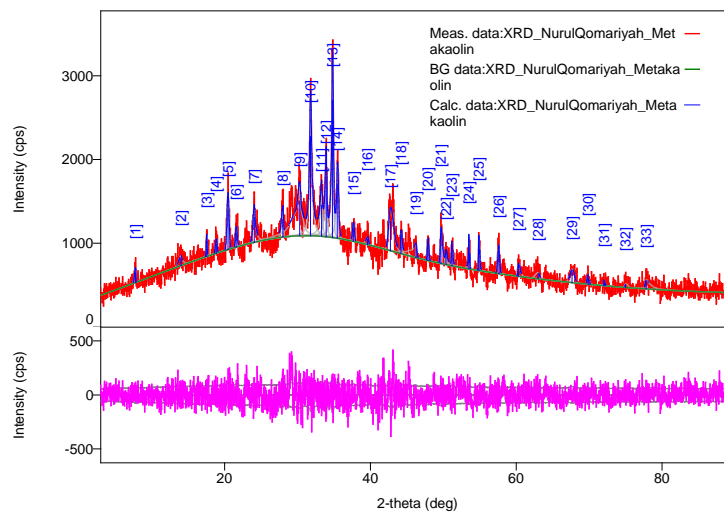
Lampiran 4.2 Hasil XRD Metakaolin Percobaan Pertama



Peak List: (Bookmark 3)

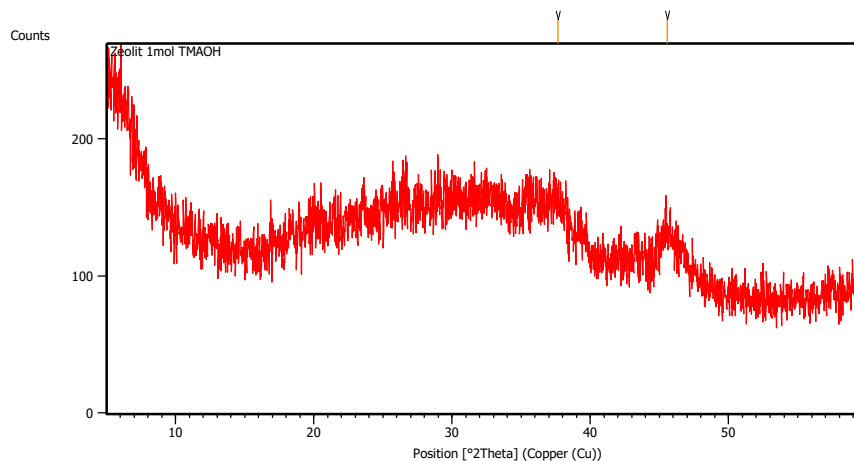
Pos. [$^{\circ}2\text{Th.}$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\text{Th.}$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
13.8866	29.12	0.2676	6.37731	22.95
16.7294	40.64	0.2007	5.29950	32.04
24.3391	59.70	0.2342	3.65710	47.06
32.2249	87.36	0.3346	2.77792	68.86
33.3208	61.31	0.2676	2.68902	48.32
34.6674	39.01	0.5353	2.58759	30.75
36.1296	51.47	0.2342	2.48615	40.57
37.7779	126.86	0.1004	2.38139	100.00
40.1074	25.42	0.2007	2.24828	20.03
42.8229	27.54	0.6691	2.11179	21.70
44.9977	41.85	0.4015	2.01465	32.99
47.5616	14.29	0.8029	1.91186	11.27
55.3737	11.16	0.8029	1.65922	8.80
57.1239	28.39	0.2007	1.61247	22.38

Lampiran 4.3 Hasil XRD Metakaolin Percobaan Ke2



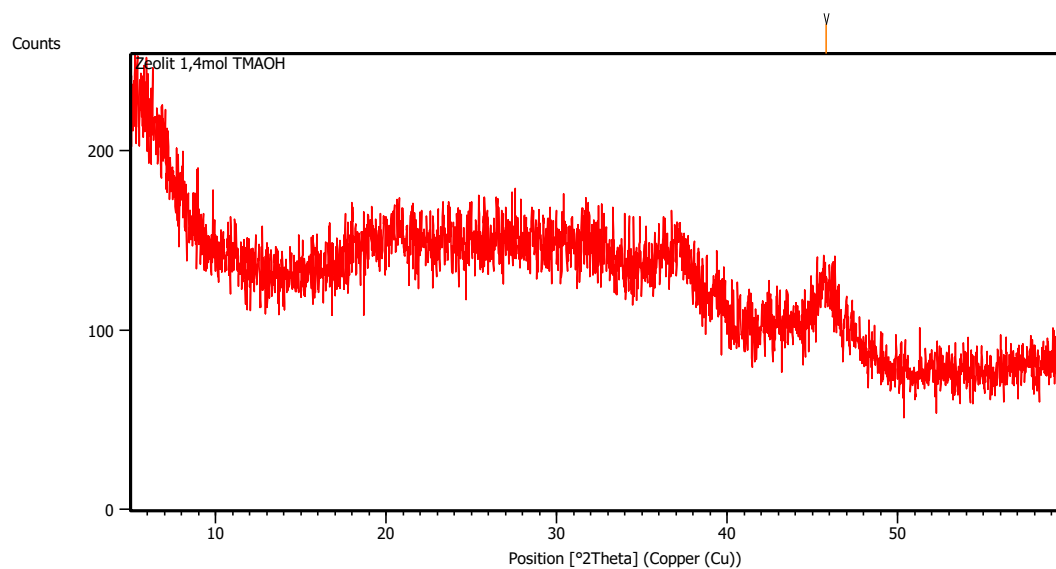
Peak list

No	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	7.800(14)	11.33(2)	120(32)	0.21(5)	27(8)	0.22(13)	5(8)
2	14.06(8)	6.30(4)	79(26)	0.55(14)	58(16)	0.7(4)	3(2)
3	17.561(17)	5.046(5)	186(39)	0.11(4)	26(7)	0.14(7)	4(7)
4	18.87(9)	4.70(2)	116(31)	0.27(8)	34(13)	0.29(19)	1.3(18)
5	20.46(3)	4.336(6)	457(62)	0.32(2)	157(14)	0.34(8)	1.1(4)
6	21.58(2)	4.114(4)	167(37)	0.28(7)	50(16)	0.30(16)	0.8(9)
7	24.07(3)	3.694(5)	298(50)	0.36(5)	158(19)	0.53(15)	1.5(5)
8	28.00(2)	3.184(2)	212(42)	0.30(6)	68(17)	0.32(14)	3(5)
9	30.30(2)	2.947(2)	419(59)	0.71(9)	627(33)	1.5(3)	2.3(10)
10	31.787(15)	2.8128(13)	1185(99)	0.32(3)	636(20)	0.54(6)	1.0(2)
11	33.324(15)	2.6866(12)	374(56)	0.31(6)	197(23)	0.53(14)	4.1(19)
12	33.951(7)	2.6383(5)	711(77)	0.23(3)	268(24)	0.38(7)	4.1(19)
13	34.792(8)	2.5765(6)	1637(117)	0.223(11)	557(22)	0.34(4)	0.79(9)
14	35.476(12)	2.5283(8)	650(74)	0.28(3)	276(18)	0.42(8)	0.79(9)
15	37.69(3)	2.3850(16)	159(36)	0.28(8)	48(16)	0.30(17)	2(2)
16	39.63(7)	2.272(4)	64(23)	0.4(2)	26(18)	0.4(4)	2(8)
17	42.75(7)	2.113(3)	350(54)	0.78(7)	315(29)	0.9(2)	0.6(3)
18	44.21(3)	2.0469(12)	219(43)	0.18(7)	46(10)	0.21(9)	0.6(3)
19	46.25(5)	1.9613(18)	117(31)	0.6(3)	135(29)	1.2(6)	5(11)
20	47.91(5)	1.8972(18)	223(43)	0.18(5)	43(9)	0.19(8)	1.2(13)
21	49.68(4)	1.8336(14)	352(54)	0.25(7)	132(14)	0.37(10)	0.8(7)
22	50.36(4)	1.8104(13)	130(33)	0.19(9)	37(10)	0.28(15)	0.8(7)
23	51.202(12)	1.7827(4)	260(47)	0.12(4)	42(9)	0.16(6)	2(3)
24	53.52(2)	1.7107(7)	374(56)	0.07(2)	46(8)	0.12(4)	3(5)
25	54.889(14)	1.6713(4)	421(59)	0.10(2)	56(8)	0.13(4)	1.9(15)
26	57.63(5)	1.5983(12)	266(47)	0.24(5)	74(13)	0.28(10)	3(3)
27	60.33(4)	1.5330(10)	147(35)	0.19(6)	46(10)	0.31(14)	1.0(7)
28	63.0(3)	1.474(6)	52(21)	0.6(2)	34(16)	0.7(6)	3(7)
29	67.69(13)	1.383(2)	114(31)	0.66(10)	80(15)	0.7(3)	1.4(11)
30	69.89(2)	1.3449(4)	95(28)	0.21(9)	21(10)	0.22(17)	5(12)
31	72.06(3)	1.3096(5)	66(23)	0.04(7)	5(5)	0.07(10)	3(106)
32	75.01(11)	1.2653(16)	36(17)	0.4(3)	16(12)	0.4(5)	1(2)
33	77.84(5)	1.2261(7)	92(28)	0.48(14)	84(14)	0.9(4)	0.5(8)

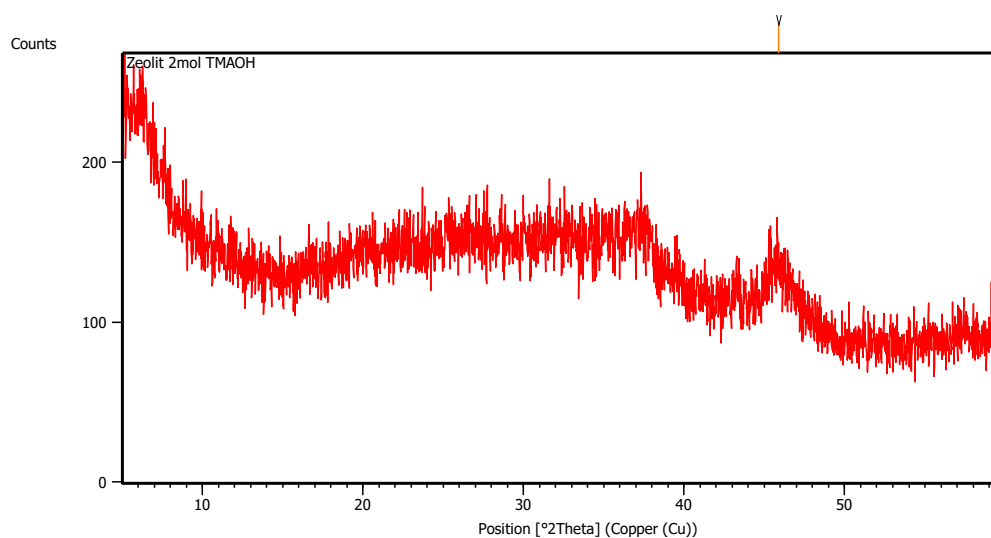
Lampiran 4.4 Hasil XRD Zeolit 1 Mol Sonicator Bath

Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
37.6444	15.35	0.9792	2.38754	21.45
45.5367	71.57	0.0900	1.99040	100.00

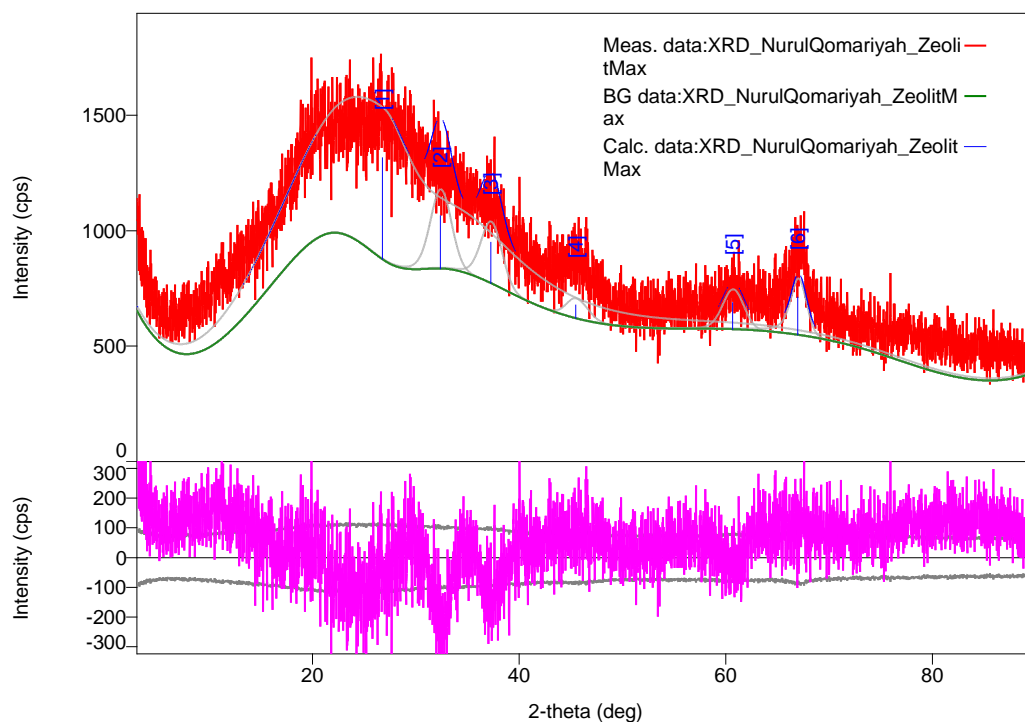
Lampiran 4.5 Hasil XRD Zeolit 1,4 Mol Sonicator Bath**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
45.7741	25.09	0.9792	1.98063	100.00

Lampiran 4.6 Hasil XRD Zeolit 2 Mol Sonicator Bath**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
45.8980	46.24	0.0900	1.97557	100.00

Lampiran 4.7 Hasil XRD Zeolit 1 Mol Sonicator Baru



Peak list

No	2-theta (deg)	d(ang.)	Height (cps)	FWHM (deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	26.77(14)	3.328(17)	441(61)	13.7(2)	9154(141)	21(3)	1.80(7)
2	32.4015	2.76089	229.367	2.3812	609.404	2.656897	0.978833
3	37.2899	2.40941	178.972	2.3812	475.511	2.656897	0.978833
4	45.49(15)	1.992(6)	58(22)	2.4(4)	147(36)	2.5(16)	0.8(6)
5	60.6694	1.52519	115.908	2.3812	307.957	2.656897	0.978833
6	66.98(15)	1.396(3)	164(37)	1.81(14)	363(28)	2.2(7)	1.0(3)

Lampiran 5. Data Standar XRD Zeolit

5.1 Data Standar XRD Zeolit NaX

Powder Diffraction Pattern for Na-X, Dehydrated

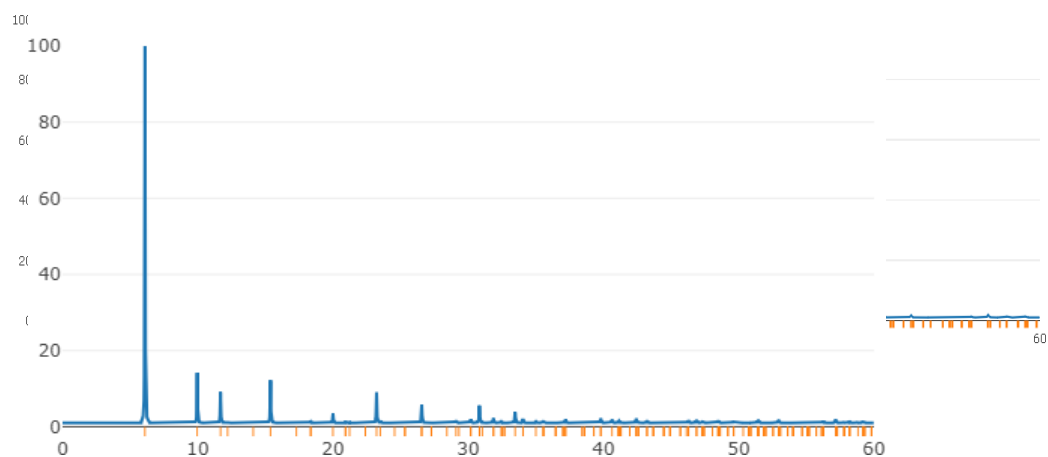
Crystal Data

Space group:	F d -3	(# 227)	Setting 2
Cell parameters:	$a = 25.099 \text{ \AA}$	$b = 25.099 \text{ \AA}$	$c = 25.099 \text{ \AA}$
	$\alpha = 90^\circ$	$\beta = 90^\circ$	$\gamma = 90^\circ$
Refinement:	X-ray single crystal refinement, R=0.046		
Comment:	second origin choice in IT		
Reference:	Olson, D.H. <i>Zeolites</i> , 15 , 439-443 (1995)		

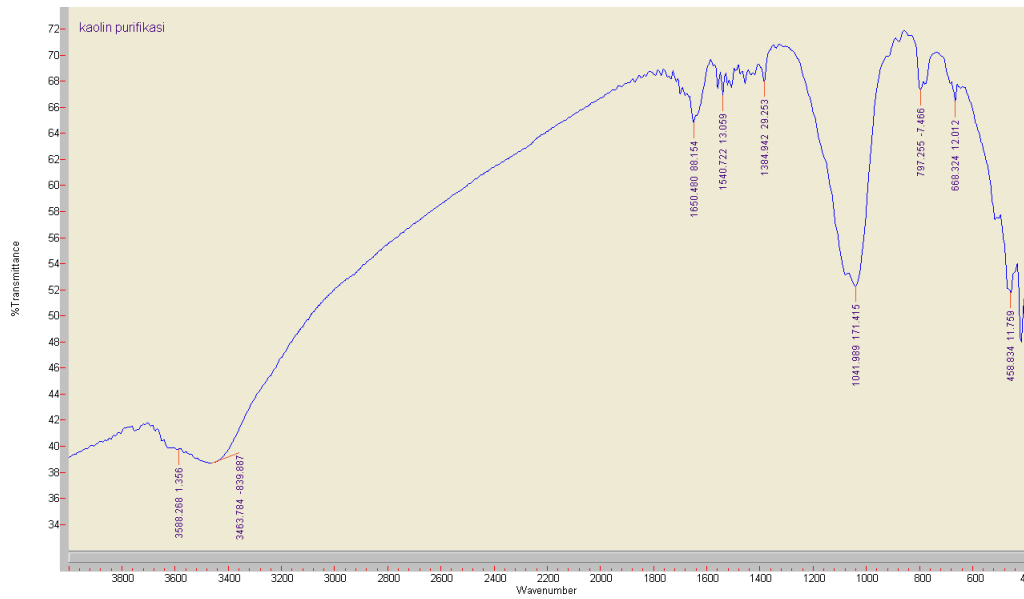
Atomic Coordinates:

Atom	Form Factor	x	y	z	PP	B(iso)
Na1	Na	0	0	0	0.18	3.18
Na2	Na	0.0454	0.0454	0.0454	0.66	0.87
Na3	Na	0.056	0.056	0.056	0.25	1.26
Na4	Na	0.2292	0.2292	0.2292	0.97	2.53
Na5	Na	0.423	0.326	0.158	0.11	2.32
Na6	Na	0.432	0.28	0.164	0.11	1.88
Na61	Na	0.465	0.317	0.158	0.09	1.88
Si1	Si	-0.05381	0.12565	0.03508	1	1.41
Si2	Si	-0.05524	0.03639	0.12418	0.08	1.46
Al2	Al	-0.05524	0.03639	0.12418	0.92	1.46
O1	O	-0.1099	0.0003	0.1056	1	2.47
O2	O	-0.0011	-0.0028	0.1416	1	2.45
O3	O	-0.0346	0.0758	0.0711	1	2.61
O4	O	-0.0693	0.0726	0.18	1	2.37

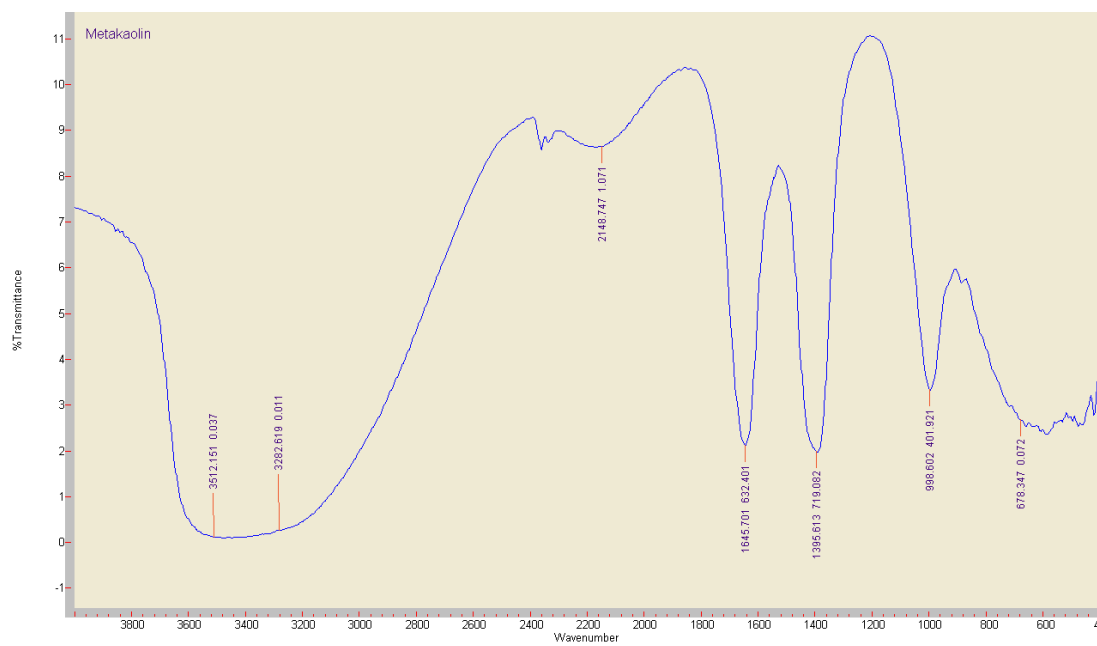
Xray Powder Pattern generated for Na-X, Dehydrated , modified



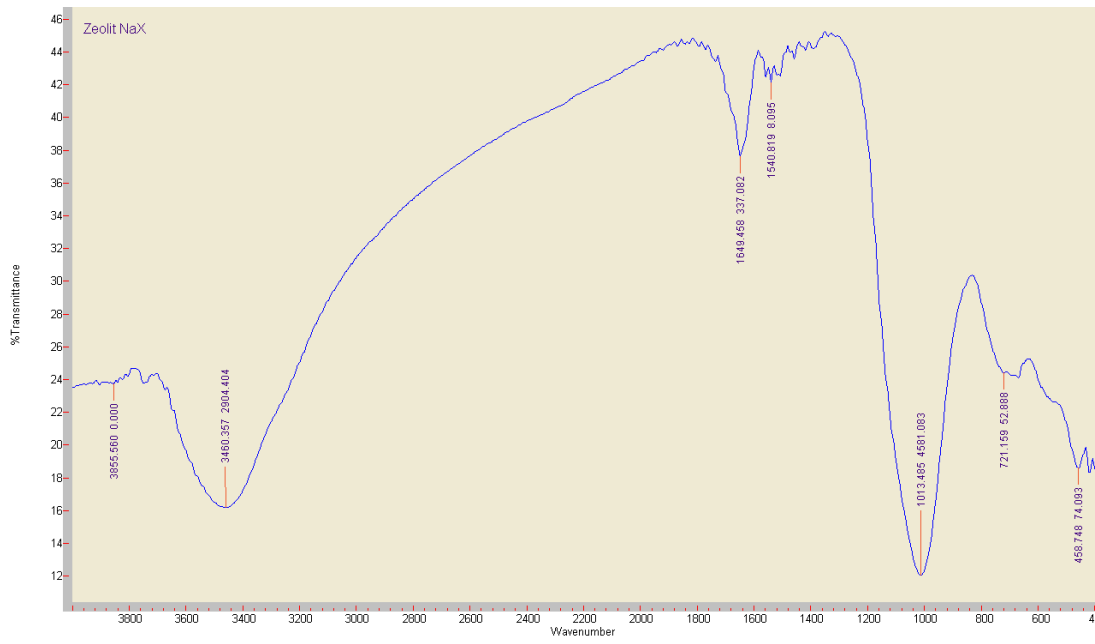
Lampiran 6. Data Spektra Inframerah



Gambar L.6.1. Spektrum inframerah kaolin Blitar

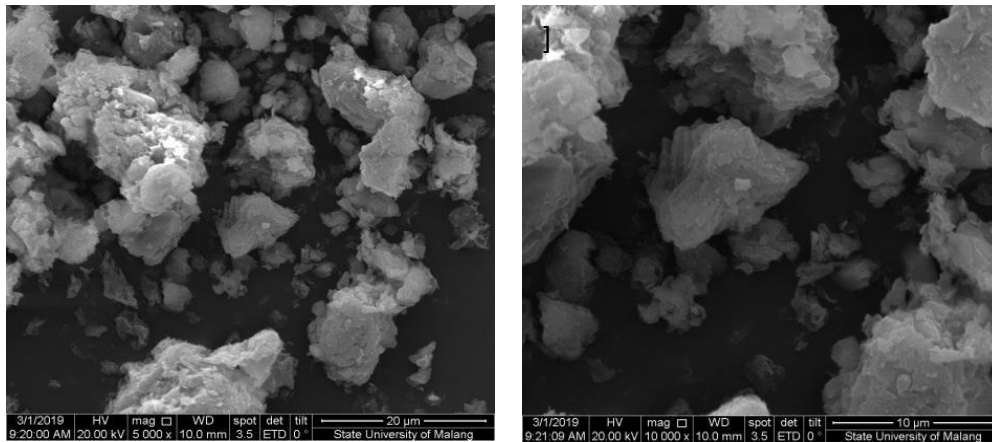


Gambar L.6.2 Spektrum inframerah kaolin setelah alkali fusi

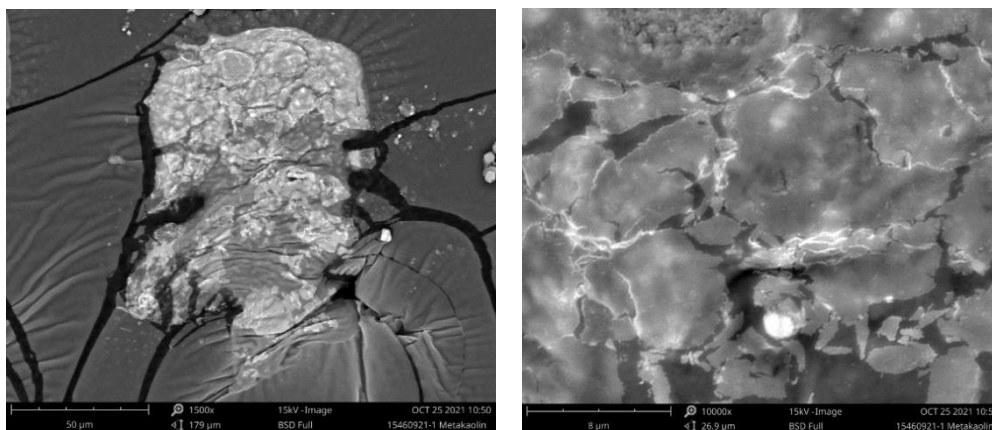


Gambar L.6.3 Spektrum inframerah zeolit NaX 1 mol Sonikator Homogen

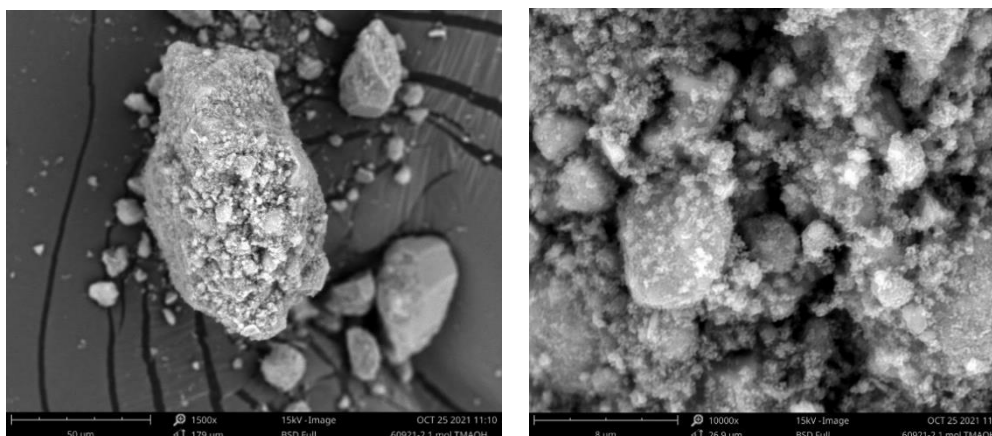
Lampiran 7. Data Karakterisasi SEM



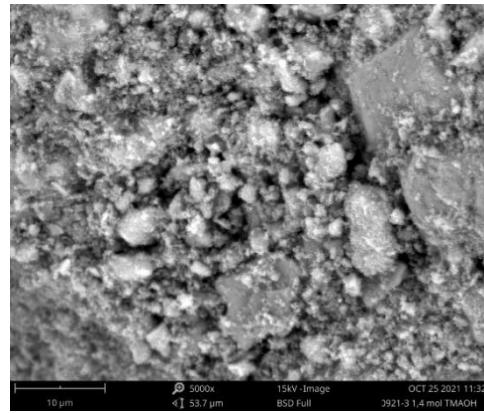
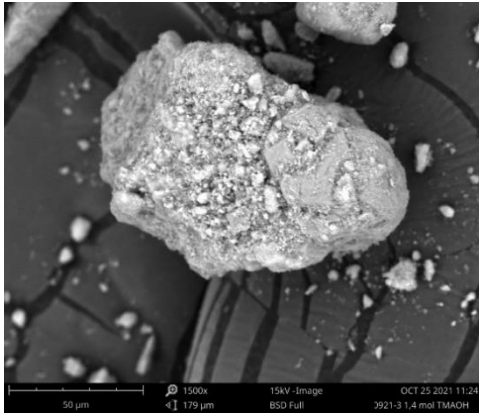
Lampiran 7.1 Hasil SEM Kaolin Alam Blitar dengan Perbesaran (a) 1.500 dan (b) 10.000



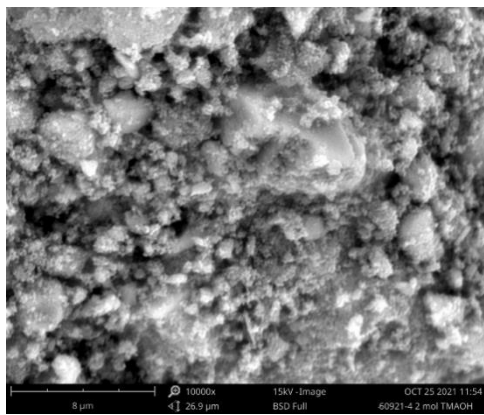
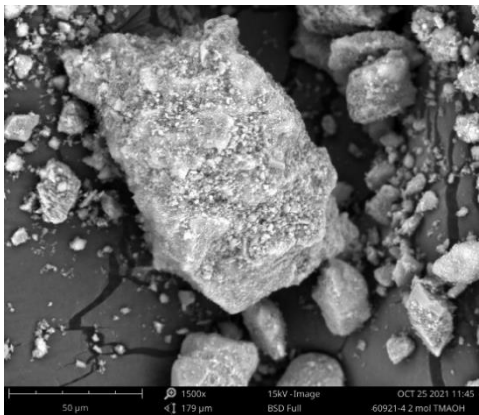
Lampiran 7.2 Hasil SEM Metakaolin dengan Perbesaran (a) 1.500 dan (b) 10.000



Lampiran 7.3 Hasil SEM Zeolit NaX 1 mol dengan Perbesaran (a) 1.500 dan (b) 10.000



Lampiran 7.4 Hasil SEM Zeolit NaX 1,4 mol dengan Perbesaran (a) 1.500 dan (b) 10.000



Lampiran 7.5 Hasil SEM Zeolit NaX 2 mol dengan Perbesaran (a) 1.500 dan (b) 10.000