

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
SAMSUL BAHRI
NIM. 11630068



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
SAMSUL BAHRI
NIM. 11630068

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

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
SAMSUL BAHRI
NIM. 11630068

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 18 Desember 2015

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU VULKANIK
GUNUNG KELUD DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al
MENGUNAKAN METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
SAMSUL BAHRI
NIM. 11630068

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 18 Desember 2015**

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si (.....)
NIP. 19760611 200501 2 006

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

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

Anggota Penguji : Ahmad Abtokhi, M.Pd (.....)
NIP. 19761003 200312 1 004

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**

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

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Samsul Bahri
NIM : 11630068
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al menggunakan Metode Sol-Gel”

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

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

Malang, 15 Desember 2015

Yang Membuat Pernyataan,

Samsul Bahri
NIM. 11630068

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah rabbil' alamin, segala puji bagi Allah SWT pencipta seluruh alam semesta yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si) dengan semaksimal mungkin. Penulis menyadari bahwa dalam penyelesaian skripsi ini masih terdapat banyak kesalahan dan kekurangan, akan tetapi semoga segala usaha yang dilakukan dapat bermanfaat bagi semua, sebagai ilmu yang bermanfaat dan barokah.

Penulis menyadari bahwa selama berlangsungnya penelitian, penyusunan sampai pada tahap penyelesaian skripsi ini tak lepas dari dukungan serta bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu iringan do'a dan ucapan terimakasih penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Suci Amalia, M.Sc, Susi Nurul Khalifah, M.Si, dan Ahmad Abtokhi, M.Pd selaku dosen pembimbing yang telah memberikan banyak arahan,

masukan, serta motivasi dalam membimbing penulis untuk dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.

5. Eny Yulianti, M.Si selaku dosen penguji yang telah banyak memberikan masukan dan saran, sehingga skripsi ini bisa menjadi lebih baik.
6. Segenap dosen Jurusan Kimia atas segala ilmu dan bimbingannya.
7. Kedua orang tua serta saudara-saudaraku tercinta yang telah memberikan nasihat, do'a, dan dukungan moril maupun materil untuk penulis dalam menuntut ilmu, sehingga penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan.
8. Seluruh laboran dan staf administrasi Kimia atas segala kontribusinya sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
9. Teman-teman angkatan 2011 yang telah saling memotivasi dan membantu terselesainya skripsi ini.
10. Seluruh pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat dan menambah khasanah ilmu pengetahuan. *Amin yaa robbal alamiin.*

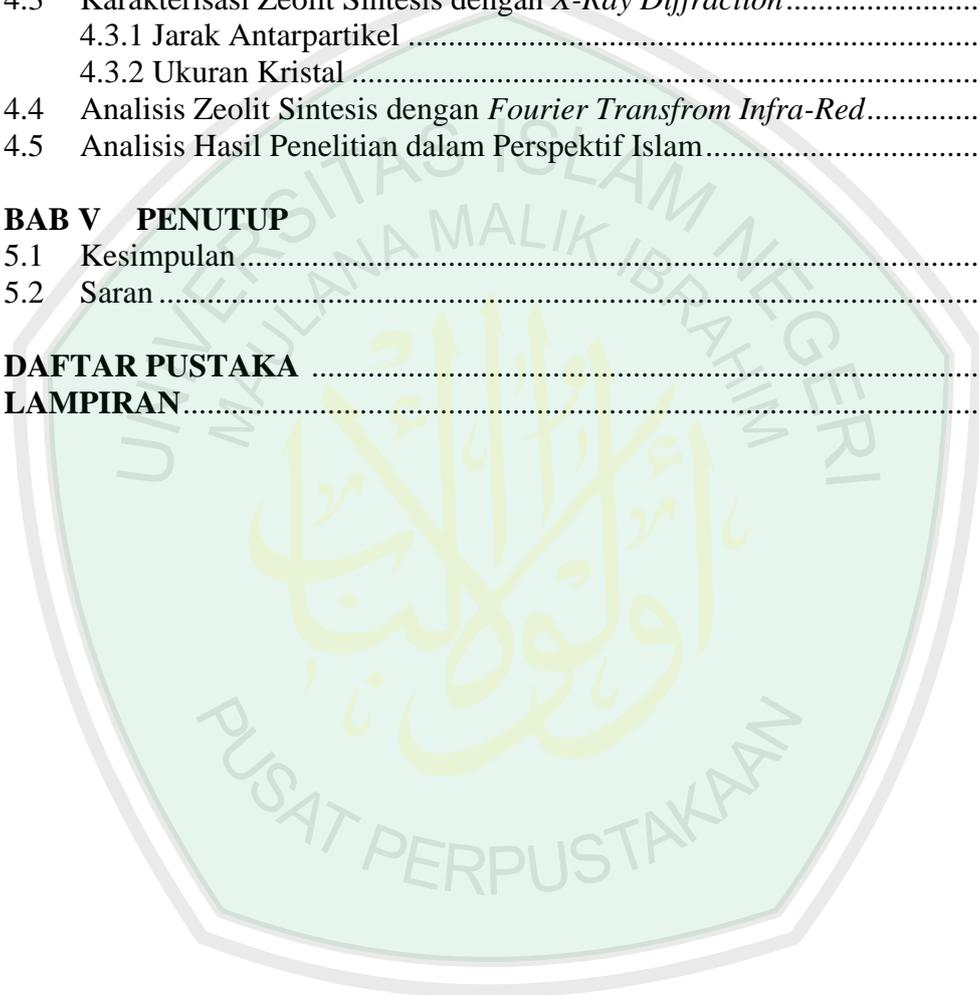
Malang, 15 Desember 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR PERSAMAAN	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat Penelitian	8
1.5.1 Bagi Penulis	8
1.5.2 Bagi Masyarakat	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Abu Vulkanik	9
2.2 Zeolit X	11
2.3 Sintesis Zeolit X	18
2.4 Karakterisasi Sintesis Zeolit X	22
2.4.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	22
2.4.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	24
2.4.3 <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	29
2.5 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit dalam Perspektif Islam	32
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	36
3.2 Alat dan Bahan	36
3.2.1 Alat	36
3.2.2 Bahan	36
3.3 Rancangan Penelitian	37
3.4 Tahapan Penelitian	37
3.5 Prosedur Penelitian	38
3.5.1 Preparasi Abu Vulkanik	38
3.5.2 Sintesis Zeolit X dari Abu Vulkanik	38
3.5.3 Karakterisasi	40
3.5.3.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	40
3.5.3.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	40
3.5.3.3 Analisis <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	40

3.5.4 Analisis Data.....	41
3.5.4.1 Analisis Jarak Antartikel.....	41
3.5.4.2 Analisis Ukuran Kristal.....	41
3.5.4.3 Penentuan Parameter Kisi Menggunakan Program Rietica dengan Metode Le Bail	42
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Abu Vulkanik.....	43
4.2 Sintesis Zeolit X dengan Metode Sol-Gel	46
4.3 Karakterisasi Zeolit Sintesis dengan <i>X-Ray Diffraction</i>	50
4.3.1 Jarak Antartikel	55
4.3.2 Ukuran Kristal	56
4.4 Analisis Zeolit Sintesis dengan <i>Fourier Transform Infra-Red</i>	57
4.5 Analisis Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam.....	61
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	64
5.2 Saran	64
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	75

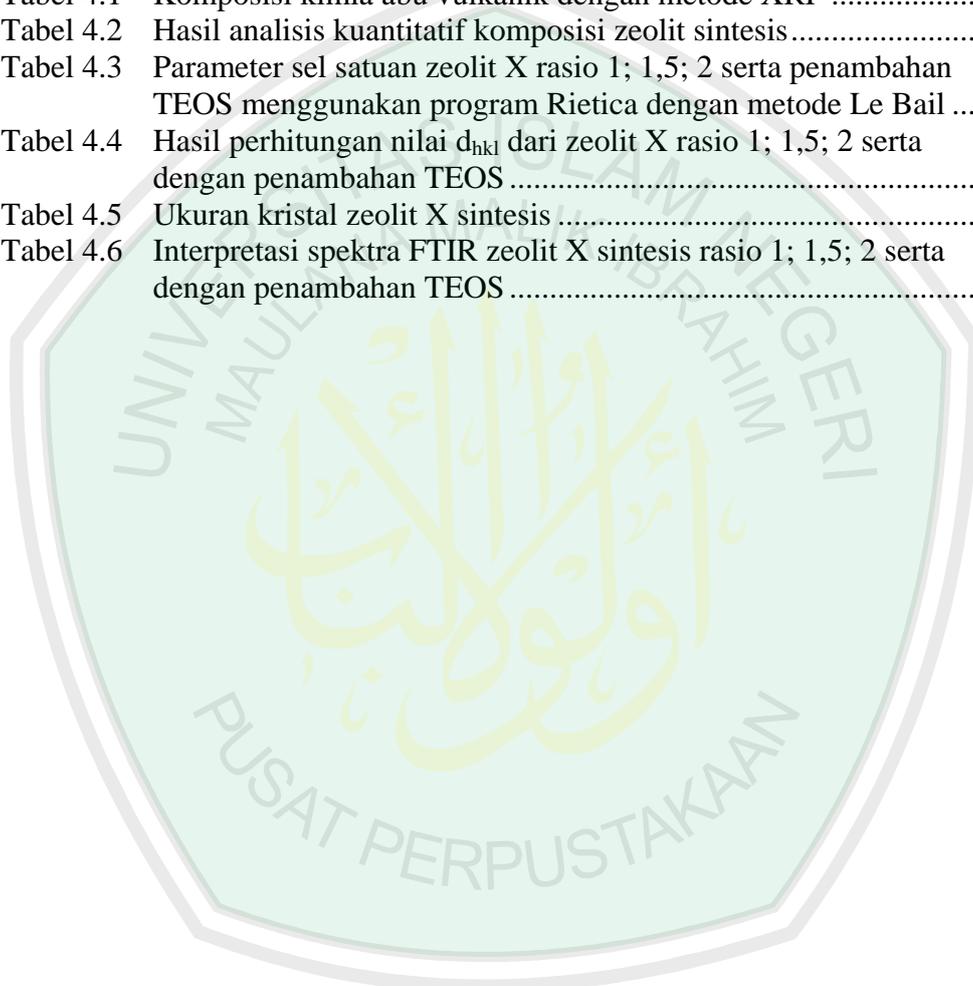


DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Hasil analisis <i>X-Ray Diffraction</i> abu vulkanik Gunung Merapi	10
Gambar 2.2. Kerangka <i>faujasite</i> dan unit penyusunnya: (a) <i>faujasite</i> (b) rongga <i>faujasite</i> (c) <i>window</i>	12
Gambar 2.3 Unit struktural dari zeolit A, <i>sodalite</i> dan <i>faujasite</i>	14
Gambar 2.4 Proses pembentukan kerangka zeolit	15
Gambar 2.5 Struktur zeolit X dan Kerangka zeolit X	17
Gambar 2.6 Prinsip XRF	23
Gambar 2.7 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg	25
Gambar 2.8 Karakterisasi zeolit X dari literatur dengan analisa XRD	26
Gambar 4.1 Hasil difraktogram abu vulkanik setelah pencucian dengan HCl 1M	45
Gambar 4.2. Hasil analisis fase mineral abu vulkanik menggunakan program Match! 2	46
Gambar 4.3 Difraktogram zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2	51
Gambar 4.4 Difraktogram zeolit X rasio molar Si/Al 1,5 (a) tanpa penambahan TEOS dan (b) dengan penambahan TEOS	52
Gambar 4.5 Hasil spektra FTIR zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5; 2 serta penambahan TEOS	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	SBU (<i>Secondary Building Units</i>) zeolit	13
Tabel 2.2	Ketentuan IR secara umum	32
Tabel 3.1	Komposisi rasio molar sintesis zeolit X dari abu vulkanik dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1 : 1,5 : 2)	39
Tabel 3.2	Komposisi bahan sintesis zeolit dari abu vulkanik dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1 : 1,5 : 2) dengan (1/50) resep	39
Tabel 4.1	Komposisi kimia abu vulkanik dengan metode XRF	44
Tabel 4.2	Hasil analisis kuantitatif komposisi zeolit sintesis	53
Tabel 4.3	Parameter sel satuan zeolit X rasio 1; 1,5; 2 serta penambahan TEOS menggunakan program Rietica dengan metode Le Bail	55
Tabel 4.4	Hasil perhitungan nilai d_{hkl} dari zeolit X rasio 1; 1,5; 2 serta dengan penambahan TEOS	56
Tabel 4.5	Ukuran kristal zeolit X sintesis	56
Tabel 4.6	Interpretasi spektra FTIR zeolit X sintesis rasio 1; 1,5; 2 serta dengan penambahan TEOS	60



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Persamaan Bragg	25
Persamaan 2.2 Persamaan Residual (Rp).....	28
Persamaan 2.3 Persamaan <i>weighted profile</i> (Rwp).....	28
Persamaan 2.4 Persamaan <i>goodness of fit</i> (GoF).....	28
Persamaan 3.1 Analisis jarak antarpartikel menggunakan Hukum Bragg.....	41
Persamaan 3.2 Persamaan Debye-Scherrer.....	41



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Skema Kerja.....	75
Lampiran 2	Perhitungan dalam Sintesis Zeolit X	79
Lampiran 3	Perhitungan Larutan.....	82
Lampiran 4	Hasil Karakterisasi	83
Lampiran 5	Hasil Perhitungan dan Pengolahan Data.....	91
Lampiran 6	Dokumentasi	97
Lampiran 7	Data JCPDS	99



ABSTRAK

Bahri, S. 2015. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel.** Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Abu vulkanik merupakan material yang dikeluarkan saat meletusnya gunung berapi. Abu vulkanik Gunung Kelud memiliki kandungan silika yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan zeolit. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dengan rasio molar Si/Al dan pengaruh penambahan bibit silika sebanyak 1 %.

Abu vulkanik dicuci dengan HCl 1 M untuk mengurangi logam-logam pengotor dilanjutkan dengan proses sintesis zeolit X menggunakan metode sol-gel. Variasi rasio molar Si/Al yang digunakan sebesar $x = 1; 1,5; 2$ serta penambahan bibit silika (TEOS) pada rasio molar terbaik. Proses ini dilakukan dengan cara mencampurkan bahan dengan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, pengadukan selama 30 menit dan diaram selama 1 jam, dilanjutkan dengan kristalisasi selama 4 jam pada suhu $75 \text{ }^\circ\text{C}$. Karakterisasi meliputi penentuan kadar silika dengan XRF, kristalinitas dan kemurnian zeolit hasil sintesis dengan XRD, dan gugus fungsi dengan FTIR.

Analisis XRF menunjukkan kandungan silika abu vulkanik setelah pencucian dengan HCl 1 M sebesar 35,3 %. Analisis XRD menunjukkan bahwa sintesis zeolit menghasilkan campuran zeolit X dan A. Zeolit X sintesis mempunyai kristalinitas dan kemurnian tertinggi pada rasio 1,5 sebesar 78,060 %. Penambahan bibit silika menyebabkan penurunan kristalinitas dari zeolit X dan penurunan kemurnian zeolit X menjadi 67,185 %. Analisis FTIR menunjukkan puncak-puncak yang muncul merupakan gugus fungsi dari kerangka zeolit. Puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang terjadi pada daerah bilangan gelombang $570\text{-}576 \text{ cm}^{-1}$. Jarak antarpartikel zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5; dan 2 berturut-turut adalah $3,21292 \text{ \AA}$; $3,16813 \text{ \AA}$; dan $3,21066 \text{ \AA}$. Ukuran kristal zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5; dan 2 berturut-turut adalah $163,043 \text{ nm}$; $122,495 \text{ nm}$; dan $163,052 \text{ nm}$.

Kata kunci : Abu Vulkanik, Metode Sol-Gel, Variasi Rasio Molar Si/Al, Zeolit X

ABSTRACT

Bahri, S. 2015. **Synthesis and Characterization Zeolite X from Volcanic Ash Mount Kelud with Molar Ratio Si/Al Variation using Sol-Gel Method.** Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Volcanic ash is a material that is emitted when a volcano erupted. Volcanic ash of Mount Kelud contains silica which can be used as raw material for synthesis zeolite. This research was aimed to determine the character of the zeolite product and the effect of adding 1 % silica seeds.

Volcanic ash is washed with 1 M HCl to reduce metals impurities followed by synthesis of zeolite X using sol-gel method. Variations molar ratio of Si/Al was $x = 1; 1.5; 2$ and the addition of silica seeds (TEOS) was done to the best molar ratio. This process was done by mixing the material with a molar composition of $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, stirring for 30 minutes and aging for 1 hour, followed by crystallization for 4 hours at a temperature of $75 \text{ }^\circ\text{C}$. Characterization was performed by using XRF, XRD, and FTIR.

Analysis with XRF showed silica content of volcanic ash after treatment with 1 M HCl is a 35,3%. Analysis with XRD showed that the zeolite synthesis produces a mixture of zeolite X and A. Zeolite X synthesis has highest crystallinity and purity at ratio of 1,5 at 78,060 %. The addition of silica seeds caused decreasing purity of zeolite X become 67, 185 % and decreasing of crystallinity of zeolite X. Analysis with FTIR showed peaks of functional groups of the zeolite framework. Peaks of faujasite-type zeolites occurred in wave number region $570\text{-}576 \text{ cm}^{-1}$. The distance between of particles zeolite X molar ratio Si/Al 1; 1.5; and 2 is a 3.21292 \AA ; 3.16813 \AA ; and 3.21066 \AA respectively. Crystal size of zeolite X molar ratio Si / Al 1; 1.5; and 2 is a 163.043 nm; 122.495 nm; and 163.052 nm respectively.

Keywords : Volcanic Ash, Sol-Gel Method, Molar Ratio Si/Al Variation, Zeolite X

الملخص

البحر، شمس. ٢٠١٥. اصطناعي وخصائص زيوليت X من رماد بركاني جبل كلود بأنواع نسبة الموالى Si/Al يستعمل الطريقة سول-جيل. البحث. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الاسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى : سوجي عملية الماجستير، المشرفة الثانية : أحمد ابطخي الماجستير، المستشار : سوسي نور الخليفة الماجستير.

رماد البركاني هو عين الذي أخرج حينما انفجرت جبال البركانية. رماد البركاني جبال الكلود يشتمل على السيليك الذي يستخدم اصطناعية زيوليت. والهدف من هذا البحث لتعريف خصائص زيوليت X الذي يحصل من اصطناعي رماد البركاني بنسبة الموالى Si/Al بأثر زيادة غرس السيليك مبلغ ١ بالمائة. رماد البركاني يغتسل بـ HCl M١ لنقص معادن الموسخة ثم بعملية اصطناعي زيوليت X الذي يستخدم بطريقة سول-جيل. أنواع نسبة الموالى Si/Al التي يستعمل المبلغ ١، ١،٥؛ ٢ مع زيادة غرس السيليك (التيوس) على نسبة الموالى الجيدة. وهذه عملية يستخدم بازدياد المواد بتكوين الموالى ٤،٥ : Al₂O₃ x : ٣Na₂O : SiO₂ ٣١٥ : H₂O تخالط حول ثلاثين دقائق و يسكت حول ساعة ثم يجمد حول أربعين ساعة على دراجة الحرارة خمسة و سبعين جليوس. والخصائصية يحتوي لتخصيص قدر السيليك بـ XRF، والجامد والصفوة زيوليت حاصل الاصطناعي بـ XRD، بالهدف FTIR. تحليل XRF يرشد حامل السيليك رماد البركاني مبلغ ٣٥،٣ بالمائة. تحليل XRD يرشد أنّ اصطناع زيوليت يحصل اختلاط زيوليت X و A. زيوليت X الاصطناعي له الجامد والنقي الأعلى على نسبة ١،٥. زيادة غرس السيليك يسبب انخفاض الجامدية من زيوليت X ولا يرفع نقية زيوليت X. وتحليل FTIR يرشد الظروف الناشئة هي مجرة الهدف من هيكل زيوليت. والطرف الخاص من زيوليت على ضرب فوجاسيت الذي يكون على عدد نو ٥٧٠-٥٧٦ سم^{-١}. المسافة بين جسم زيوليت X نسبة الموالى Si/Al ١،٥؛ و ٢ المتوالية هو ٣،٢١٢٩٢؛ ٣،١٦٨١٣؛ و ٣،٢١٠٦٦ Å. وقدر الجامد زيوليت X نسبة الموالى Si/Al ١،٥؛ و ٢؛ المتوالية هو ١٦٣،٠٤٣؛ ١٢٢،٤٩٥؛ و ١٦٣،٠٥٢ نانومتر.

كلمات البحث: رماد البركاني، الطريقة سول-جيل، أنواع نسبة الموالى Si/Al، زيوليت X

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Bekum, dkk., 1991). Zeolit mempunyai sejumlah sifat kimia maupun fisika menarik, diantaranya memiliki sifat inert, stabilitas termal tinggi, memiliki rongga yang memungkinkan terjadinya adsorpsi, mempunyai kemampuan untuk mengikat logam sebagai katalis, memiliki luas permukaan yang besar yang memungkinkan terjadinya proses katalitik, penukar kation, penyangga, separator, sebagai pembawa herbisida dan pestisida, dan sebagai media tanam (Augustine, 1996; Maygasari, dkk., 2010; Istadi, 2011).

Berdasarkan proses pembentukannya, zeolit dapat dikelompokkan menjadi dua kelompok besar yaitu zeolit alam dan zeolit sintetis (Mortimer dan Taylor, 2002). Di Indonesia, zeolit alam ditemukan dalam jumlah besar tersebar pada beberapa daerah di pulau Sumatera, Kalimantan, Sulawesi dan Jawa dengan produksi penambangan zeolit yang mencapai 100.000 ton/tahun, setengahnya digunakan untuk keperluan domestik dan sisanya diekspor sebagai bahan tambang mentah (Mulyanto dan Suwardi, 2006). Akan tetapi, kebutuhan zeolit sintetis siap pakai di Indonesia masih dipasok dari luar negeri (Ulfah, dkk., 2006).

Zeolit alam di Indonesia telah banyak dimanfaatkan, sehingga dibutuhkan suatu bahan sumber silika yang dapat dijadikan sebagai bahan pembuatan zeolit sintetis. Selain itu, zeolit sintetis dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dan

keterbatasan dari zeolit alam, seperti banyak mengandung pengotor, ketidakmurniannya yang tinggi, ukuran pori-pori yang tidak seragam dan kristalinitasnya yang rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai *adsorbent* dan katalis (Warsito, dkk., 2008).

Penggunaan zeolit sintetis saat ini semakin meningkat, mulai dari penggunaan industri skala kecil sampai industri skala besar (Ulfah, dkk., 2006). Penggunaan zeolit sintetis untuk proses di industri kimia antara lain sebagai katalis, *ion exchanger*, dan *adsorbent* dalam pengolahan limbah.

Bahan baku pembuatan zeolit merupakan bahan yang mengandung silika dan alumina. Bahan baku ini dapat diambil dari alam untuk mengurangi biaya sintesis zeolit dan pemanfaatan bahan alam (Ulfah, dkk., 2006). Kekayaan alam Indonesia sangat berlimpah dari material organik sampai material anorganik yang dapat dimanfaatkan oleh manusia, sehingga keberadaannya di alam tidak sia-sia. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT dalam surat Ali Imran ayat 191:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ
وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

“(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): “Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka peliharalah kami dari siksa neraka” (Qs. Ali Imran:191).

Berdasarkan ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT menciptakan semua yang ada di bumi, langit dan alam semesta pasti ada hikmahnya dan manfaatnya agar manusia berfikir serta beriman kepadaNya. Setiap hal yang diciptakanNya menunjukkan kebesarNya. Hendaknya manusia mau berfikir untuk menjaga dan melestarikan segala sesuatu yang telah diciptakanNya, serta

dapat mengambil manfaatnya agar segala yang diciptakanNya tidak menjadi sia-sia. Berdasarkan manfaat yang diperoleh dapat menjadi ilmu pengetahuan bagi orang lain.

Indonesia merupakan negara yang banyak mempunyai gunung api yang aktif salah satunya Gunung Kelud yang berbatasan langsung dengan Kabupaten Kediri, Kabupaten Blitar, dan Kabupaten Malang. Gunung Kelud meletus pada tanggal 13 Februari 2014 yang mengeluarkan material abu vulkanik mencapai $100.000.000 \text{ m}^3$ (Suryani, 2014). Setiap semburan tersebut mengandung senyawa kimia yang memberikan dampak bagi kesehatan manusia karena dapat menyebabkan penyakit ISPA (Infeksi Saluran Pernafasan Akut). Oleh karena itu, diperlukan pemanfaatan abu vulkanik agar dapat dihasilkan suatu produk yang bernilai jual tinggi.

Abu vulkanik biasanya digunakan sebagai material bahan bangunan. Pemanfaatan abu vulkanik yang lain yaitu dapat dijadikan sebagai bahan geopolimer, selain itu abu vulkanik dapat dimanfaatkan dalam pembuatan zeolit karena memiliki kandungan silika. Analisis komposisi kimia abu vulkanik Merapi menurut Kusumastuti (2012) dengan metode XRF diketahui mempunyai kandungan 45,7 % berat SiO_2 ; 14,00 % berat Al_2O_3 ; 16,1 % berat CaO ; 18,2 % berat Fe_2O_3 dan 3,86 % berat K_2O . Menurut Bourdier, dkk. (1997) kandungan abu vulkanik Gunung Kelud pada tahun 1990 adalah silikon dioksida (SiO_2) sekitar 55 %, aluminium oksida (Al_2O_3) sekitar 18 %, ferri oksida (Fe_2O_3) sekitar 8 %, dan kalsium oksida (CaO) sekitar 9 %.

Analisis kandungan fasa mineral pada abu vulkanik Gunung Merapi dengan menggunakan metode XRD menunjukkan bahwa abu vulkanik merupakan

material amorf dengan kandungan utama mineral *quartz* dan *mullite* (Kusumastuti,2012). Sumber silika yang dapat digunakan dalam sintesis merupakan silika amorf (Widati, dkk., 2010). Menurut Della, dkk. (2002) reaktifitas silika berhubungan dengan struktur silika, dimana struktur amorf lebih reaktif dibandingkan dengan struktur kristalin.

Zeolit yang disintesis dalam penelitian ini adalah zeolit X, zeolit ini mempunyai silika rendah (kaya alumunium) dengan perbandingan rasio molar Si/Al 1 – 1,5 (Kasmui, dkk., 2008), sedangkan menurut Htun, dkk. (2012) rasio molar Si/Al untuk zeolit X antara 2 – 3. Namun pada rasio molar Si/Al 3 tidak hanya terbentuk zeolit X saja, melainkan terbentuk zeolit campuran. Zeolit X merupakan bahan yang bermanfaat untuk aplikasi teknologi dan lingkungan, misalnya digunakan sebagai adsorben dalam proses pengolahan limbah industri untuk mendapatkan gas metana murni dari limbah berupa sampah yang membusuk ataupun limbah dari suatu peternakan, selain itu dapat digunakan sebagai bahan pengganti polifosfat dalam deterjen, karena fosfat diketahui bersifat toksik bagi lingkungan (Harjanto, 1987), serta sebagai bahan penukar ion pada proses penawaran (desalinasi) air laut (Kiti, 2012).

Kekuatan zeolit sebagai adsorben, katalis, dan penukar ion salah satunya tergantung dari perbandingan rasio Si/Al. Rasio Si/Al berpengaruh terhadap ukuran kristal, kristalinitas, diameter pori (*cavity/supercage*), luas permukaan dan keasamaan. Oleh karena itu, beberapa peneliti telah mengkaji pengaruh rasio Si/Al pada sintesis zeolit. Hasil penelitian Sutarno, dkk. (2009) menjelaskan bahwa kristalinitas memiliki hubungan yang linear dengan rasio molar Si/Al, kristalinitas semakin tinggi dengan naiknya rasio molar Si/Al.

Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mensintesis zeolit X dari bahan silika murni atau sintetis. Masoudian, dkk. (2013) telah mensintesis zeolit X dengan metode sol-gel menggunakan *sodium silicate* dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,08 dan dihasilkan zeolit X murni. Fathizadeh dan Aroujalian (2011) mensintesis zeolit X dengan metode hidrotermal menggunakan silika murni dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,25 dihasilkan zeolit Na-X murni. Kiti (2012) telah mensintesis zeolit X dengan metode *batch* menggunakan *sodium silicate* dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,45 dihasilkan zeolit X murni. Htun, dkk. (2012) juga telah mensintesis zeolit X dengan metode hidrotermal dari bahan silika murni dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2,77 menghasilkan zeolit Na-X dengan campuran *faujasite*. Berdasarkan kajian nilai rasio Si/Al zeolit X tersebut, diketahui bahwa rasio molar $\text{Si/Al} > 2$ dihasilkan zeolit campuran.

Zeolit X juga dapat disintesis dari bahan alam sebagai bahan baku pembuatannya. Asfadiyah (2014) mensintesis zeolit X menggunakan metode sol-gel dari abu ampas tebu dengan rasio molar Si/Al sebesar 2 dihasilkan zeolit X dengan campuran zeolit A. Purnomo, dkk. (2012) juga menggunakan abu ampas tebu sebagai sumber silika menghasilkan zeolit Na-X dengan kristalinitas yang rendah pada suhu hidrotermal 90 °C selama 48 jam. Fransus (2012) mensintesis zeolit X dari abu layang sebagai sumber silika dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,2 dihasilkan zeolit X sebesar 55-60 % pada suhu 75 °C.

Berdasarkan hasil kajian penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa sintesis zeolit X menggunakan silika dari bahan alam akan dihasilkan zeolit campuran dengan kristalinitas yang rendah daripada hasil sintesis zeolit X dari bahan baku sintetis ataupun bahan dari silika murni. Sehingga, kombinasi benih

dengan tambahan sumber silika dan alumina menjadi faktor penentu pembentukan zeolit (Wustoni, dkk., 2011).

Rahman, dkk. (2009) telah mensintesis zeolit Y dengan variasi penambahan bibit silika. Preparasi dengan penambahan bibit silika dihasilkan zeolit Y murni. Tapi, preparasi tanpa penambahan bibit silika dihasilkan zeolit campuran. Putro dan Didik (2007) telah mensintesis zeolit dengan metode hidrotermal dari abu sekam padi sebagai sumber silika dengan perbandingan molar $10\text{Na}_2\text{O} : 100\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O}$ dan dihasilkan zeolit secara maksimal dan murni dengan penambahan bibit silika sebanyak 1 % berat SiO_2 . Bibit silika yang digunakan berasal dari TEOS (*tetraethyl orthosilicate*).

Sintesis zeolit X menggunakan metode sol-gel telah banyak digunakan dalam penelitian, karena memiliki keuntungan yakni menghasilkan derajat kristalinitas dan kemurnian yang tinggi, memperkecil distribusi ukuran partikel, selain itu metode sintesisnya satu tahap (Romimoghadam, dkk., 2012). Metode sol-gel terdiri dari beberapa langkah yaitu pembentukan sol, gel, pemeraman dan hidrotermal. Pemeraman digunakan untuk pembentukan inti kristal dan bertujuan agar terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan. Proses hidrotermal digunakan untuk menghasilkan kristal yang lebih tinggi. Masoudian, dkk. (2013) menggunakan suhu hidrotermal $75\text{ }^\circ\text{C}$ dihasilkan zeolit X murni tanpa adanya campuran zeolit lain. Sedangkan suhu hidrotermal pada $100\text{ }^\circ\text{C}$, dihasilkan zeolit A dan menurunkan kemurnian dari zeolit X.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit X dari abu vulkanik sebagai sumber silika dengan variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2 menggunakan

metode sol-gel. Selanjutnya, zeolit X hasil sintesis akan dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengidentifikasi tingkat kristalinitas dan kemurnian hasil sintesis, XRF untuk mengetahui jumlah kandungan silika pada abu vulkanik, dan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) untuk mengetahui gugus fungsi zeolit X sintesis. Hasil terbaik dari sintesis zeolit X tersebut akan dibandingkan dengan zeolit X hasil sintesis dengan penambahan TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) pada rasio molar Si/Al terbaik.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini diantaranya;

1. Bagaimana karakter zeolit X hasil sintesis dari abu vulkanik Gunung Kelud menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al ?
2. Bagaimana karakter zeolit X hasil sintesis dengan penambahan bibit silika menggunakan metode sol-gel?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah;

1. Untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dari abu vulkanik Gunung Kelud menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al.
2. Untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dengan penambahan bibit silika menggunakan metode sol-gel.

1.4 Batasan Masalah

1. Bahan yang digunakan sebagai sumber silika berasal dari abu vulkanik Gunung Kelud.
2. Parameter yang digunakan adalah variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2.
3. Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi hasil sintesis zeolit X adalah XRD (*X-Ray Diffraction*) dan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*).
4. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sol-gel yang dilanjutkan hidrotermal.
5. Penambahan bibit silika yang digunakan adalah TEOS (*tetraethyl orthosilicate*).

1.5 Manfaat Penelitian

1.5.1 Bagi Penulis

Dapat mengetahui hubungan langsung antara ilmu kimia teoritis dan praktis, serta gambaran nyata aplikasi ilmu kimia khususnya pada proses sintesis zeolit X dari abu vulkanik yang telah diperoleh selama penelitian.

1.5.2 Bagi Masyarakat

Dapat memberikan informasi tentang proses sintesis zeolit X dari abu vulkanik yang efektif, sehingga masyarakat lebih dapat memanfaatkan abu vulkanik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

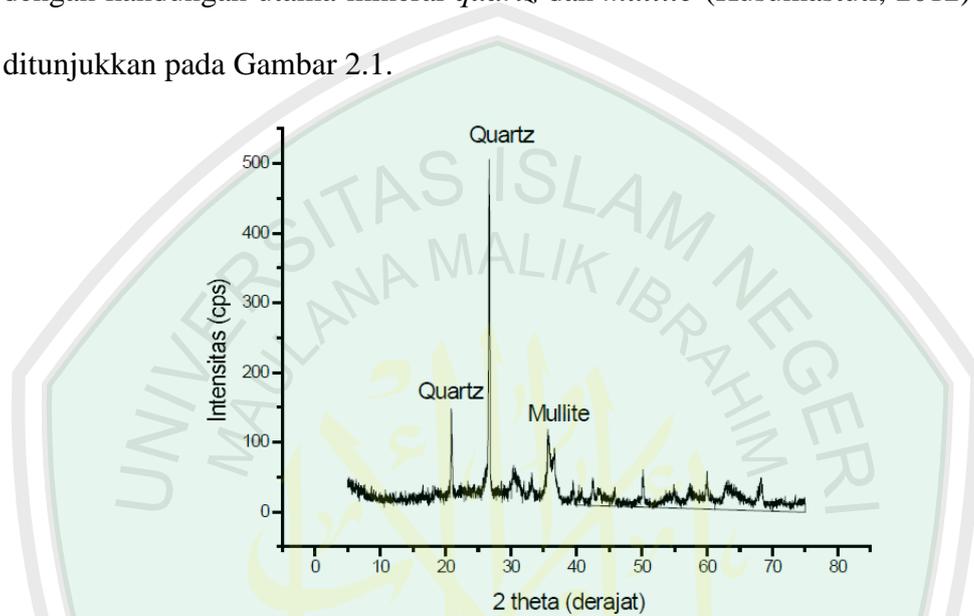
2.1 Abu Vulkanik

Abu dan pasir vulkanik adalah bahan material vulkanik jatuhan yang disemburkan ke udara saat terjadi suatu letusan gunung berapi. Abu maupun pasir vulkanik terdiri dari batuan berukuran besar sampai berukuran halus, yang berukuran besar biasanya jatuh di sekitar kawah sampai radius 5-7 km dari kawah, sedangkan yang berukuran halus dapat jatuh pada jarak mencapai ratusan kilometer bahkan ribuan kilometer dari kawah disebabkan oleh adanya hembusan angin (Sudaryo dan Sutjipto, 2009).

Abu vulkanik Gunung Merapi memiliki kandungan senyawa silika sebesar 53,80 % dan alumina sebesar 18,26 % menggunakan dengan metode XRF (*X-Ray Fluorescence*) (Bayuseno, dkk., 2010). Balai Teknik Kesehatan Lingkungan (BTKL) Yogyakarta pada tahun 1994 telah meneliti kandungan abu vulkanik Merapi ternyata mengandung silikon dioksida (SiO_2) 54,56 %, aluminium oksida (Al_2O_3) 18,37 %, ferri oksida (Fe_2O_3) 18,59 %, dan kalsium oksida (CaO) 8,33 % (Sudaryo dan Sutjipto, 2009). Sedangkan hasil analisis komposisi kimia abu vulkanik Merapi menurut Kusumastuti (2012) dengan metode XRF menyatakan bahwa abu vulkanik mengandung komponen yang heterogen dengan komponen utama (mayor) yakni 45,7 % berat SiO_2 ; 14,00 % berat Al_2O_3 ; 16,1 % berat CaO ; 18,2 % berat Fe_2O_3 dan 3,86 % berat K_2O . Komposisi kandungan abu vulkanik Gunung Kelud pada tahun 1990 menurut Bourdier, dkk. (1997) adalah silikon

dioksida (SiO_2) sekitar 55 %, aluminium oksida (Al_2O_3) sekitar 18 %, ferri oksida (Fe_2O_3) sekitar 8%, dan kalsium oksida (CaO) sekitar 9 %.

Analisis kandungan fasa mineral pada abu vulkanik dengan menggunakan metode XRD menunjukkan bahwa abu vulkanik merupakan material amorf dengan kandungan utama mineral *quartz* dan *mullite* (Kusumastuti, 2012) seperti ditunjukkan pada Gambar 2.1.



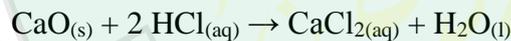
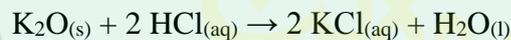
Gambar 2.1 Hasil analisis *X-Ray Diffraction* abu vulkanik Gunung Merapi (Kusumastuti, 2012)

Hasil difraktogram pada Gambar 2.1, dapat dilihat puncak-puncak yang bersudut tajam (fase kristalin) hanya terjadi pada sudut-sudut (2θ) berkisar 21° (*Quartz*), 27° (*Quartz*), dan 36° (*Mullite*). Dengan demikian maka sebagian besar SiO_2 dalam abu vulkanik bersifat amorf (Kusumastuti, 2012). Bentuk amorf ini sangat penting dalam sintesis zeolit karena pada tahap pembentukan kristal, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya oleh adanya pemanasan sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal yang stabil (Hadi, 1993).

Silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik, zeolit sintesis (Rawtani dan Rao, 1989), katalis dan berbagai jenis komposit organik-

anorganik (Sun dan Gong, 2001; Kim, dkk., 2004). Kandungan silika dari abu vulkanik Gunung Kelud dapat digunakan sebagai sumber silika pada berbagai pembuatan zeolit sintetis yang lain, salah satunya ialah zeolit X.

Pencucian sampel dengan menggunakan HCl untuk menghilangkan logam oksida dan non logam. HCl mampu mengikat logam oksida P_2O_5 , K_2O , MgO , Na_2O , CaO , dan Fe_2O_3 pada klorida dan oksida non logam akan diubah menjadi bentuk asamnya kecuali silika, sehingga HCl baik untuk menghilangkan pengotor logam pada abu ampas tebu (Widati, dkk., 2010). Didukung oleh penelitian Pratomo, dkk. (2013) menyatakan bahwa ekstraksi silika dengan teknik pengadukan dari abu sekam padi menggunakan HCl 1M selama 2 jam pada suhu ruang dapat meningkatkan kadar silika yang terdapat pada abu sekam padi dengan hasil SiO_2 sebelum ekstraksi 94,9 % sedangkan setelah ekstraksi sebesar 97,3 %. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Pratomo, dkk., 2013):

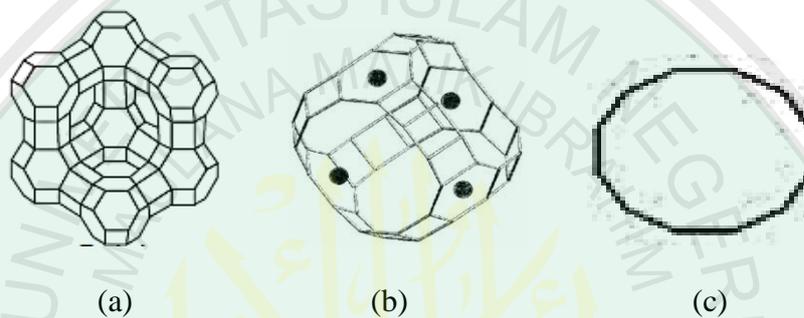


Hal ini menunjukkan bahwa HCl dapat menurunkan pengotor akibat larutnya pengotor dalam HCl, sehingga preparasi sampel abu vulkanik pada penelitian ini dapat menggunakan HCl.

2.2 Zeolit X

Setiap zeolit dibedakan berdasarkan komposisi kimia, struktur, sifat kimia dan sifat fisika yang terkait dengan strukturnya. *Faujasite* merupakan jenis zeolit yang tersusun dari 10 unit sangkar beta sebagai unit pembangun sekundernya

(Gambar 2.2.a). Perbedaan *faujasite* dengan jenis zeolit yang lain adalah pada komposisi dan distribusi kation, rasio Si/Al dan keteraturan Si/Al pada pusat *tetrahedral*. Setiap unit sangkar β penyusun *faujasite* dihubungkan melalui cincin S6R (*single six ring*) membentuk rongga yang berbentuk seperti atom karbon dalam intan (*diamond*) (Gambar 2.2.b). Rongga *faujasite* tersusun dari delapan belas unit S4R (*single four ring*), empat unit S6R dan empat unit segi dua belas yang merupakan *window* rongga (Gambar 2.2.c) (Salaman, 2004).



Gambar 2.2 Kerangka *faujasite* dan unit penyusunnya: (a) *faujasite* (b) rongga *faujasite* (c) *window* (Salaman, 2004)

Zeolit X merupakan salah satu jenis *faujasite*. *Faujasite* adalah satu dari beberapa zeolit yang dapat disintesis dari bahan alam. Rumus umum *faujasite* adalah $\text{Na}_j[(\text{AlO}_2)_j(\text{SiO}_2)_{192-j}]\cdot z\text{H}_2\text{O}$. Zeolit *faujasite* dibagi menjadi 2 yaitu zeolit *faujasite* kaya silikon (zeolit Y) dan zeolit *faujasite* yang kaya alumunium (zeolit X) (Kasmui, dkk., 2008). Zeolit sintesis dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintesis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada 3 kelompok zeolit sintesis (Saputra, 2006) :

1. Zeolit Sintesis dengan Kadar Si Rendah

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit.

2. Zeolit Sintesis dengan Kadar Si Sedang

Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 5$ sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit Y dengan perbandingan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 1-3$. Contoh zeolit sintesis jenis ini adalah zeolit omega.

3. Zeolit Sintesis dengan Kadar Si Tinggi

Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik untuk digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Zeolit jenis ini misalnya, zeolit ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, dan ZSM-24.

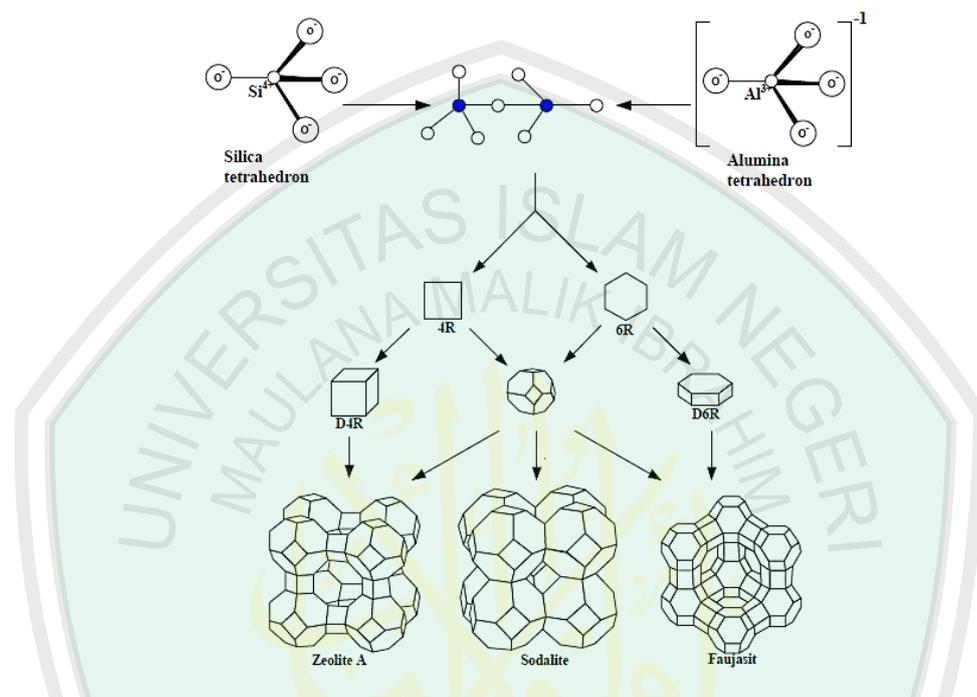
Tabel 2.1 SBU (*Secondary Building Units*) zeolit

Group	Secondary Building Units
1	Single 4 ring (S4R)
2	Single 6 ring (S6R)
3	Single 8 ring (S8R)
4	Double 4 ring (D4R)
5	Double 6 ring (D6R)
6	Double 8 ring (D8R)
7	Complex 4-1, T_5O_{10} unit
8	Complex 5-1, T_8O_{16} unit
9	Complex 4-4-1, $T_{10}O_{20}$ unit

Sumber: Byrappa dan Yoshimura (2001)

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). Menurut Thammavong (2003) Zeolit X mempunyai diameter α -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

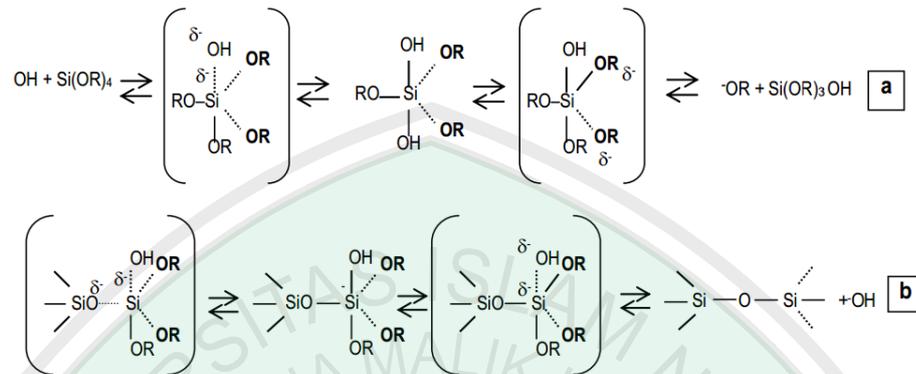
1,0 – 1,5. Perbedaan antara zeolit X dengan zeolit jenis lainnya dapat dilihat dari jumlah cincin pada SBU (*Secondary Building Unit*) atau unit pembangun kedua, misalnya zeolit A memiliki 8 cincin, zeolit *faujasite* memiliki 12 cincin (Wang, dkk., 2013). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Unit struktural dari zeolit A, *sodalite* dan *faujasite* (Wang, dkk., 2013)

Struktur zeolit *faujasite* terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi *tetrahedral* SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk *oktahedral* terpancung (*sodalite*), seperti pada Gambar 2.2.a. 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. Muatan negatif dalam kerangka ini digantikan oleh kation yang berada di posisi kerangka non spesifik (Szostak, 1989).



Gambar 2.4 Proses pembentukan kerangka zeolit (Feijen, dkk., 1994)

Adanya konsentrasi ion OH^- yang relatif besar dalam sistem larutan/gel silikat-aluminat pada proses pembentukan zeolit akan meningkatkan rasio Si/Al terlarut namun hal tersebut juga dapat menyebabkan terjadinya proses hidrolisis gel silikat-aluminat dan menyebabkan terbentuknya keadaan transisi Si dalam bilangan koordinasi lima yang akan melemahkan terjadinya ikatan siloksan. Peningkatan ion OH^- dalam sistem gel silika-aluminat juga menyebabkan penurunan kemampuan hidrolisis (Gambar 2.4.a) dan kemampuan kondensasi (Gambar 2.4.b) spesies silikat melalui proses deprotonasi, namun akan meningkatkan laju pembentukan kerangka silika alumina (Feijen, dkk., 1994).

Peningkatan laju kristalisasi tersebut mengakibatkan pembentukan kerangka silika alumina cenderung mengarah ke struktur silika alumina yang memiliki kestabilan relatif lebih tinggi dan lebih mudah terbentuk, dalam hal ini adalah struktur kerangka hidroksi sodalit. Sedangkan proses pembentukan

kerangka faujasit membutuhkan laju kristalisasi yang relatif lambat dengan rasio Si/Al sistem gel silika-alumina relatif tinggi (Feijen, dkk., 1994).

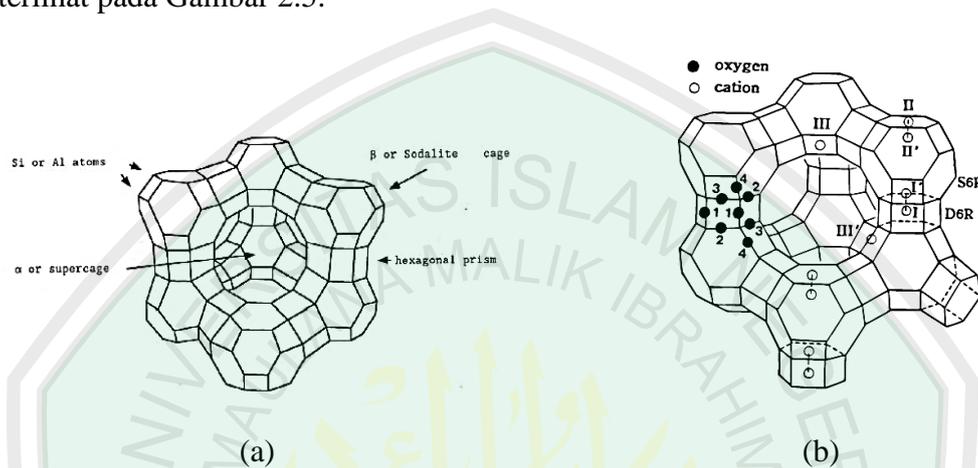
Komposisi gel, sifat fisik dan kimia reaktan, serta jenis kation dan kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur yang diperoleh. Menurut Septia (2011), jenis kation yang digunakan disebut sebagai aktivator. Aktivator yang secara umum digunakan salah satunya adalah NaOH (*sodium hidroksida*). NaOH berfungsi untuk mereaksikan unsur-unsur Al dan Si dengan menambah ion Na⁺. Prekursor (Al dan Si) dan aktivator akan bersintesa membentuk material padat melalui proses polimerisasi. Polimerisasi yang terjadi adalah disolusi yang diikuti oleh polikondensasi. Reaksi polimerisasi ini aluminium (Al) dan silika (Si) mempunyai peranan penting dalam ikatan polimerisasi (Davidovits, 1994). Reaksi Al dan Si dengan alkali akan menghasilkan Al(OH)₄⁻ dan Si(OH)₄. Berikut reaksi disolusi ion aluminat dan monomer silikat (Septia, 2011):



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

Kerangka dari zeolit X didasarkan atas unit pembangun kedua yaitu cincin ganda lingkaran 6 (unit D6R). Zeolit ini dibangun oleh unit solidalit dihubungkan

oleh unit D6R atau prisma *hexagonal*. Diameter pori-pori mempunyai struktur bangun yang oktahedral pada titik I, II dan III, dimana menunjukkan posisi dari kation natrium yang berfungsi sebagai bagian yang bertukar ion atau sisi yang dapat berpindah dengan adanya ion lain (Widayat, dkk., 2012), seperti yang terlihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 (a) Struktur zeolit X (Kenneth dan Kieu, 1991) dan (b) Kerangka zeolit X (Yeom, dkk., 1997)

Zeolit X dapat digunakan pada berbagai aplikasi terutama dalam industri karena stabilitas yang sangat baik dari struktur kristalnya serta jumlah pori dan luas permukaan yang besar (Kwakye, 2008). Zeolit X digunakan secara komersial sebagai penukar ion untuk pengolahan air. Zeolit ini memiliki kapasitas pertukaran ion yang tinggi seperti zeolit A dan ukuran pori besar yang memungkinkan untuk pertukaran semua ion yang sulit, termasuk magnesium terhidrasi dan ion besi. Zeolit X memiliki ukuran pori yang besar $7,3 \text{ \AA}$ dan KTK (Kapasitas Tukar Kation) tinggi sebesar 5 meq/g , yang membuat zeolit ini dapat digunakan sebagai ayakan molekuler dan bahan penukar kation tinggi. Zeolit ini selain dapat digunakan sebagai penukar ion juga dapat berfungsi sebagai katalis. Ebitani, dkk. (2000) telah melakukan penelitian penggunaan katalis zeolit X yang

dikapsulkan dengan tembaga /kupri klorida untuk proses oksidasi senyawa amina. Proses oksidasi dilangsungkan dengan adanya molekul oksigen.

2.3 Sintesis Zeolit X

Menurut Yvonne dan Thompson (2002), proses pembuatan zeolit secara komersial terbagi menjadi tiga kelompok yaitu pembuatan zeolit dari gel reaktif aluminosilika atau hidrogel, konversi dari mineral tanah liat menjadi zeolit, dan proses berdasarkan pada penggunaan material mentah zeolit yang sudah ada di alam. Proses hidrogel didasarkan pada proses konversi hidrogel dengan tanah liat. Bentuk hidrogel diperoleh dari reaksi alumina dengan silika. Material yang digunakan adalah natrium silikat, tanah aluminat, dan natrium hidroksida. Pembentukan zeolit X diperoleh dengan cara menambahkan campuran yang mengandung kristal zeolit X. Kristal yang akan terbentuk dengan cara ini akan memiliki ukuran kristal antara 1 – 10 mm. Ukuran ini terlalu besar untuk digunakan sebagai adsorben.

Penelitian sebelumnya mengungkapkan berbagai metode untuk mensintesis jenis zeolit X, seperti metode sol-gel, metode hidrotermal, dan metode presipitasi. Namun dari beberapa metode yang ada, metode yang lebih maksimal untuk menghasilkan zeolit X adalah metode sol-gel. Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinu (gel) (Fernandez, 2011). Gel yang terbentuk ini kemudian dipanaskan dengan menggunakan metode hidrotermal.

Pemanasan dengan menggunakan hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada temperatur relatif tinggi (± 100 °C) dalam wadah tertutup. Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi larutan prekursor tetap terjaga (Oye, dkk., 2001).

Hidrotermal merupakan proses kristalisasi dalam sintesis zeolit, proses ini dapat dipengaruhi oleh berbagai faktor (Szostak, 1989), yaitu:

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

Menurut Akbar, dkk. (2011), peningkatan temperatur pada sintesis zeolit akan mempercepat pembentukan kristal dan meningkatkan ukuran kristal yang diperoleh. Temperatur berperan penting pada sintesis zeolit, karena dapat memudahkan proses pengeringan dan pembentukan kristal.

Kelebihan dari metode sol-gel diantaranya adalah kehomogenan yang lebih baik, kemurnian yang lebih tinggi, suhu yang relatif rendah, tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil, dan mengurangi pencemaran udara (Fernandez, 2011). Metode sol-gel pada sintesis zeolit terbentuk struktur gel karena polimerisasi anion aluminat dan silikat. Komposisi dan struktur gel hidrat ini ditentukan oleh ukuran dan struktur

dari jenis polimerisasi. Zeolit dibentuk dalam kondisi hidrotermal, bahan utamanya adalah aluminat silikat (gel) dan berbagai logam kation. Komposisi gel, sifat fisik, dan kimia reaktan, serta jenis kation dan kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur yang diperoleh (Saputra, 2006).

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

Kiti (2012) telah mensintesis zeolit X dari bahan *sodium silicate* menggunakan metode yang dipakai oleh Lechert dan Kacirek (1992), dengan komposisi molar $18 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 4 \text{ SiO}_2 : 325 \text{ H}_2\text{O}$ kemudian dikristalisasi selama 7 jam pada suhu konstan $95 \text{ }^\circ\text{C}$ dan padatan yang terbentuk dikeringkan pada suhu $77 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 8 jam dalam oven. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio Si/Al 1,45.

Penelitian Masoudian, dkk. (2013) telah mensintesis zeolit X dengan metode sol-gel dari bahan *sodium silicate* menggunakan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, kemudian campuran tersebut *distirrer* selama 30 menit, lalu dieramkan selama 1 jam pada suhu kamar dan dikristalisasi pada suhu $75 \text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam dalam oven. Selanjutnya padatan yang terbentuk dikeringkan

dalam oven selama semalam pada suhu 120 °C. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio Si/Al sebesar 1,08.

Menurut Georgiev, dkk. (2009) penelitian tentang sintesis zeolit X dengan variasi rasio molar Si/Al telah banyak dilakukan, hal ini disebabkan karena peningkatan rasio Si/Al sangat mempengaruhi sifat fisik zeolit. Das (2011) telah mensintesis zeolit X dengan variasi rasio molar Si/Al antara 1 – 1,5 dengan waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 6 jam pada 363 °K. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,4. Berdasarkan kajian di atas, rasio molar Si/Al pada penelitian ini akan dilakukan dengan mengambil variasi rasio molar Si/Al sebesar 1; 1,5 dan 2 untuk mengetahui pengaruh variasi tersebut pada sintesis zeolit X.

Zeolit X juga dapat disintesis dari bahan alam sebagai prekursor awal. Asfadiyah (2014) mensintesis zeolit X dengan metode sol-gel dari abu ampas tebu dengan rasio molar Si/Al sebesar 2 dihasilkan zeolit X dengan campuran zeolit A. Purnomo, dkk. (2012) juga menggunakan abu ampas tebu sebagai sumber silika menghasilkan zeolit Na-X dengan kristalinitas yang rendah pada suhu hidrotermal 90 °C selama 48 jam. Franus (2012) mensintesis zeolit X dari abu layang sebagai sumber silika dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,2 dihasilkan zeolit X sebesar 55-60 % pada suhu 75 °C.

Berdasarkan hasil kajian penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa sintesis zeolit X menggunakan silika dari bahan alam dihasilkan zeolit campuran dan mempunyai kristalinitas yang rendah daripada sintesis zeolit X dari bahan baku sintetis ataupun bahan dari silika murni. Sehingga, kombinasi benih dengan

tambahan sumber silika dan alumina menjadi faktor penentu pembentukan zeolit (Wustoni, dkk., 2011).

Rahman, dkk. (2009) telah mensintesis salah satu zeolit tipe *faujasite* yaitu zeolit Y dengan variasi penambahan bibit silika. Preparasi dengan penambahan bibit silika dihasilkan zeolit Y murni. Tapi, preparasi tanpa penambahan bibit silika dihasilkan zeolit campuran. Putro dan Didik (2007) telah mensintesis zeolit dari abu sekam padi sebagai sumber silika dengan perbandingan molar 10 Na₂O: 100 SiO₂: 2 Al₂O₃: 1800 H₂O dan dihasilkan zeolit secara maksimal dan murni dengan penambahan bibit silika sebanyak 1% berat SiO₂. Bibit silika yang digunakan berasal dari TEOS (*tetraethyl orthosilicate*).

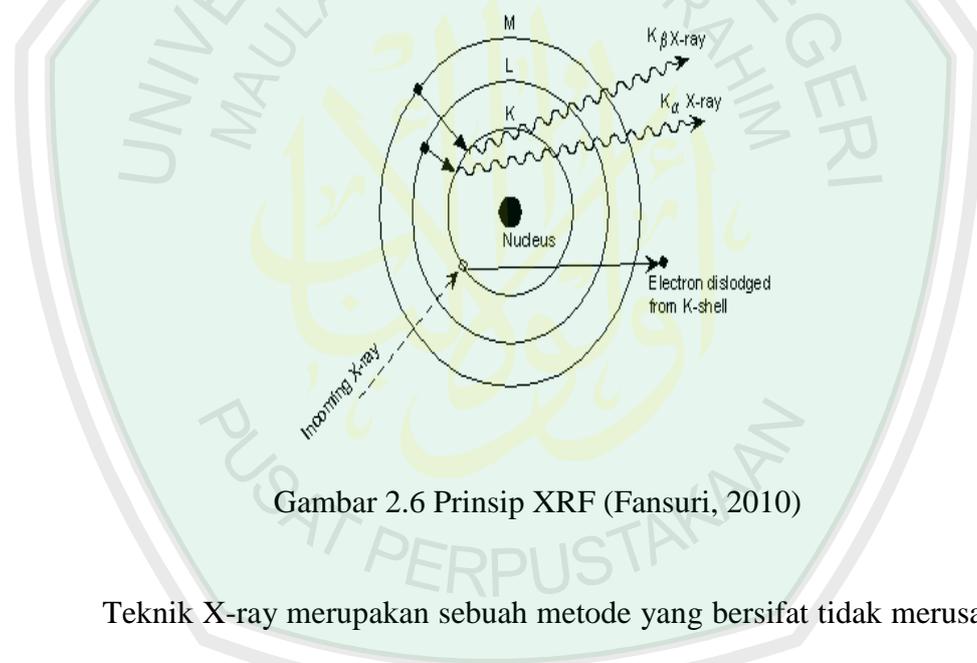
2.4 Karakterisasi Sintesis Zeolit X

2.4.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis komposisi kimia beserta konsentrasi unsur-unsur yang terkandung dalam suatu sampel secara kualitatif dan kuantitatif dengan menggunakan metode spektrometri. XRF dapat digunakan untuk menentukan elemen utama dengan akurasi yang tinggi dan analisis kualitatif terhadap sampel dilakukan tanpa menggunakan standar serta minimalnya preparasi terhadap sampel. Limit deteksi untuk mendeteksi elemen berat sekitar 10 – 100 ppm, sedangkan untuk elemen yang lebih ringan daripada natrium sangat sulit bahkan tidak mungkin terdeteksi (Aurelia, 2005).

Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar-X dari sumber sinar-X (Jenkin, 1988). Prinsip kerja XRF adalah foton yang memiliki energi tinggi (X-

rays) menembak elektron pada kulit dalam (biasanya kulit K atau L) yang menyebabkan elektron tersebut berpindah ke lapisan kulit luarnya. Pada saat yang bersamaan, kulit dalam terjadi kekosongan elektron dan menyebabkan keadaan yang tidak stabil sehingga elektron dari kulit di atasnya berpindah mengisi kekosongan dengan mengemisikan sinar (*fluorescence*), dengan energi sebesar perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang yang sesuai dengan karakteristik dari tiap elemen. Intensitas sinar yang diemisikan sebanding dengan konsentrasi dari tiap elemen (Aurelia, 2005). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Prinsip XRF (Fansuri, 2010)

Teknik X-ray merupakan sebuah metode yang bersifat tidak merusak pada analisis dasar pada saat dilakukan identifikasi saat penentuan konsentrasi pada sampel, baik sampel itu berbentuk padatan, serbuk, atau cair. XRF spektrometer mengukur unsur dari emisi fluoresen yang dihasilkan oleh sebuah sampel ketika menyinari dengan X-ray-nya (Ustundag, dkk., 2006).

Hasil XRF berupa spektrum hubungan antara energi eksitasi dan intensitas sinar-X. Energi eksitasi menunjukkan unsur penyusun sampel dan intensitas

menunjukkan nilai kuantitatif dari unsur tersebut. Semakin tinggi intensitasnya, semakin tinggi pula persentase unsur tersebut dalam sampel (Aurelia, 2005).

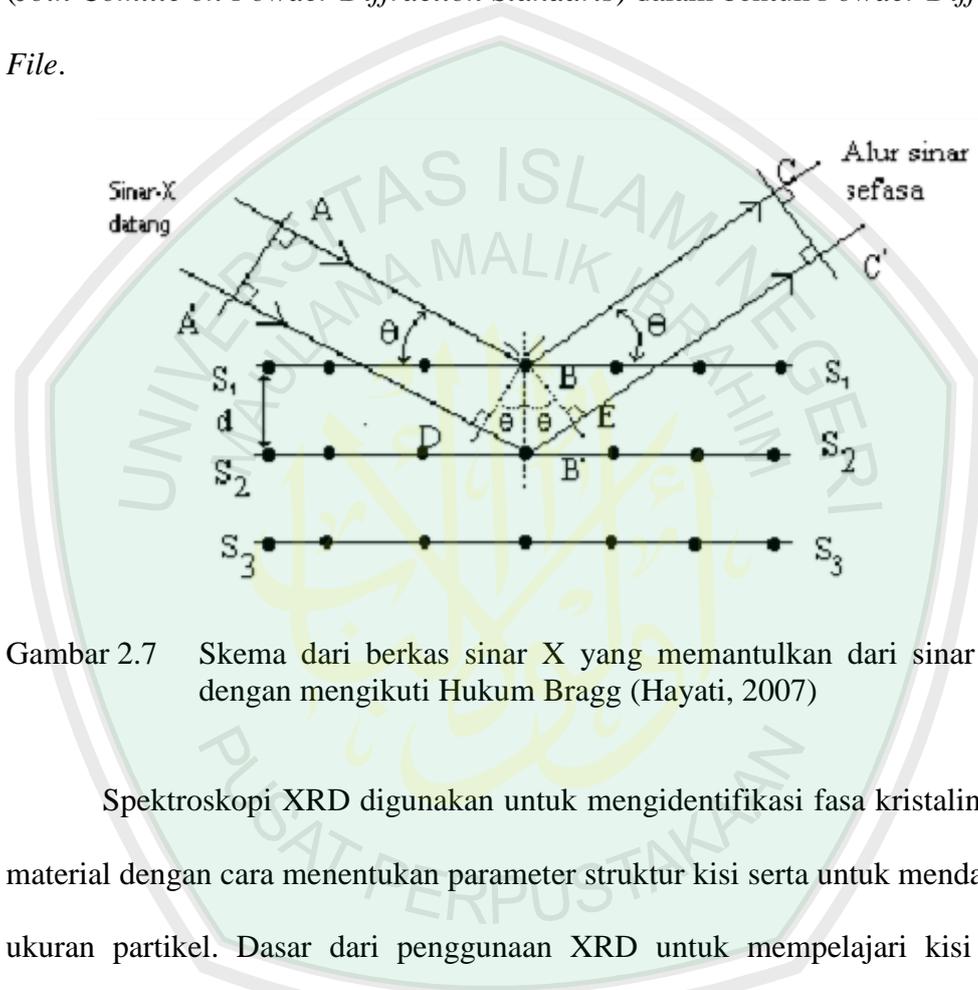
2.4.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, dkk., 2004). XRD digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000).

Prinsip kerja difraksi sinar-X adalah sinar-X dihasilkan dari tabung sinar-X yang terjadi akibat adanya tumbukan elektron-elektron yang bergerak sangat cepat dan mengenai logam sasaran, elektron ini membawa energi foton yang cukup untuk mengionisasi sebagian elektron di kulit K (1s), sehingga elektron yang berada pada orbital kulit luar akan berpindah dan mengisi orbital 1s dengan memancarkan sejumlah energi berupa sinar-X. Radiasi yang dihasilkan orbital K ke orbital lain disebut sinar-X deret K, dimana K1 adalah eksitasi elektron ke kulit L. K2 adalah eksitasi elektron ke kulit M. Demikian juga untuk K3 dan seterusnya (Ewing, 1985).

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

sintesis diidentifikasi dengan membandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari *collection of simulated XRD powder patterns for zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001; Cheng, dkk., 2005). Selain itu, analisis kualitatif dan kuantitatif jenis mineral zeolit juga dapat menggunakan difraktogram standar dari JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dalam bentuk *Powder Diffraction File*.



Gambar 2.7 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg (Hayati, 2007)

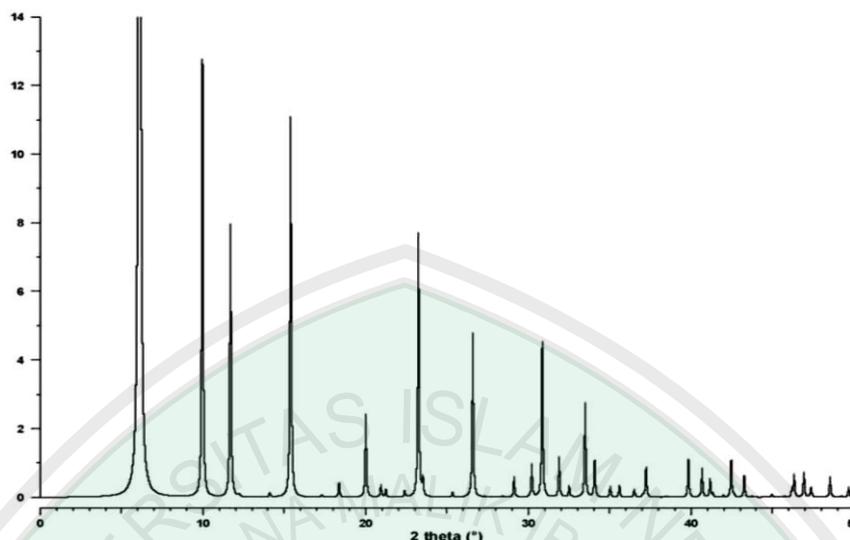
Spektroskopi XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg seperti ditunjukkan pada persamaan 2.1. W.L Bragg menggambarkan difraksi sinar-X oleh kristal ditunjukkan seperti pada Gambar 2.7 (Aji dan Anjar, 2009).

$$n\lambda = 2.d.\sin \theta \dots\dots\dots (2.1)$$

keterangan :

- λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan
- θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

d : Jarak antara dua bidang kisi
 n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan



Gambar 2.8 Karakterisasi zeolit X dari literatur dengan analisa XRD (Treacy dan Higgins, 2001)

Identifikasi spesies dari pola difraksi didasarkan pada posisi garis (dalam θ dan 2θ) dan intensitas relatifnya. Dengan bantuan persamaan Bragg, maka harga d dapat dihitung dari panjang gelombang yang diketahui dan sudut terukur. Intensitas garis tergantung pada jumlah dan jenis pusat atom pemantul yang ada pada setiap lapisan. Identifikasi kristal dilakukan secara empiris dimana diperlukan data standar mengenai harga d dan garis intensitas dari senyawa murni. Dengan mengukur intensitas dari garis difraksi dan membandingkannya dengan standar maka analisi kuantitatif dari campuran kristal dapat dilakukan (Skoog dan West, 1980). Dari hasil XRD zeolit X literatur pada Gambar 2.8, diketahui bahwa tiga puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$, $10,7^\circ$, dan $15,4^\circ$ (Ulfah, dkk., 2006).

Teknik difraksi hanya memberikan tampilan data-data dari struktur. Perubahan panjang kerangka mempengaruhi posisi puncak difraktogram.

Misalnya, penggantian ikatan Al-O ($1,69 \text{ \AA}$) dengan ikatan yang lebih pendek Si-O ($1,61 \text{ \AA}$) menyebabkan unit-unit sel mengkerut. Hal ini akan menyebabkan menurunkan jarak d dan menggeser puncak difraksi ke arah 2θ yang lebih tinggi (Hamdan, 1992).

Beberapa informasi yang dapat diperoleh dari XRD adalah sebagai berikut (Ginting, dkk, 2005) :

- a. Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang (d_{hkl}), struktur kristal dan orientasi dari sel satuan.
- b. Intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan.
- c. Bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalis dan ketidaksempurnaan kisi.

Data hasil analisis XRD juga dapat dilakukan *refinement* (penghalusan) dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica*. Pada metode *Le Bail* intensitas dari berbagai macam pemantulan sinar dihitung dengan menggunakan suatu model acuan struktur yang sesuai. Dalam metode *Le Bail* ini dilakukan pergeseran nilai-nilai parameter kisi sehingga dihasilkan kemiripan struktur yang maksimal antara hasil difraksi sinar-X yang dihasilkan dengan struktur model acuan yang digunakan. Nilai-nilai parameter kisi tersebut, hasil dari pergeseran yang dilakukan akan menjadi parameter kisi dari difraksi sinar-X serbuk hasil eksperimen (Rusli, 2011).

Kemiripan nilai parameter kisi yang dihasilkan dari metode *Le Bail* dengan parameter kisi standar merupakan indikator bahwa struktur hasil sintesis

memiliki struktur mirip dengan standar (Rusli, 2011). Menurut Wijayanti (2007) menyatakan bahwa kualitas penghalusan dengan teori kuadrat terkecil dipengaruhi nilai residu yaitu residu profil (Rp), residu profil berbobot atau *weighted profile* (Rwp), dan *goodness of fit* atau GoF (χ^2).

Residu profil (Rp) dan residu profil berbobot (Rwp) menentukan kualitas penghalusan yang dilakukan, semakin kecil nilai residu yang didapat maka semakin baik proses refinement karena semakin tinggi tingkat kecocokan antara data teoritis dengan data observasi (Putra dan Priyono, 2015). *Goodness of fit* (GoF) adalah suatu model statistika yang menggambarkan kecocokan antara eksperimen dengan standar. Adanya nilai GoF mengindikasikan ketidaksesuaian antara nilai eksperimen dengan standar (Olivares dan Forero, 2010).

Persamaan residual sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$R_P = \frac{\sum_i |I_{io} - I_{ic}|}{\sum_i I_{io}} \dots\dots\dots (2.2)$$

Persamaan *weighted profile* (Rwp) sebagai berikut (Wijayanti, 2007):

$$R_{WP} = \left[\frac{\sum_i w_i (I_{io} - I_{ic})^2}{\sum_i w_i I_{io}^2} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (2.3)$$

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

$$GoF = \left[\frac{R_{wp}}{R_{exp}} \right]^2 \dots\dots\dots (2.4)$$

Menurut Kisi (1994) proses penghalusan sebaiknya dihentikan jika:

- a. Terdapat kesesuaian antara pola difraksi hasil eksperimen dengan teoritis.
- b. Nilai faktor Rp, Rwp dan GoF dapat diterima.
- c. Semua parameter yang dihaluskan memiliki arti fisis.

2.4.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektroskopi inframerah atau *fourier transform infrared (FTIR)* adalah metode analisis yang digunakan untuk identifikasi jenis senyawa dengan berdasarkan spektra absorpsi sinar inframerahnya. Metode ini dapat menentukan komposisi gugus fungsi dari senyawa sehingga dapat membantu memberikan informasi untuk penentuan struktur molekulnya. Sampel yang digunakan dapat berupa padatan, cairan ataupun gas. Analisa dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi (Sibilia, 1996). FTIR banyak digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa bahan kimia organik maupun anorganik yang didasarkan pada vibrasi ikatan molekular dan tipe ikatan molekul (Hayati, 2007).

Karakterisasi zeolit hasil dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain maka molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila menyerap radiasi inframerah. Penyerapan radiasi inframerah merupakan proses kuantisasi dan hanya frekuensi (energi) tertentu dari radiasi inframerah yang akan diserap oleh molekul. Pada spektroskopi inframerah, inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran bila molekul menyerap radiasi inframerah dan energi yang diserap menyebabkan kenaikan pada amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang karakteristik yang berlainan. Akibatnya setiap molekul akan mempunyai spektrum inframerah yang

karakteristik pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lainnya melalui posisi dan intensitas pita serapan, sehingga dapat digunakan untuk penjelasan struktur, identifikasi dan analisis kuantitatif (Sastrohamidjojo, 1992).

Spektra IR daerah tengah yang merupakan karakteristik zeolit dibagi menjadi lima daerah utama, yang masing-masing terkait pada jenis yang spesifik dari model vibrasi adalah sebagai berikut (Widiawati, 2005);

1. Rentangan Asimetri ($1250-900\text{ cm}^{-1}$)

Daerah ini berhubungan dengan rentangan O-Si-O dan O-Al-O. Suatu rentangan asimetri internal dari unit bangun primer memberikan pita serapan kuat pada 1020 cm^{-1} . Puncak yang lebar pada 1100 cm^{-1} disebabkan oleh rentangan asimetri eksternal dari ikatan antar tetrahedral.

2. Rentangan Simetri ($850-680\text{ cm}^{-1}$)

Daerah ini berhubungan dengan rentangan simetrik ikatan O-Si-O dan O-Al-O. Vibrasi eksternal pada bilangan gelombang $780-700\text{ cm}^{-1}$. Pita ini sangat lemah. Model rentangan simetri ini sensitif terhadap perubahan komposisi Si-Al kerangka zeolit. Frekuensi akan bergeser ke arah yang lebih rendah dengan meningkatnya jumlah atom tetrahedral aluminium.

3. Cincin ganda ($610-580\text{ cm}^{-1}$)

Daerah ini berkaitan dengan vibrasi eksternal dari cincin ganda beranggota 4 atau 6 dalam struktur kerangka zeolit. Zeolit yang memiliki cincin ganda 4 atau 6 adalah zeolit Y, X, A, ZK-5, Ω , L, dan kelompok kabsit, sedangkan zeolit yang tidak memiliki cincin ganda adalah zeolit P, W, dan zeolon.

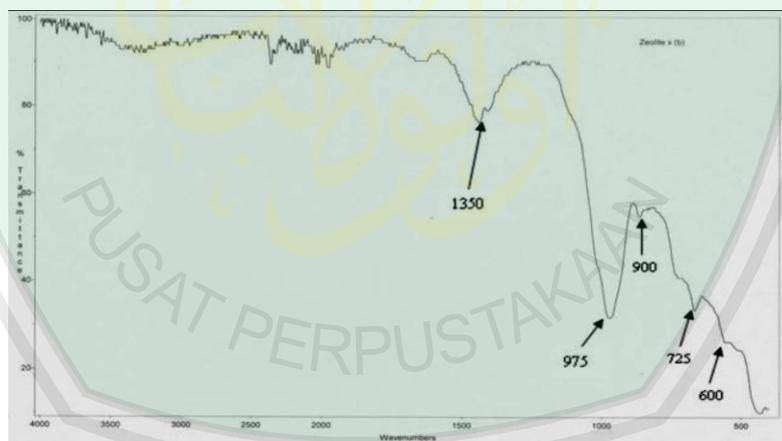
4. Tipe tekukan Si-O atau Al-O ($500-420\text{ cm}^{-1}$)

Daerah ini tidak sensitif terhadap komposisi Si-Al

5. Pembukaan pori

Pita ini berhubungan dengan pergerakan dari cincin tetrahedral yang menyebabkan terjadinya pembukaan pori dalam zeolit. Ini akan tampak jelas atau lebih jelas tergantung tipe struktur zeolit. Pita serapan akan tampak jelas dalam struktur kubik dan menurun dengan menurunnya simetri.

Selain lima daerah utama pada spektra IR daerah tengah, juga terdapat pita serapan dari gugus hidroksil OH. Pita serapan dari ikatan hidrogen pada daerah 3400 cm^{-1} , ikatan OH terisolasi pada daerah 3700 cm^{-1} dan vibrasi tekukan dari molekul air terdapat pada daerah 1645 cm^{-1} (Breck, 1974).



Gambar 2.9 Spektra FTIR zeolit X (Kiti, 2012)

Gambar 2.9 merupakan gambar spektrum IR zeolit X yang menunjukkan adanya serapan IR yang kuat di daerah spektra bawah 1200 cm^{-1} . Puncak yang kuat diamati pada daerah 480 cm^{-1} yang bergeser ke 600 cm^{-1} . Puncak lainnya

yang dapat diamati di daerah 975 dan 1600 cm^{-1} . Hal ini seperti yang disajikan oleh Kwakye (2008) dalam Tabel 2.2, dimana T merupakan Si atau Al:

Tabel 2.2 Ketentuan IR untuk zeolit

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

Sumber: Flanigen, dkk. (1991)

2.5 Sintesis dan Karakterisasi Zeolit dalam Perspektif Islam

Keberadaan alam dan seluruh benda-benda yang terkandung di dalamnya merupakan suatu kesatuan yang tidak terpisahkan. Secara keseluruhan saling membutuhkan, dan saling melengkapi kekurangannya. Kelangsungan hidup dari setiap unsur kekuatan alam terkait dengan keberadaan hidup kekuatan lain. Kejadian alam dan apa yang di dalamnya saling mendukung sehingga ia disebut alam secara keseluruhan. Alam dan apa-apa yang ada di dalamnya seperti makhluk hidup (manusia, hewan, dan tumbuh-tumbuhan) dan benda-benda mati seperti bebatuan, serta kekuatan alam lainnya seperti angin, udara dan iklim hakekatnya adalah bagian dari keberadaan alam.

Al-Qur'an menunjukkan skema bayangan warna yang ditemukan tidak hanya pada makhluk hidup (manusia, hewan, tumbuh-tumbuhan), tetapi tampak pula dalam bebatuan dan barang-barang tambang (mineral), sesuai firman Allah SWT:

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

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

Ayat ini menjelaskan tentang bukti kekuasaan Allah yang berisi ajakan kepada setiap orang untuk berfikir dan memperhatikan ciptaan Allah yang beragam dan beraneka macam. Keanekaragaman itu terjadi tidak hanya pada buah-buahan, melainkan juga gunung-gunung yang memiliki jalur dan garis-garis yang terlihat berwarna putih, merah, dan terlihat hitam pekat. Warna gunung yang bermacam-macam disebabkan adanya perbedaan material yang dikandung oleh gunung-gunung tersebut. Warna merah menunjukkan material yang terkandung adalah besi; warna hitam menunjukkan material batubara; warna kehijauan menunjukkan kandungan perunggu dalam gunung tersebut, dan seterusnya. Meskipun bentuknya beraneka macam, tapi berasal dari materi yang satu dalam perut bumi. Semua itu bertujuan untuk kemudahan dan pemanfaatan umat manusia (Shihab, 2003). Perbedaan warna ini juga terjadi karena perbedaan susunan mineralogisnya. Mineral berwarna putih antara lain alumino-silika, berwarna merah antara lain besi oksida (*hematit*), dan mineral-mineral yang lain (Departemen Agama RI, 2010).

Ayat di atas menunjukkan bahwa kandungan material anorganik, seperti silika terdapat di dalam gunung. Abu vulkanik Gunung Kelud memiliki kandungan silika yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit X. Sintesis zeolit dari abu vulkanik Gunung Kelud merupakan salah satu usaha manusia untuk berpikir mengenai segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah,

sehingga bahan alam yang ada dapat dimaksimalkan potensinya menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat.

Zeolit sintesis yang dihasilkan kemudian diuji menggunakan metode difraksi sinar-X. Difraksi sinar-X merupakan metode yang digunakan untuk mengetahui karakteristik dari suatu mineral berupa struktur dan ukuran kristal. Sinar-X merupakan cahaya yang dihasilkan dari tumbukan elektron bertegangan tinggi dengan sebuah target berupa Cu, Cr, Co, Mo, ataupun W (Purnomo, 2013). Difraksi sinar-X merupakan metode dengan memanfaatkan cahaya berenergi tinggi atau bergelombang pendek untuk berinteraksi dengan materi, sehingga terjadi penghamburan sinar-X oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan, seperti parameter kisi, tipe struktur, dan ukuran kristal (Goldberg, dkk., 2004 dan Smallman, 2000).

Besar kecilnya ukuran suatu kristal maupun strukturnya merupakan suatu ketetapan yang telah ditetapkan oleh Allah SWT. Sebagaimana firman Allah SWT:

وَالْأَرْضَ مَدَدْنَاهَا وَأَلْقَيْنَا فِيهَا رَوَاسِيَ وَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ شَيْءٍ مَّوْزُونٍ ﴿١٩﴾

“Dan Kami telah menghamparkan bumi dan menjadikan padanya gunung-gunung dan Kami tumbuhkan padanya segala sesuatu menurut ukuran” (QS. Al-Hijr: 19).

Pada ayat di atas telah dijelaskan bahwa Allah SWT telah menetapkan segala sesuatu sesuai dengan ukuran tertentu, sesuai takaran yang tepat dan bukan terjadi secara kebetulan. Manusia tidak mampu menentukan ukuran dan karakteristik suatu kristal yang diinginkan. Namun manusia mampu mempelajari dan menghitung ukuran suatu kristal dengan metode atau teknik yang sudah

ditemukan dan menetapkan ukuran maupun karakteristik suatu kristal sesuai dengan yang telah dipelajari. Karakteristik suatu kristal yang telah diketahui dapat dijadikan acuan untuk mengetahui aktivitas katalitiknya.

Ukuran kristal yang dihasilkan akan berpengaruh terhadap aktivitas katalitiknya. Luas permukaan zeolit akan semakin besar dengan semakin kecilnya ukuran zeolit menyebabkan laju reaksi menjadi semakin besar. Dengan kriteria tersebut, zeolit yang dihasilkan dalam penelitian ini diharapkan dapat memiliki aktivitas katalitik yang tinggi (Goncalves, dkk., 2008).

Sintesis zeolit ini merupakan salah satu upaya untuk memaksimalkan potensi abu vulkanik menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat. Abu vulkanik yang telah di proses menjadi zeolit dapat berfungsi sebagai penjernih air, penukar kation, katalis dan lain-lain. Penelitian ini diharap mampu menjadi stimulus bagi setiap orang untuk berusaha dan mengembangkan inovasi-inovasi baru dalam memanfaatkan kekayaan alam.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Mei 2015 sampai bulan Agustus 2015 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang dan Laboratorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, neraca analitik, ayakan 200 mesh, lemari asam, botol teflon tertutup, *stirrer*, spatula, *hot plate*, corong *buchner*, oven, cawan porselen, botol akuades, *stopwatch*, pH universal, *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR, Shimadzu 8400), *X-Ray Diffraction* (XRD, Philip E'xpert Pro), dan *X-Ray Fluoresence* (XRF, PAN analytical type minipal 4).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah abu vulkanik Gunung Kelud sebagai sumber silika, akuades, asam klorida, natrium hidroksida, aluminat (Al_2O_3) sebagai sumber alumina, *tetraethyl orthosilicate* (TEOS) sebagai sumber bibit silika, dan kertas saring.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang akan dilakukan adalah untuk mengetahui karakter sintesis zeolit X dari abu vulkanik menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al. Sintesis zeolit X ini menggunakan metode dari Masoudian, dkk. (2013) yang menggunakan komposisi molar $4,5\text{Na}_2\text{O}:\text{xAl}_2\text{O}_3: 3\text{SiO}_2:315\text{H}_2\text{O}$, nilai $x = 1; 1,5$ dan 2 . Kemudian diaduk dengan *stirrer* selama 30 menit, lalu dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi pada suhu $75\text{ }^\circ\text{C}$ selama 4 jam dalam oven. Selanjutnya padatan yang terbentuk dikeringkan dalam oven selama semalam pada suhu $120\text{ }^\circ\text{C}$. Sebagai pembanding digunakan zeolit X yang disintesis dengan penambahan TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) pada hasil rasio molar terbaik. Zeolit X hasil sintesis akan dianalisis kristalinitasnya menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi zeolit X hasil sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang akan dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi abu vulkanik yang dilanjutkan dengan karakterisasi:
 - a. XRF (*X-Ray Fluorescence*)
 - b. XRD (*X-Ray Diffraction*).
2. Sintesis zeolit X pada variasi rasio molar Si/Al = 1; 1,5, dan 2.
3. Sintesis zeolit X dengan penambahan TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) pada rasio molar Si/Al terbaik.
4. Karakterisasi:
 - a. XRD (*X-Ray Diffraction*)

b. FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*).

5. Analisis data.

3.5 Prosedur Penelitian

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

Sampel abu vulkanik yang digunakan berasal dari Desa Pandesari RT 15 RW 01, Kecamatan Pujon, Kabupaten Malang yang berjarak sekitar 20,4 km arah barat daya dari Gunung Kelud. Pengambilan silika dari abu vulkanik dapat dilakukan dengan cara abu vulkanik dijemur di bawah terik matahari selama 2 hari agar kering, lalu diayak dengan saringan 200 mesh untuk menghilangkan kotoran (pasir atau kerikil) yang mungkin ada saat proses pengambilan. Abu vulkanik kemudian dicuci dengan HCl 1M dengan perbandingan 1:10 (*b/v*) dan *distirrer* pada suhu ruang selama 2 jam. Hasil pencucian disaring menggunakan corong *buchner* dan dicuci dengan akuades sampai pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu 105 °C selama 24 jam. Selanjutnya abu vulkanik dikarakterisasi menggunakan XRF untuk menghitung persentase SiO₂ serta menggunakan XRD untuk melihat tingkat kristalinitasnya.

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

Komposisi molar yang digunakan yaitu: $4,5\text{Na}_2\text{O}:x\text{Al}_2\text{O}_3:3\text{SiO}_2:315\text{H}_2\text{O}$, nilai $x = 1; 1,5$ dan 2 . Prekursor awal dibuat sesuai dengan komposisi masing-masing bahan pada Tabel 3.2. Masing-masing bahan dilarutkan menggunakan akuades (H₂O). Total akuades (H₂O) keseluruhan untuk melarutkan semua bahan adalah 279,268 mL. Masing-masing larutan dicampurkan menjadi satu yang

selanjutnya disebut dengan larutan campuran. Setelah itu, *distirrer* selama 30 menit sampai campuran homogen. Kemudian campuran dengan perbandingan molar tersebut dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang. Selanjutnya campuran tersebut dipindahkan ke dalam botol teflon tertutup dan dikristalisasi dalam oven selama 4 jam pada suhu 75 °C. Kristal zeolit yang terbentuk disaring menggunakan corong *buchner* dan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat < 10, kemudian padatan zeolit dikeringkan pada suhu 120°C selama semalam dalam oven. Sebagai pembanding dilakukan sintesis zeolit X dengan penambahan bibit silika dari TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) sebanyak 1 % dari berat SiO₂ pada larutan campuran sebelum *distirrer* pada rasio molar terbaik hasil sintesis zeolit X. Selanjutnya produk hasil sintesis dilakukan karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitasnya dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi produk hasil sintesis.

Tabel 3.1 Komposisi rasio molar sintesis zeolit X dari abu vulkanik dengan variasi rasio molar SiO₂/Al₂O₃ (1 : 1,5 : 2)

Rasio	Komposisi Molar Sintesis Zeolit X	Simbol
1	4,5 Na ₂ O: 1 Al ₂ O ₃ : 3 SiO ₂ : 315 H ₂ O	X-1
1,5	4,5 Na ₂ O: 1,5 Al ₂ O ₃ : 3 SiO ₂ : 315 H ₂ O	X-2
2	4,5 Na ₂ O: 2 Al ₂ O ₃ : 3 SiO ₂ : 315 H ₂ O	X-3

Berdasarkan Tabel 3.1. maka dapat dihitung jumlah bahan yang digunakan untuk mensintesis zeolit X pada Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Komposisi bahan sintesis zeolit dari abu vulkanik dengan variasi rasio molar SiO₂/Al₂O₃ (1 : 1,5 : 2) dengan (1/50) resep

Rasio	NaOH	SiO ₂	Al ₂ O ₃	H ₂ O
1	7,273 gram	10,213 gram	6,12 gram	111,707 mL
1,5	7,273 gram	10,213 gram	4,08 gram	111,707 mL
2	7,273 gram	10,213 gram	3,06 gram	111,707 mL

3.5.3 Karakterisasi

3.5.3.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi komponen kimia dari abu vulkanik dilakukan dengan menggunakan *instrument* XRF. Karakterisasi ini dilakukan dengan cara sebagai berikut: sampel yang dikarakterisasi dihaluskan kemudian diletakkan dalam tempat sampel (*sample holder*), dan disinari dengan sinar-X. Selanjutnya akan diperoleh data berupa presentase unsur yang terkandung pada sampel yang diuji.

3.5.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap abu vulkanik dan zeolit X hasil sintesis variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5; 2 serta zeolit X hasil sintesis dengan penambahan bibit. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X menggunakan radiasi Cu-K α pada λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA dengan sudut 2θ sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik. Hasil difraktogram yang diperoleh akan dibandingkan dengan difraktogram standar dari referensi yang diambil dari JCPDS (*Join Comitte on Powder Diffraction Standarts*) dalam bentuk *Powder Diffraction File* (Treacy dan Higgins, 2001).

3.5.3.3 Analisis Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap zeolit X hasil sintesis variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5; 2 dan zeolit X hasil sintesis dengan penambahan bibit. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus

menggunakan mortal dari batu *agate* dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan FTIR. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi pada zeolit X hasil sintesis.

3.5.4 Analisis Data

Zeolit X hasil sintesis dengan variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2 serta dengan penambahan bibit silika dilakukan perbandingan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap karakter yang dihasilkan.

3.5.4.1 Analisis Jarak Antarpartikel

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

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \dots\dots\dots (3.1)$$

keterangan :

- d_{hkl} : Jarak antar bidang atom dalam kristal (Å)
- λ : Panjang gelombang radiasi (nm)
- θ : Sudut peristiwa sinar-X

3.5.4.2 Analisis Ukuran Kristal

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka ukuran atau ketebalan kristal dapat ditentukan menggunakan persamaan 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*)/Integrasi luas puncak refleksi (radian)
 θ : Sudut peristiwa sinar-X

3.5.4.3 Penentuan Parameter Kisi Menggunakan Program Rietica dengan Metode Le Bail

Proses *refinement* dilakukan terhadap data XRD dengan menggunakan program *Rietica*. Analisis penghalusan (*refinement*) dengan program *Rietica* dilakukan dengan cara memasukkan dua jenis data yakni data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X. Data parameter struktur adalah data masukan model perhitungan yang diambil dari referensi sebagai JCPDS acuan (Treacy dan Higgins, 2001). Sedangkan data intensitas berasal dari intensitas difraksi sinar-X material. Kemudian kedua data parameter struktur dan intensitas difraksi sinar-X dari cuplikan tersebut dianalisis dengan metode *Le Bail* menggunakan program *Rietica* secara *trial and error* hingga diperoleh nilai yang konvergen.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

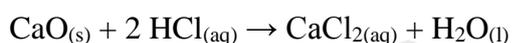
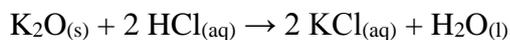
Bab ini akan membahas tentang sintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud yang meliputi tahap pencampuran bahan, pemeraman, kristalisasi (hidrotermal), pencucian zeolit, dan pengeringan. Zeolit X hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dan kemurnian zeolit X dan analisis gugus fungsi zeolit X dengan FTIR. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh variasi rasio molar Si/Al dan penambahan bibit silika (TEOS) terhadap karakter zeolit X sintesis menggunakan metode sol-gel.

4.1 Preparasi Abu Vulkanik

Zeolit dapat disintesis dari bahan baku yang mengandung sumber alumina dan silika. Sumber silika yang digunakan pada penelitian ini berasal dari abu vulkanik Gunung Kelud. Sampel abu vulkanik ini mempunyai sifat fisik berwarna abu-abu gelap. Preparasi abu vulkanik dimulai dengan penjemuran di bawah terik matahari untuk menghilangkan kadar air dan mempermudah dalam proses pengayakan. Abu vulkanik kemudian diayak menggunakan saringan 200 mesh untuk menyeragamkan ukuran partikel.

Abu vulkanik selanjutnya dicuci menggunakan HCl 1 M dengan perbandingan 1:10 (*b/v*) dan diaduk menggunakan *stirrer* pada suhu ruang selama 2 jam. Pencucian dilakukan untuk melarutkan oksida lain selain SiO₂ berupa oksida-oksida logam yang terdapat dalam abu vulkanik seperti P₂O₅, Na₂O, Fe₂O₃, MgO, K₂O, dan CaO (Kalapathy, dkk., 2000 dan Widati, dkk., 2010). Penggunaan HCl ini dikarenakan SiO₂ relatif tidak reaktif terhadap Cl₂, H₂, asam-asam dan

sebagian besar logam pada suhu 25 °C atau pada suhu yang lebih tinggi (Cotton, 1989). Reaksi pelarutan oksida logam terhadap HCl menurut Pratomo, dkk. (2013) adalah sebagai berikut:



Abu vulkanik kemudian dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa HCl, mineral dan kation-kation terlarut yang ada pada padatan. Abu vulkanik selanjutnya dikeringkan pada suhu 105 °C untuk menghilangkan kadar air.

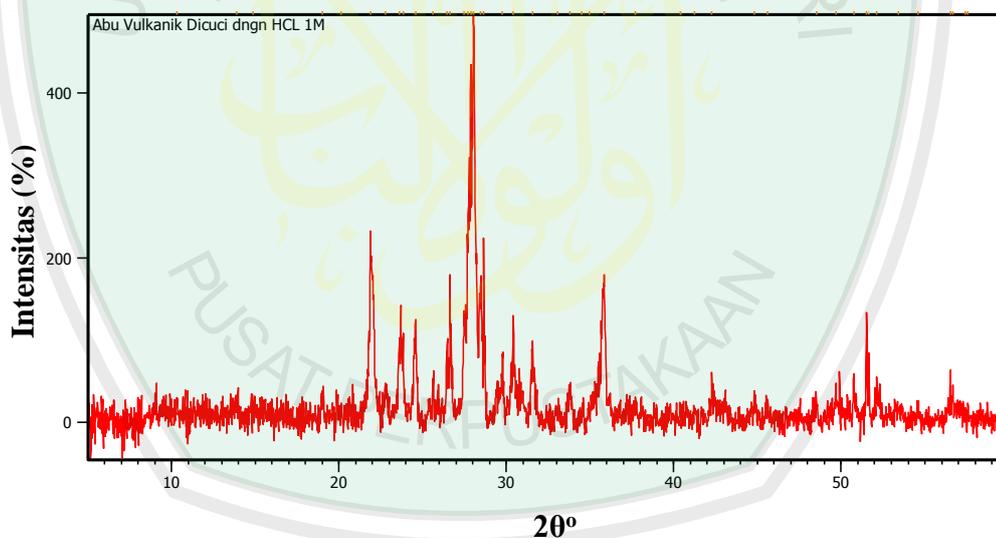
Abu vulkanik sebelum dan setelah dicuci dengan HCl 1 M kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF. Hal ini bertujuan untuk mengetahui perubahan persentase kandungan SiO₂ pada abu vulkanik sebelum dan setelah dicuci.

Tabel 4.1 Komposisi kimia abu vulkanik dengan metode XRF

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

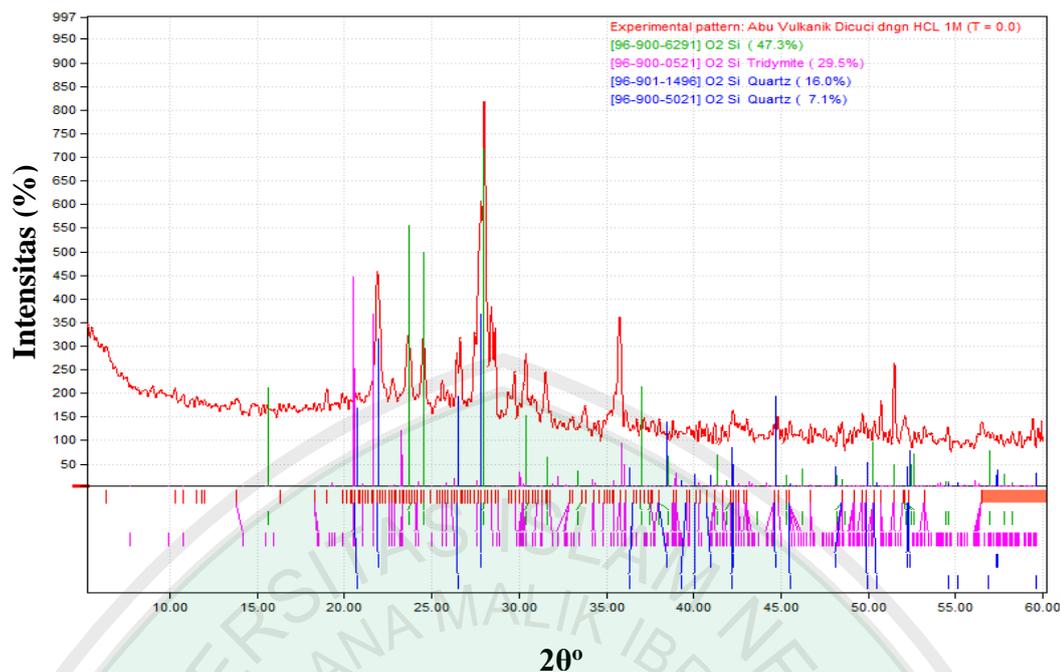
Berdasarkan analisis hasil XRF pada Tabel 4.1, kandungan unsur Si (silika) dalam abu vulkanik sebelum pencucian dengan HCl 1 M sebesar 22,2 % dan setelah dicuci dengan HCl 1 M mengalami kenaikan sebesar 35,3 %. Hal ini menunjukkan bahwa pencucian dengan asam dapat menurunkan kandungan logam di dalamnya, sehingga dapat menaikkan persentase kandungan unsur Si dalam abu vulkanik.

Selanjutnya abu vulkanik hasil pencucian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui tingkat kristalinitasnya pada sudut $2\theta = 5-50^\circ$. Hasil difraktogram abu vulkanik diperlihatkan pada Gambar 4.1, menunjukkan bahwa puncak-puncak yang intensitasnya tajam terjadi pada daerah 2θ berturut-turut = $21,89^\circ$; $23,83^\circ$; $24,57^\circ$; $27,86^\circ$; $28,04^\circ$; $30,41^\circ$; dan $35,82^\circ$.



Gambar 4.1 Hasil difraktogram abu vulkanik setelah pencucian dengan HCl 1 M

Data difraktogram abu vulkanik selanjutnya dianalisis menggunakan program Match! 2 untuk mengetahui fase mineral yang mendominasi abu vulkanik. Hasil analisis fase mineral menggunakan program Match! 2 ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2. Hasil analisis fase mineral abu vulkanik menggunakan program Match! 2

Gambar 4.2 menunjukkan puncak-puncak yang intensitasnya tinggi mempunyai fase mineral *quartz* pada $2\theta = 21,89^\circ$; $27,86^\circ$; dan $28,04^\circ$. Fase mineral *tridymite* terdapat pada $2\theta = 35,82^\circ$. Puncak pada $2\theta = 23,83^\circ$; $24,57^\circ$; dan $30,41^\circ$ merupakan SiO_2 . Hasil ini menunjukkan bahwa SiO_2 dalam abu vulkanik bersifat semi amorf, karena puncak SiO_2 kristalin berjumlah sedikit. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi silika amorf lebih reaktif daripada silika kristalin karena adanya gugus hidroksil (silanol) (Kirk dan Othmer, 1984). Oleh karena itu, silika abu vulkanik dapat dijadikan sumber silika dalam sintesis zeolit X.

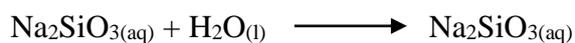
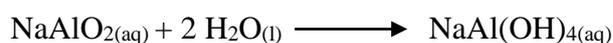
4.2 Sintesis Zeolit X dengan Metode Sol-Gel

Zeolit X telah disintesis menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5; 2 serta dengan penambahan TEOS pada rasio molar terbaik. Sintesis zeolit merupakan proses pembuatan zeolit yang memiliki kemiripan sifat

fisik dan kimia dengan zeolit alam. Sintesis zeolit meliputi beberapa tahapan diantaranya pencampuran bahan, pemeraman, kristalisasi (hidrotermal), pencucian zeolit, dan pengeringan.

Metode sol-gel merupakan suatu proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair (gel) (Fernandez, 2011). Langkah pertama yang dilakukan adalah menimbang reaktan-reaktan sesuai dengan jumlah perhitungan secara stoikiometris (Lampiran 2). Komposisi molar yang digunakan mengacu pada penelitian Masoudian, dkk. (2013) sebesar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, dimana nilai x merupakan variasi rasio molar Si/Al yakni 1; 1,5 dan 2.

Sintesis zeolit dilakukan dengan cara melarutkan bahan-bahan dengan akuades. Bahan yang terlarut dengan air kemudian dicampurkan dengan larutan NaOH sehingga membentuk larutan natrium aluminat dan natrium silikat. Larutan natrium aluminat dan natrium silikat kemudian dicampur dan diaduk menggunakan *stirrer* selama 30 menit sampai campuran homogen. Pada proses pencampuran bahan-bahan tersebut terjadi reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012):



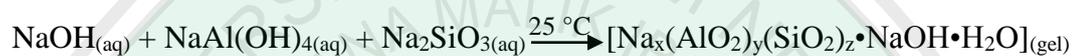
Reaksi tersebut merupakan tahap hidrolisis pada sintesis zeolit. Reaksi yang terjadi yaitu bahan prekursor terhidrolisis dengan penambahan air pada

kondisi basa menghasilkan sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya), kemudian dilanjutkan dengan proses polikondensasi, pada tahapan ini terjadi transisi sol menjadi gel.

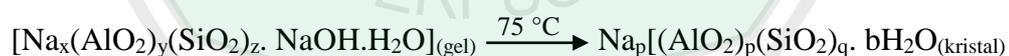
Sintesis zeolit ini dipengaruhi oleh ion-ion yang ada dalam campuran tersebut. Pada pH basa akan terbentuk spesies $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yang berinteraksi membentuk polimer silika alumina, sehingga mempengaruhi laju nukleisasi dan pertumbuhan kristal (Hamdan, 1992 dan Arryanto, 2001). Hal ini dikarenakan pada tingkat kebasaaan yang berbeda akan ditemukan spesies yang berbeda, sehingga jenis kation anion yang ada pada sintesis zeolit dipengaruhi oleh pH larutan. Apabila sintesis zeolit dilakukan pada larutan asam dengan pH 1 – 4, maka kation alumunium oktahedral $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ merupakan spesies yang dominan. Kation tersebut tidak berkaitan dengan pembentukan polimer silika alumina, sehingga menghambat laju pembentukan zeolit. Pada pH > 6 akan terbentuk anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ atau AlO_2^- yang merupakan anion pembentuk zeolit. Spesies aluminat $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ mempunyai konsentrasi optimum pada pH = 9 atau di atasnya. Kerangka zeolit juga dipengaruhi oleh keberadaan spesies dari silikat. Pada pH > 12 akan terbentuk $\text{Si}(\text{OH})_4$ dengan konsentrasi optimum. Spesies Si^{4+} merupakan spesies utama dalam pembentukan kerangka zeolit (Warsito, dkk., 2008). Pada penelitian ini pH yang digunakan pada saat pencampuran bahan adalah 14, sehingga diharapkan reaksi pembentukan zeolit dapat berjalan secara optimum.

Langkah selanjutnya dilakukan proses pemeraman campuran bahan sintesis selama 1 jam. Pemeraman merupakan suatu proses dimana gel yang telah disiapkan pada suhu kamar selama beberapa waktu (Widiawati, 2005). Proses

tersebut merupakan tahapan yang berperan penting dalam sintesis zeolit karena meliputi proses pembentukan gel yang merupakan awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal (Warsito, dkk., 2008). Jaringan gel yang terbentuk bersifat kaku, kuat, dan menyusut dalam larutan. Pembentukan gel ini menunjukkan adanya interaksi antara silikat dan aluminat dimana terjadi perubahan fase sol menjadi fase gel. Pada proses pemeraman tersebut hasil yang diperoleh berupa suspensi berwarna coklat. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Ojha, dkk., 2004):



Setelah terbentuk gel dari hasil pemeraman kemudian dilanjutkan dengan hidrotermal pada suhu 75°C selama 4 jam. Proses hidrotermal bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal zeolit (Warsito, dkk., 2008). Kristalisasi pada pembentukan zeolit dicapai dari fase larutan menjadi fase gel kemudian menjadi fase padatan. Proses tersebut terjadi secara kontinyu diawali dengan reaksi kondensasi dan diikuti oleh polimerisasi larutan jenuh membentuk ikatan Si-O-Al (Hamdan, 1992). Reaksi yang terjadi dalam proses hidrotermal yaitu (Zhely dan Widiastuti, 2012):



Pada tahap pembentukan kristal, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya yang teratur membentuk susunan yang lebih teratur dengan adanya pemanasan, sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa, dan larutan lewat jenuh pada keadaan metastabil. Jika gel amorf sisa larut kembali,

maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti tersebut sampai gel amorf sisa habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil (Warsito, dkk., 2008).

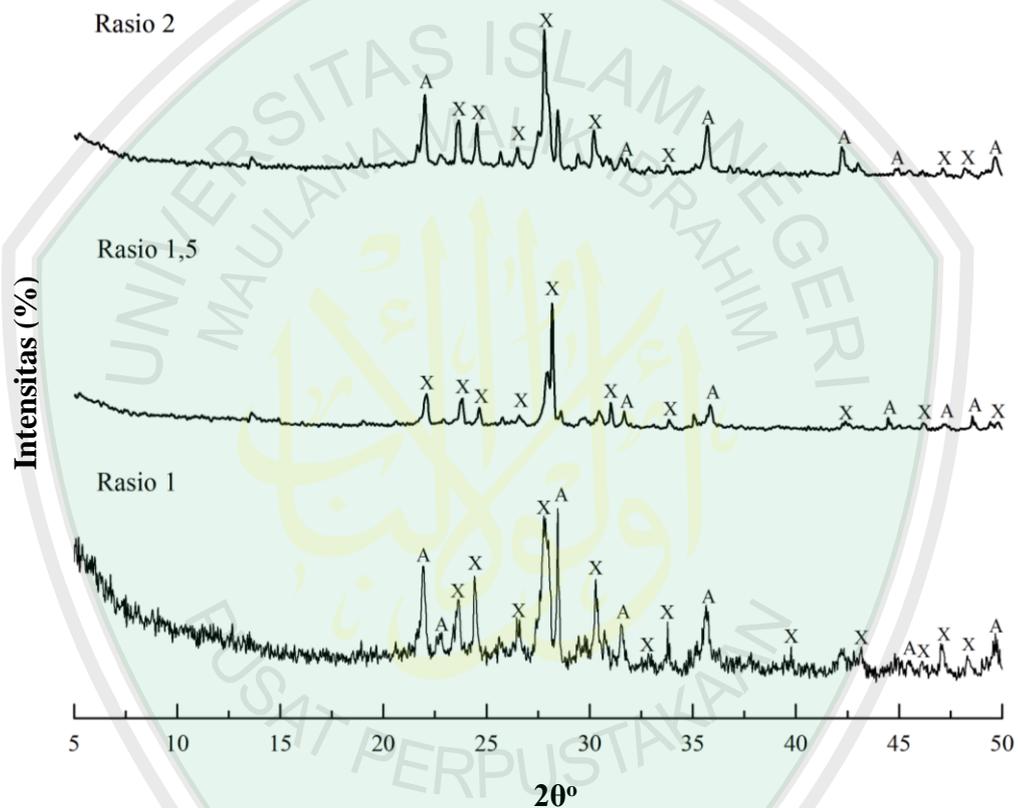
Selanjutnya kristal zeolit dicuci dengan akuades untuk menghilangkan material selain zeolit yang mungkin ada pada saat pembentukan zeolit sampai pH 8. Tahap terakhir yaitu pengeringan pada suhu 120 °C yang bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori zeolit. Warna dasar dari sumber silika mempengaruhi warna zeolit sintesis. Zeolit sintesis yang terbentuk berupa padatan berwarna abu-abu.

4.3 Karakterisasi Zeolit Sintesis dengan *X-Ray Diffraction*

Analisis kualitatif ini dilakukan pada kondisi operasi radiasi Cu-K α dengan sudut 2θ sebesar 5 – 50°. Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk menentukan tingkat kristalinitas dan kemurnian dari zeolit sintesis dengan cara mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral yang menyusun sampel. Analisis hasil XRD dilakukan dengan membandingkan puncak-puncak difraksi mineral-mineral tertentu dengan JCPDS (*Joint Commitee Powder on Diffraction Standarts*) yang dapat dilihat pada Lampiran 7. Difraktogram zeolit sintesis diperlihatkan pada Gambar 4.3.

Berdasarkan hasil difraktogram pada Gambar 4.3 diketahui bahwa zeolit sintesis yang didapat merupakan zeolit campuran, ditandai dengan adanya puncak zeolit X dan zeolit A, sehingga zeolit X yang disintesis belum murni. Hal ini disebabkan karena pembentukan kerangka faujasit dapat mengalami keadaan metastabil (mudah berubah) dan zeolit X sangat kompetitif dengan zeolit A. Kestabilan zeolit juga dipengaruhi oleh strukturnya, pembentukan zeolit X

membutuhkan energi yang lebih tinggi dibandingkan zeolit A karena SBU zeolit X lebih rumit yaitu D6R dibandingkan zeolit A yang unit pembangunnya yaitu D4R. Maka dari itu, sintesis zeolit X ini dilakukan dalam waktu yang lebih singkat yaitu 4 jam untuk mencegah terbentuknya zeolit A, karena semakin lama waktu hidrotermal menyebabkan intensitas zeolit A semakin tinggi (Nikmah, dkk., 2008).



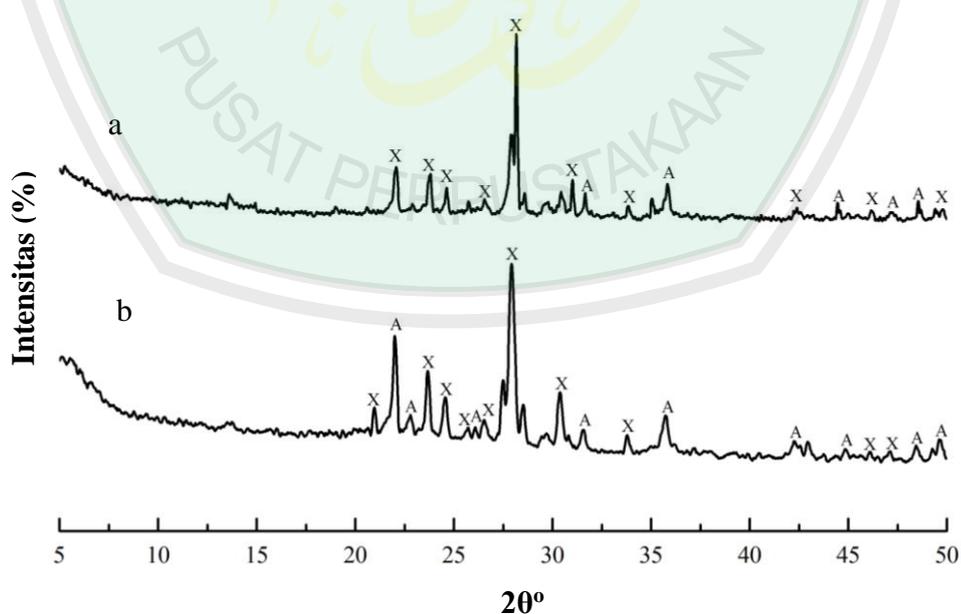
Gambar 4.3 Difraktogram zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2

Zeolit X merupakan fase yang paling dominan terbentuk pada setiap rasio zeolit sintesis. Jumlah puncak zeolit X yang terbentuk semakin berkurang dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Jumlah puncak zeolit X pada rasio 1; 1,5; dan 2 berturut-turut berjumlah 12, 10, dan 8. Puncak zeolit A juga yang semakin berkurang intensitasnya seiring dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Akan

tetapi, pada rasio 1,5 mempunyai jumlah campuran zeolit A paling sedikit, sehingga zeolit X paling murni didapat pada rasio 1,5.

Kristalinitas zeolit X semakin tinggi dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Akan tetapi, kristalinitas zeolit X tertinggi terjadi pada rasio 1,5 sehingga kristalinitas zeolit X rasio 1,5 > rasio 2 > rasio 1. Perbedaan kristalinitas ini terjadi karena jumlah bidang kristal yang dihasilkan pada masing-masing rasio berbeda. Sampel yang mampu memantulkan sinar lebih banyak akan menghasilkan intensitas yang tinggi, sehingga kristalinitas dari zeolit X semakin meningkat (Armaroli, dkk., 2006 dan Kholifah, dkk., 2009).

Hasil sintesis terbaik pada penelitian ini adalah pada rasio molar Si/Al 1,5 dibandingkan dengan rasio molar Si/Al 1 dan 2. Hasil terbaik ini disintesis kembali dengan penambahan TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) sebagai bibit silika sebanyak 1 % dari berat SiO₂. Hasil difraktogram sintesis zeolit dengan penambahan TEOS ditunjukkan pada Gambar 4.4



Gambar 4.4 Difraktogram zeolit X rasio molar Si/Al 1,5 (a) tanpa penambahan TEOS dan (b) dengan penambahan TEOS

Gambar 4.4 menunjukkan bahwa penambahan TEOS menyebabkan terjadinya penurunan kristalinitas dari zeolit X, akan tetapi memunculkan puncak-puncak zeolit yang baru. Zeolit A semakin banyak terbentuk dengan adanya penambahan bibit silika, sehingga penambahan TEOS tidak meningkatkan terbentuknya zeolit X yang lebih murni. Akan tetapi, zeolit X masih merupakan fase yang paling dominan terbentuk, ditandai adanya puncak dengan intensitas tertinggi pada $2\theta = 27,9112^\circ$. Secara umum sintesis zeolit dari bahan alam cenderung menghasilkan zeolit campuran karena adanya pengaruh dari logam-logam pengotor yang terdapat dari sumber silikanya.

Analisis kualitatif zeolit sintesis berkaitan dengan jumlah puncak zeolit yang terbentuk. Semakin banyak puncak zeolit X yang terbentuk dan semakin sedikitnya puncak zeolit A, maka semakin besar kemurnian dari zeolit X. Sedangkan, analisis kuantitatif dilakukan untuk mengetahui persentase komposisi penyusun dari zeolit sintesis. Berdasarkan data hasil XRD diperoleh bahwa semua produk sintesis terbentuk dua tipe zeolit yaitu zeolit X dan A. Hasil analisis kuantitatif komposisi zeolit sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil analisis kuantitatif komposisi zeolit sintesis

Produk	Komposisi Zeolit Sintesis (%)	
	Zeolit A	Zeolit X
Zeolit Sintesis Rasio 1	29,350	70,650
Zeolit Sintesis Rasio 1,5	21,940	78,060
Zeolit Sintesis Rasio 2	37	63
Zeolit Sintesis Rasio 1,5 + TEOS	32,815	67,185

Berdasarkan Tabel 4.2 diperoleh persentase komposisi penyusun pada setiap produk zeolit sintesis berbeda-beda. Persentase kemurnian zeolit X tertinggi terdapat pada rasio 1,5 dibandingkan dengan zeolit sintesis dengan rasio yang lain yaitu sebesar 78,060 %. Secara umum, persentase kemurnian dari zeolit X

berkurang seiring dengan bertambahnya rasio Si/Al, hal ini dikarenakan semakin berkurangnya jumlah puncak dari zeolit X yang terbentuk. Akan tetapi, pada rasio 1,5 mempunyai jumlah puncak zeolit A paling sedikit, sehingga persentase zeolit X tertinggi terdapat pada rasio 1,5.

Penambahan TEOS pada rasio 1,5 menghasilkan komposisi zeolit X sebesar 67,185 %, sehingga penambahan TEOS tidak menambah kemurnian zeolit X. Hal ini dikarenakan penambahan TEOS menyebabkan semakin banyaknya puncak zeolit A yang terbentuk, sehingga menurunkan persentase dari zeolit X.

Sebagai analisis lanjut, dilakukan *refinement* (penghalusan struktur) untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dan struktur produk dari material yang disintesis. *Refinement* dilakukan dengan metode Le Bail menggunakan program Rietica. Analisis dilakukan untuk mengetahui derajat kesesuaian antara data eksperimen dan data standar dengan hasil *refinement* yang tinggi. Model awal atau *input* yang digunakan adalah zeolit X standar yang mempunyai grup ruang $Fd\bar{3}$ dan kisi kristal kubik dengan parameter sel $a=b=c=25,028$ (Å), dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001).

Data parameter struktur material zeolit sintesis yang berupa hasil *refinement* akhir menggunakan *Rietica* disajikan pada Tabel 4.3. Nilai parameter kisi antara data standar dengan data olahan program mengalami sedikit perubahan, hal ini disebabkan adanya pergeseran atau perbedaan sudut difraksi (Istiqomah, dkk., 2014). Hasil penghalusan struktur menghasilkan derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen. Hal ini ditunjukkan dengan nilai kesesuaian *goodness-of-fit* (GoF) berkisar antara 1 - 3 %. Widodo dan Darminto (2010) menyatakan bahwa secara umum pencocokan (*fitting*) dengan metode Le Bail bisa dinyatakan

acceptable (bisa diterima) apabila nilai GoF (χ^2) kurang dari 4 %. Selain itu, keberhasilan penghalusan juga ditunjukkan dengan parameter nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) yang merupakan nilai residu kesalahan (Yashinta, 2011). Jika nilai mendekati 0 menunjukkan semakin miripnya kurva intensitas hasil penelitian dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bisa diterima jika ≤ 20 %.

Tabel 4.3 Parameter sel satuan zeolit X rasio 1; 1,5; 2 serta penambahan TEOS menggunakan program Rietica dengan metode Le Bail

Parameter	Rasio 1	Rasio 1,5	Rasio 2	Rasio 1,5 + TEOS
Grup ruang	<i>Fd3</i>	<i>Fd3</i>	<i>Fd3</i>	<i>Fd3</i>
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik	Kubik
Satuan asimetrik (Z)	1	1	1	1
a (Å)	25,612293	24,937561	25,084824	25,147282
b (Å)	25,612293	24,937561	25,084824	25,147282
c (Å)	25,612293	24,937561	25,084824	25,147282
α	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
β	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
γ	90,00°	90,00°	90,00°	90,00°
V (Å ³)	168,013962	155,082184	157,845840	159,027832
Rp (%)	13,31	16,87	16,31	14,42
Rwp (%)	10,40	15,98	17,17	13,18
GoF (χ^2)	1,285	1,406	3,146	2,446

4.3.1 Jarak Antarpartikel

Analisis jarak antarpartikel digunakan sebagai data pendukung hasil karakterisasi zeolit. Jarak antarpartikel dihitung menurut pada hukum Bragg. Difraksi sinar-X dapat terjadi ketika hukum Bragg telah terpenuhi. Secara praktis nilai n pada persamaan Bragg bernilai 1, sehingga digunakan persamaan $2d \sin \theta = \lambda$. Dengan menghitung nilai d dari rumus Bragg tersebut dapat ditentukan jarak antarpartikel tiap-tiap bidang kristal.

Berdasarkan Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa jarak antar bidang kristal dari yang terkecil berturut-turut yaitu zeolit X rasio 1,5 < zeolit X rasio 1,5

(TEOS) < zeolit X rasio 2 < zeolit X rasio 1. Semakin kecil jarak antarpartikel menunjukkan struktur kristal yang dimiliki semakin rapat dan teratur. Hal ini menyebabkan struktur kristal yang terbentuk mempunyai kristalinitas yang tinggi. Kristalinitas tertinggi ini dimiliki oleh zeolit X pada rasio 1,5.

Tabel 4.4 Hasil perhitungan nilai d_{hkl} dari zeolit X rasio 1; 1,5; 2; serta dengan penambahan TEOS

Produk	Jarak Antarpartikel
Zeolit X rasio 1	3,21292 Å
Zeolit X rasio 1,5	3,16813 Å
Zeolit X rasio 2	3,21066 Å
Zeolit X rasio 1,5 + TEOS	3,19665 Å

4.3.2 Ukuran Kristal

Data hasil dari analisis XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal. Ukuran kristal dari zeolit X sintesis berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Debye Schererr* disajikan dalam Tabel 4.5. Berdasarkan hasil tersebut diketahui bahwa ukuran kristal zeolit X sintesis berada pada kisaran 100 – 200 nm.

Tabel 4.5 Ukuran kristal zeolit X sintesis

Produk	Ukuran Kristal (nm)
Zeolit X rasio 1	163,043 nm
Zeolit X rasio 1,5	122,495 nm
Zeolit X rasio 2	163,052 nm
Zeolit X 1,5 + TEOS	163,095 nm

Menurut Du dan Wu (2007) jarak antarpartikel pada kristal zeolit berbanding lurus dengan ukuran kristal. Ukuran kristal yang kecil menyebabkan jarak antarpartikel menjadi kecil, sehingga struktur kristal yang terbentuk menjadi semakin rapat dan teratur. Struktur kristal yang semakin rapat dan teratur menyebabkan derajat kristalinitasnya tinggi, oleh karena itu sesuai dengan hasil

XRD kristalinitas zeolit X tertinggi terdapat pada rasio 1,5 yang mempunyai ukuran kristal paling kecil dibandingkan dengan zeolit X rasio 1 dan 2 yaitu sebesar 122,495 nm.

Ukuran kristal yang dihasilkan akan berpengaruh terhadap aktivitas katalitiknya. Zeolit banyak digunakan dalam industri sebagai adsorben, katalis untuk *cracking*, isomerisasi dan esterifikasi, karena memiliki kadar keasaman yang cukup tinggi. Zeolit yang memiliki ukuran kristal besar akan mengalami kesulitan selama proses transfer massa yang akan berpengaruh pada aktivitas katalitik (Goncalves, dkk., 2008). Selain itu, luas permukaan zeolit akan semakin besar dengan semakin kecilnya ukuran zeolit menyebabkan laju reaksi menjadi semakin besar. Dengan kriteria tersebut, zeolit yang dihasilkan dalam penelitian ini diharapkan dapat memiliki aktivitas katalitik yang tinggi.

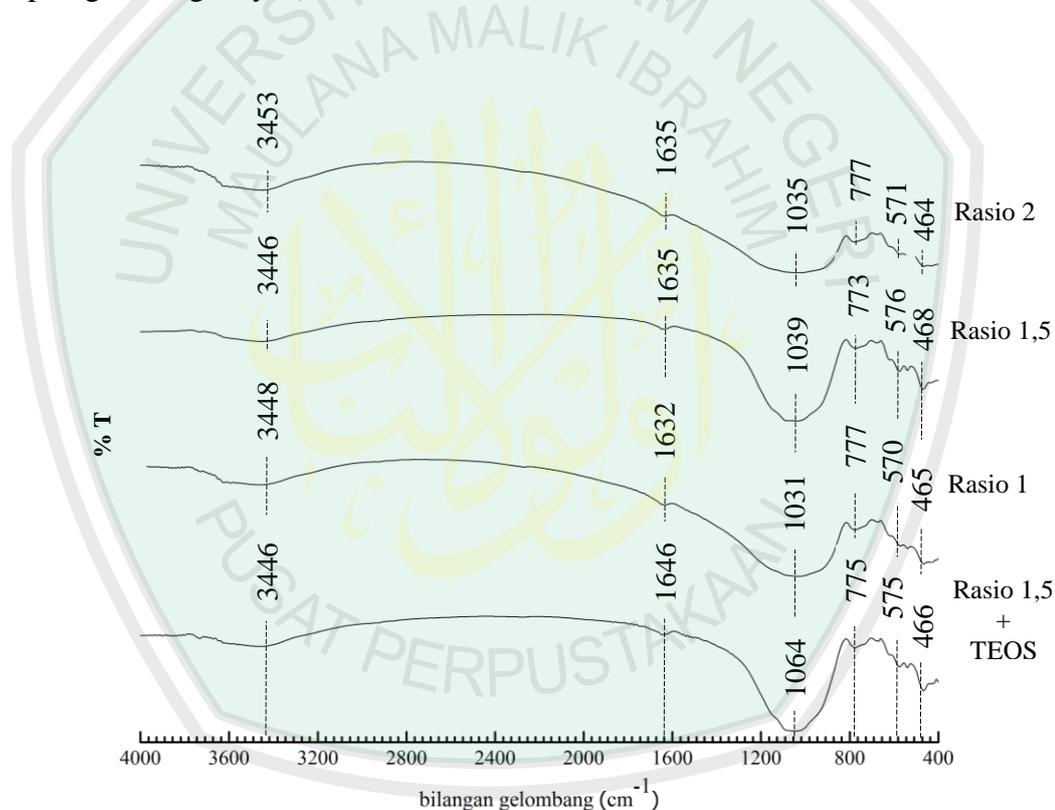
4.4 Analisis Zeolit Sintesis dengan *Fourier Transform Infra-Red*

Karakterisasi menggunakan FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi dari kerangka zeolit. Analisis ini dilakukan dengan cara membandingkan puncak serapan zeolit sintesis dengan standar FTIR, dimana hasil dari analisis FTIR digunakan sebagai data pendukung hasil karakterisasi menggunakan XRD. Setelah dilakukan pengujian didapatkan spektra FTIR seperti pada Gambar 4.5.

Zeolit secara umum mempunyai daerah serapan inframerah yang khas di sekitar bilangan gelombang $1200-300\text{ cm}^{-1}$ karena pada daerah ini memuat vibrasi fundamental kerangka tetrahedral ($\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$) yang merupakan satuan-satuan pembangun kerangka zeolit (Murni dan Helmawati, 2006). Vibrasi tersebut juga

memberikan informasi tentang komposisi dan kondisi tetrahedral SiO_4^{4-} atau AlO_4^{5-} pada zeolit sintesis (Sriatun, 2004).

Terdapat dua jenis vibrasi pada struktur zeolit yaitu vibrasi internal dan vibrasi eksternal. Vibrasi internal merupakan vibrasi dari tetrahedral $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ yaitu satuan struktur primer dari kerangka zeolit. Vibrasi ini sangat sensitif terhadap komposisi dari kerangka zeolit, sedangkan vibrasi eksternal berhubungan dengan adanya ikatan antar $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ tetrahedral yang sangat dipengaruhi oleh topologi kerangkanya (Murni dan Helmawati, 2006).



Gambar 4.5 Hasil spektra FTIR zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 ; 2 serta penambahan TEOS

Berdasarkan hasil spektra pada Gambar 4.5, diketahui bahwa absorpsi yang kuat muncul di daerah bilangan gelombang 1031, 1039, 1035, dan 1064 cm^{-1} berturut-turut pada rasio 1; 1,5 ; 2 serta penambahan TEOS. Absorpsi yang kuat

pada daerah bilangan gelombang 1100 cm^{-1} ini merupakan ciri khas adanya zeolit (Byrappa dan Kumar, 2007). Puncak absorpsi ini merupakan puncak vibrasi rentangan asimetris internal yaitu regangan asimetris O-Si-O atau O-Al-O dari kerangka zeolit (Wang, dkk., 2013 dan Thammavong, 2003). Absorpsi yang terjadi pada puncak tersebut semakin menyempit dan tajam pada rasio molar 1,5 dibandingkan dengan pada rasio 1 dan 2. Setelah adanya penambahan TEOS puncak yang terbentuk juga semakin menajam dan menyempit, hal ini dikarenakan bertambah homogenya jenis spesies Si dan Al setelah proses sintesis (Yulianto, 2000). Menurut Purbaningtiyas dan Prasetyoko (2010) semakin tajam intensitas serapan menunjukkan semakin banyak vibrasi dari suatu gugus fungsi yang terbentuk, sehingga dimungkinkan semakin banyak zeolit yang terbentuk. Hasil ini sesuai dengan analisis menggunakan XRD yang menunjukkan sintesis zeolit X terbaik dihasilkan pada rasio 1,5.

Puncak spektra pada bilangan gelombang 773 , 775 , dan 777 cm^{-1} menunjukkan rentangan/regangan simetri eksternal O-Si-O atau O-Al-O (Socrates, 1994). Puncak spektra pada daerah ini merupakan puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit (Mozgawa, dkk., 2011 dan Sriatun, 2004).

Puncak spektra pada bilangan gelombang 464 , 465 , 466 dan 468 cm^{-1} menunjukkan ikatan internal tetrahedral yakni vibrasi tekukan O-Si-O atau O-Al-O. Puncak spektra pada bilangan gelombang 570 , 571 , 575 dan 576 cm^{-1} menunjukkan vibrasi eksternal dari cincin ganda (D4R/D6R) dalam struktur kerangka zeolit. Pita absorpsi sekitar $1100 - 700\text{ cm}^{-1}$ dan $470 - 450\text{ cm}^{-1}$ ini

merupakan puncak yang tidak sensitif terhadap perubahan struktur (Goncalves, dkk, 2008).

Gambar 4.5 memperlihatkan bahwa pada masing-masing rasio 1; 1,5; 2 serta dengan penambahan TEOS terdapat air zeolitik. Adanya tekukan H-O-H dimana O-H berikatan hidrogen (H_2O) yang menunjukkan adanya air zeolitik pada masing-masing zeolit sintesis ditunjukkan pada bilangan gelombang 1632, 1635, dan 1646 cm^{-1} . Pita absorpsi vibrasi ulur/rentangan O-H dari air, Si-OH, dan Al-OH pada masing-masing rasio muncul puncak yang melebar pada bilangan gelombang 3446, 3448, dan 3453 cm^{-1} . Berdasarkan analisis di atas dapat diketahui bahwa semua zeolit X sintesis rasio 1; 1,5; 2; serta dengan penambahan TEOS telah membentuk kerangka zeolit.

Tabel 4.6 Interpretasi spektra FTIR zeolit X sintesis rasio 1; 1,5; 2; serta dengan penambahan TEOS

No	Bilangan gelombang (cm^{-1})				Bil. gelombang (cm^{-1}) Referensi*	Keterangan
	Zeolit X Sintesis Variasi Rasio					
	1	1,5	2	1,5 + TEOS		
1	465	468	464	466	540 – 440	Tekukan O-T-O (T= Si atau Al)
2	570	576	571	575	650 – 500**	Cincin ganda
3	777	773	777	775	820 – 750**	Rentangan simetris O-T-O eksternal
4	1031	1039	1035	1064	1120 – 1000	Rentangan asimetris O-T-O internal
5	1632	1635	1635	1646	1650 – 1600	Tekukan H-O-H
6	3448	3446	3453	3446	3600 – 3100	O-H

*Socrates (1994) dan **Flanigen, dkk. (1971)

4.5 Analisis Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Meletusnya Gunung Kelud merupakan bencana alam yang menyebabkan banyak kerugian, diantaranya menyebabkan rusak dan hilangnya tempat tinggal atau bangunan, tercemarnya air sumur, dan lain-lain. Gunung Kelud meletus dengan mengeluarkan material abu vulkanik beserta senyawa kimia lain yang memberikan dampak bagi kesehatan manusia karena dapat menyebabkan penyakit ISPA (Suryani, 2014). Meletusnya Gunung Kelud juga memberikan suatu hikmah, berupa banyaknya material abu vulkanik dengan kandungan mineral-mineral dalam jumlah berlimbah yang bisa kita manfaatkan, karena Allah SWT menciptakan gunung sebagai sebuah berkah bagi manusia sesuai dengan firman Allah SWT:

وَجَعَلَ فِيهَا رَوَاسِيَ مِنْ فَوْقِهَا وَبَرَكَ فِيهَا وَقَدَّرَ فِيهَا أَقْوَاتَهَا فِي أَرْبَعَةِ أَيَّامٍ
سَوَاءً لِّلسَّائِلِينَ ﴿١٠﴾

“Dan Dia menciptakan di bumi itu gunung-gunung yang kokoh di atasnya. Dia memberkahinya dan Dia menentukan padanya kadar makanan-makanan (penghuni)nya dalam empat masa. (Penjelasan itu sebagai jawaban) bagi orang-orang yang bertanya” (QS. Fussilat: 10).

Allah menciptakan gunung-gunung yang kokoh yang menjulang tinggi di atasnya, sedangkan pondasinya ada di dalam tanah yaitu lapisan batu api. Dari lapisan inilah gunung-gunung muncul. Gunung-gunung itu pangkalnya jauh ada di dalam tanah melewati semua lapisan hingga sampai ke lapisan yang pertama, yaitu lapisan batu api yang sekiranya jika tidak ada lapisan ini maka bumi ini takkan menjadi tanah dan tak bisa menjadi tempat tinggal. Jadi, bumi kita ini sebenarnya merupakan bola api yang dibungkus dengan lapisan batu api, kemudian di atasnya terdapat lapisan-lapisan yang lebih lembut, dan disanalah terbentuknya binatang dan tumbuh-tumbuhan setelah melewati masa yang

panjang. Gunung-gunung itu merupakan tonjolan-tonjolan yang muncul dari lapisan batu api tersebut, lalu menjulang tinggi di atasnya puluhan ribu kilometer, dan menjadi sumber-sumber air dan mineral. Allah menjadikan gunung-gunung itu penuh berkah dengan banyaknya kekayaan alam didalamnya (Al-Maraghi, 1993).

Abu vulkanik dari Gunung Kelud memiliki kandungan silika yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku sintesis zeolit X. Hal ini dikarenakan dari hasil karakterisasi XRF dan XRD menunjukkan bahwa kandungan silika pada abu vulkanik sebesar 35,3 % dan bersifat amorf. Hal ini menjelaskan kepada kita tentang keberadaan hikmah yang besar dari alam yang berasal dari Allah SWT.

Sintesis zeolit dari abu vulkanik Gunung Kelud merupakan salah satu usaha manusia untuk berpikir mengenai segala sesuatu yang telah diciptakan oleh Allah, sehingga bahan alam yang ada dapat dimaksimalkan potensinya menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat. Hasil penelitian ini juga memberikan banyak hikmah yang perlu direnungi untuk kehidupan sehari-hari. Sintesis zeolit merupakan penelitian yang bertujuan untuk membuat zeolit yang mirip dengan zeolit yang sudah ada di alam tanpa adanya pengotor. Allah SWT menciptakan segala sesuatu dengan kadar dan ukuran tertentu, begitupun dalam sintesis zeolit perlu memperhatikan metode untuk menghasilkan produk zeolit yang mirip dengan zeolit alam, baik dari segi temperatur hidrotermal, waktu pemeraman, variasi rasio Si/Al. Sebagaimana firman Allah:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ
وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿١٠﴾

“Yang kepunyaanNya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagiNya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah

menciptakan segala sesuatu, dan dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.” (Q.S. Al Furqan: 2)

Kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap segala sesuatu. Sedangkan kata *taqdiiron* adalah bentuk *masdar* dari kata *qaddara*. Ayat ini menyangkut pengaturan Allah SWT serta keseimbangan yang dilakukannya antar makhluk. Artinya tidak ada satu pun ciptaannya yang bernilai sia-sia sebab semuanya memiliki potensi yang sesuai dengan kadar yang cukup (Shihab, 2003).

Sebagai manusia yang hidup didunia ini tidak ada satupun yang perlu untuk dibanggakan dari dirinya dan apapun yang dimilikinya karena segala sesuatu hanya milik Allah SWT yang maha segalanya. Sangat mudah bagi Allah untuk menciptakan segala sesuatu hanya dengan ucapan “*كُنْ فَيَكُونُ*” yang artinya “*Jadilah!, maka terjadilah dia*” yang terdapat dalam surat Yaasin ayat 82. Ayat tersebut menunjukkan ada kekuatan Maha dahsyat diatas segala penciptaan alam semesta ini yaitu Allah ‘azza wa jalla. Betapa sangat mudahnya Allah menciptakan sesuatu, sedangkan manusia dengan segala kekurangannya begitu rumitnya membuat zeolit buatan yang mirip dengan zeolit alam dengan berbagai metode variasi rasio, suhu, waktu dan metode lainnya untuk menghasilkan produk yang mirip dengan zeolit alam, namun pada kenyataannya setelah dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* hasil yang didapat banyak kekurangan karena zeolit sintesis yang dihasilkan berupa campuran antara zeolit X dan A, sehingga zeolit X yang dihasilkan mempunyai kemurnian yang rendah.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Analisis menggunakan XRD menunjukkan bahwa pada setiap rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2 menghasilkan campuran zeolit X dan A. Zeolit X hasil sintesis mempunyai kristalinitas dan kemurnian tertinggi pada rasio molar Si/Al 1,5 sebesar 78,060 %. Analisis FTIR menunjukkan puncak-puncak yang muncul merupakan gugus fungsi dari kerangka zeolit. Puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang terjadi pada daerah bilangan gelombang 570-576 cm^{-1} . Jarak antartikel zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2 berturut-turut adalah 3,21292 Å; 3,16813 Å; dan 3,21066 Å. Ukuran kristal zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2 berturut-turut adalah 163,043 nm; 122,495 nm dan 163,052 nm.
2. Penambahan bibit silika (TEOS) sebanyak 1 % pada rasio molar Si/Al 1,5 menyebabkan penurunan kemurnian zeolit X menjadi 67,185 % dan penurunan kristalinitas dari zeolit X. Jarak antartikel dan ukuran kristal zeolit X rasio molar Si/Al 1,5 dengan penambahan TEOS adalah sebesar 3,19665 Å dan 163,095 nm.

5.2 Saran

1. Zeolit X yang diperoleh pada penelitian ini masih berupa campuran dengan zeolit A, hal ini dikarenakan kandungan silika yang digunakan dalam

sintesis zeolit masih rendah, sehingga perlu dilakukan preparasi abu vulkanik dengan metode yang lain, misalnya dengan ekstraksi silika.

2. Perlu dilakukan kajian variasi waktu pemeraman sehingga dapat mengetahui saat terjadinya pembentukan inti kristal secara maksimal.
3. Diperlukan penelitian lebih lanjut tentang aplikasi dari zeolit hasil sintesis dari abu vulkanik dengan variasi rasio molar Si/Al menggunakan metode sol-gel.



DAFTAR PUSTAKA

- Aji, S.B. dan Anjar. 2009. The Role of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Additive in Building Ceramic. *Journal of the European Ceramic Society*. Volume 26: 3783-3787.
- Akbar, F., Zahrina, I., dan Yemilda, A. 2011. Sintesis ZSM-5 dari Natrium Silikat yang Berasal dari Abu Sawit. *Jurnal Sains dan Teknologi* 10 (1), Maret 2011: 8-11.
- Al-Maraghi, A.M. 1993. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi Jilid 8*. Semarang: Toha Putra.
- Al-Qurthubi, S.I. 2009. *Tafsir Al Qurthubi*. diterjemahkan oleh Khotib, Ahmad. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Armaroli, T., Simon, L.J., Digne, M., Montanari, T., Bevilacqua, M., Valtchev, V., Patarin, J., dan Busca, G. 2006. Effects of Crystal Size and Si/Al Ratio on The Surface Properties of H-ZSM-5 Zeolites. *Applied Catalysis A: General*. Vol. 306. Hal. 78-84.
- Arryanto, Y. 2001. Fenomena dalam Proses Pertukaran Ion. *Seminar Kelompok Material Anorganik Jurusan Kimia*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Asfadiyah, N.R. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Rasio Molar Si/Al menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Augustine, R.L. 1996. *Heterogeneous Catalysis for the Synthetic Chemist*. New York: Marcel Dekker Inc.
- Aurelia, I. 2005. Studi Modifikasi Glassy Carbon dengan Teknik Elektrodeposisi Iridium Oksida untuk Aplikasi sebagai Elektroda Sensor Arsen (III). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Bayuseno, A. P., Widyanto, S. A. dan Juwantono. 2010. Sintesis Semen Geopolimer Berbahan Dasar Abu Vulkanik dari Erupsi Gunung Merapi. *Jurnal Teknik Mesin (Rotasi)*. Volume 12, Nomor 4: 10-16.
- Bekkum, H. E., Flaningen, M., and Jansen, J.C. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*. Amsterdam: Elsevier.
- Bourdier, J. L., Pratomo, I., Thouret, J.C., Boudon, G. and Vincent, P.M. 1997. Observations, Stratigraphy and Eruptive Processes of The 1990 Eruption of Kelut Volcano, Indonesia. *Journal Volcanology Geotherm Research*. Volume 79: 181-203.

- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*. New York: John Wiley.
- Byrappa, K., dan Kumar, B.V.S. 2007. Characterization of Zeolites by Infrared Spectroscopy. *Asian Journal of Chemistry*. Vol. 19 No. 6, hal: 4933-4935. India: Mysore.
- Byrappa, K., dan Yoshimura, M. 2001. *Handbook of Hydrothermal Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. New Jersey: Noyes Publication.
- Cheng, Y., Wang, L., Li, J., Yang, Y., dan Sun, X. 2005. Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolite in The Absence Of Organic Template. *Materials Letters*. Volume 59: 3427-3430.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.
- Das, S.N. 2011. Zeolite Synthesis and Its Application as Adsorbent. *Thesis*. Patiala: Department of Chemical Engineering Thapar University.
- Davidovits, J. 1994. *Properties of Geopolymer Cements*. First International Conference on Alkaline Cements and Concretes. 131-49.
- Della, V.P., I. Kühn, D. dan Hotza. 2002. Rice Husk Ash an Alternate Source for Active Silica Production. *Materials Letters*. Volume 3895.
- Departemen Agama RI. 2010. *Al-Qur'an dan Tafsirnya (Edisi yang disempurnakan)*. Jakarta: Lentera Abadi.
- Du, X., dan Wu, E. 2007. Porosity of Microporous Zeolites A, X and ZSM-5 Studied by Small Angle X-ray Scattering and Nitrogen Adsorption. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. Vol. 68 Hal. 1692-1699.
- Ebitani, K., Nagashima, K., Mizugaki, T., dan Kaneda, K. 2000. Preparation of a Zeolite X-Encapsulated Copper(II) Chloride Complex and Its Catalysis for Liquid-Phase Oxygenation of Amines in the Presence of Molecular Oxygen. *The Royal Society of Chemistry*. Volume 10: 869-870.
- Ewing, G. W. 1985. *Instrumental Methods of Chemical Analysis*. New York: McGraw Hill Book Company.
- Fansuri, H. 2010. *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Surabaya: Laboratorium Energi dan Rekayasa. LPPM ITS.
- Fathizadeh, M. dan Aroujalian, A. 2011. Synthesis and Characterization of Nano Particle Crystals of NaX Zeolite. *International Journal of Industrial*

- Chemistry*. Volume 2, Nomor 3: 140-143. Iran: Islamic Azad University Quchan Branch.
- Feijen E.J.P., Martens J.A. dan Jacobs P.A. 1994. Zeolites and their Mechanism of Synthesis. *Studies in Surface Science and Catalysis*. Volume 84: 3-19.
- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas.
- Flanigen, E.M. 1991. *Zeolite and Molecular Sieves An Historical Perspective*. New York: Elsevier Science Publishers B.V.
- Flanigen, E.M., Szymanski, H.A., dan Khatami, H. 1971. *Infrared Structural Studies of Zeolites Framework in Molecular Sieve Zeolites I, Advances in Chemistry Series 101*. Washington DC: Gould ed.
- Franus, W. 2012. Characterization of X-Type Zeolite Prepared from Coal Fly Ash. *Journal Original Research*. Volume 21, Nomor 2: 337-343.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Markovska, I., dan Hristov, Y. 2009. A Study On The Synthesis And Structure Of Zeolite NaX. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. Volume 48, Nomor 2: 168.
- Ginting, I., Hermawan, S., dan Encey, T. 2005. Pembuatan Perangkat Lunak Analisis Kualitatif Difraksi Sinar X dengan Metode Hanawatt. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir*. P3Tkn – BATAN: Bandung.
- Goldberg, A.B., Deitel, H.M. dan Deitel, P.J. 2004. *Internet & World Wide Web How to Program*. Third Edition. New Jersey: Prentice Hall.
- Goncalves, M.L., Dimitrov, L.D., Jorda, M.H., Wallau, M., Ernesto, A., dan Gonzalez, U. 2008. Synthesis of Mesopori ZSM-5 by Crystallisation of Aged Gels in The Presence of Cetyltrimethylammonium Cations. *Catalysis Today*. Vol. 133-135, hal: 69-79.
- Hadi, S.H. 1993. Pembuatan dan Karakterisasi Zeolit A dari Sekam Padi. *Skripsi*. Yogyakarta: UGM.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization and Modifications*. Malaysia: Universitas Teknologi Malaysia.
- Harjanto, S. 1987. Lempung, Zeolit, Dolomit, dan Magnesit: Jenis, Sifat Fisik, Cara Terjadi dan Penggunaannya. *Publikasi Khusus Direktorat Sumberdaya Mineral, Direktorat Sumberdaya Mineral, Dirjen Geologi dan Sumberdaya Mineral, Departemen Pertambangan dan Energi Republik Indonesia*. Jakarta, Hal: 108-166.
- Hayati, E.K. 2007. *Buku Ajar Dasar-dasar Analisa Spektroskopi*. Malang: UIN-Press.

- Htun, M.M.H., Htay, M.M., dan Lwin, M.Z. 2012. *Preparation of Zeolite (NaX,Faujasite) from Pure Silica and Alumina Sources*. Singapore: International Conference on Chemical Processes and Environmental Issues (ICCEEI'2012).
- Istadi. 2011. *Teknologi Katalis Untuk Konversi Energi: Fundamental dan Aplikasi*. Yogyakarta: Graha Ilmu.
- Istiqomah, M., Anif, J., dan Yofentina, I. 2014. Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat (BaTiO_3) Menggunakan Metode Solid State Reaction. *Jurnal Fisika Indonesia* No: 53, Vol XVIII. ISSN : 1410-2994.
- Jenkin, R.1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Toronto: John Wiley & Sons.
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technol.* Vol. 73, hal: 257-262.
- 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. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Kenneth dan Kieu. 1991. The Preparation and Characterization of an X-Type Zeolite. *An Experiment in Solid-state Chemistry*. Dallas: University of Texas.
- Khalifah, S. N., Hartanto, D., dan Prasetyoko, D. 2009. 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 Institut Teknologi Surabaya.
- Kim, S.D., Noh, S.H., Park, J.W., dan Kim, W.J. 2004. Organic-Free Synthesis of ZSM-5 With Narrow Crystal Size Distribution Using Two-Step Temperature Process. *Microporous Mesoporous Matter*.181 – 188.
- Kirk and Orthmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology*. USA: John Wiley and Son Inc.
- Kisi, E.H. 1994. Rietveld Analysis Of Powder Diffraction Patterns. *Material Forums*. P: 135-153.
- Kiti, E.V. 2012. Synthesis Of Zeolites and Their Application To The Desalination Of Seawater. *Thesis*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.

- Kusumastuti, E. 2012. Pemanfaatan Abu Vulkanik Gunung Merapi Sebagai Geopolimer (Suatu Polimer Anorganik Aluminosilikat). *Jurnal MIPA*. ISSN 0215-9945.
- Kwakyee-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Activity. *Thesis*. U.K: University of Wolverhampton.
- Masoudian, S.K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X from Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. Volume 8, Nomor 1: 54 – 60. Iran: RIPI.
- Maygasari, D. A., Satriadi, H., Widayat, dan Jestyssa, A. H. 2010. Optimasi Proses Aktivasi Katalis Zeolit Alam dengan Uji Proses Dehidrasi Etanol. *Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*, ISSN: 1411-4216.
- Mortimer, M dan Taylor, P. 2002. *Chemical Kinetics and Mechanism*. Cambridge RSC.
- Mozgawa, W., Krol, M., dan Barczyk, K. 2011. FT-IR Studies of Zeolites from Different Structural Groups. *CHEMIK*. Vol. 65 No.7, hal:667-674.
- Mulyanto, B. dan Suwardi. 2006. *Prospek Zeolit Sebagai Penjerap dalam Remediasi Bahan Tambang*. Bogor: Departemen Ilmu Tanah dan Sumber Daya Lahan. Institut Pertanian Bogor.
- Murni, D., dan Helmawati. 2006. Studi Pemanfaatan Abu Sabut Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit 4A. *Laporan Penelitian*. Program Studi Sarjana Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau. Pekanbaru: Riau.
- Nikmah, R. A. Syukuri., Widiastuti, N., dan Fansuri, H. 2008. Pengaruh Waktu dan Perbandingan Si/Al Terhadap Pembentukan Zeolit A dari Abu Dasar Bebas Karbon dari PLTU PT. IPMOMI dengan Metode Hidrotermal. *Journal of Indonesia Zeolites*. Vol. 7 No. 1. Mei 2008 ISSN: 1411-6723.
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar, N. T. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, Vol. 27 (6): 555–564.
- Olivares, A. M., and Forero, C. G. 2010. Goodness-of-Fit Testing. *International Encyclopedia of Education*. Volume 7: 190-196
- Oye, G., Sjoblon J. dan Stoker M. 2011. *Synthesis and Characterization of Siliceous and Aluminum-Containing Mesoporous Materials from Different Surfactant Solution, Micropor. Mesopor. Mater.* Volume 27: 171-180.
- 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*. Volume 2, Nomor 1: 358-364. Malang: Universitas Brawijaya Malang.
- Purnama, A. 2013. Sintesis Ni-TiO₂ dengan Metode Sol Gel dan Uji Aktivitasnya untuk Dekomposisi Air. *Skripsi*. Jurusan Kimia FMIPA UNES.
- Purnomo, W. C., Salim, C., dan Hinode, H. 2012. Synthesis of pure Na-X and Na-A zeolite from Bagasse Fly Ash. *Journal Microporous and Mesoporous Material*. Volume 162: 6-13.
- Putra, K. P., dan Priyono. 2015. Kajian Sifat Struktur Kristal pada Bahan Barium Heksaferit yang Ditambah Variasi Fe₂O₃ menggunakan Analisis Rietveld. *Youngster Physic Journal*. Volume 4 (2): 165-172.
- Putro, A. L dan Didik, P. 2007. Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Templat Organik. *Jurnal Akta Kamindo*. Volume 3, Nomor 1: 33 – 36. Surabaya: Jurusan Kimia Unstitut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Rahman, M.M., Hasnida, N., dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal Of Scientific Research*. Volume 1, Nomor 2: 285-291.
- Ramimoghadam, D., Hussein, M.Z.B. dan Yap, Y.H.T. 2012. The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) on The 10 Properties of ZnO Synthesize by Hydrothermal Method. *Int J Mol Sci*. 13:13275-13293.doi:10.3390/ijms131013275.
- Rawtani, A.V. dan Rao, M.S. 1989. Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Silica from Rice Husk Ash. *India Engineering Chemistry Resources*. Volume 28: 1411-1414.
- Rusli, R. 2011. *Petunjuk Refinement, Analisis Pola Difraksi Sinar-X Serbuk Menggunakan Metode Le Bail Pada Program Rietica*. Bandung.
- Salaman, S. 2004. Persepsi Karakterisasi dan Modifikasi Katalis Ni₃-Pd₁/Zeolit-Y untuk Hidrorengkah Fraksi Aspaten dari Aspal Buton dengan Sistem Reaktor Semi Batch. *Skripsi*. Yogyakarta: UGM.
- Saputra, R. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*. Yogyakarta: UGM.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Septia, G. P. 2011. Studi Literatur Pengaruh Konsentrasi NaOH dan Rasio NaOH:Na₂SiO₃, Rasio Air/Prekursor, Suhu Curing, dan Jenis Perkursor terhadap Kuat Tekan Beton Geopolimer. *Skripsi*. Depok: Departemen Teknik Sipil Fakultas Teknik Universitas Indonesia.

- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*. 2nd Edition. New York: John Willey-VCH.
- Skoog, D. A., West, D. M. 1980. *Principles of Instrumental Analysis*. 2nd Edition. New York: John Willey-VCH.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern*. Edisi Keempat. Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.
- Sriatun. 2004. *Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya sebagai Penukar Kation*. No. Artikel: JKSA. Vol. VII (3): 66-72.
- Szostak, R. 1989. *Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identification*. Van Nostrand Reinhold Catalysis Series. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Sudaryo dan Sutjipto. 2009. Identifikasi dan Penentuan Logam pada Tanah Vulkanik di Daerah Cangkringan Kabupaten Sleman dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron Cepat. Didalam: *Seminar nasional V SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta; Sekolah Tinggi Teknologi Nuklir BATAN*. Yogyakarta, 5 November 2009.
- Sun, L. dan Gong, K. 2001. Silicon-Based Meterials from Rice Husks and Their Applications. *India Engineering Chemistry Resource*. Volume 40: 5861-5877.
- Suryani, A.S. 2014. Dampak Negatif Abu Vulkanik Terhadap Lingkungan dan Kesehatan. *Jurnal Kesejahteraan Sosial*. Volume VI, Nomor 04.
- Sutarno, Arryanto, Y., dan Budyantoro, A. 2009. Kajian Pengaruh Rasio Berat NaOH/Abu Layang Batubara Terhadap Kristalinitas dalam Sintesis Faujasit. *Jurnal Ilmu Dasar*. Volume 10, Nomor 1: 1 – 5.
- 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*. 4th Edition. New York: Elsevier Science Publishers B.V.

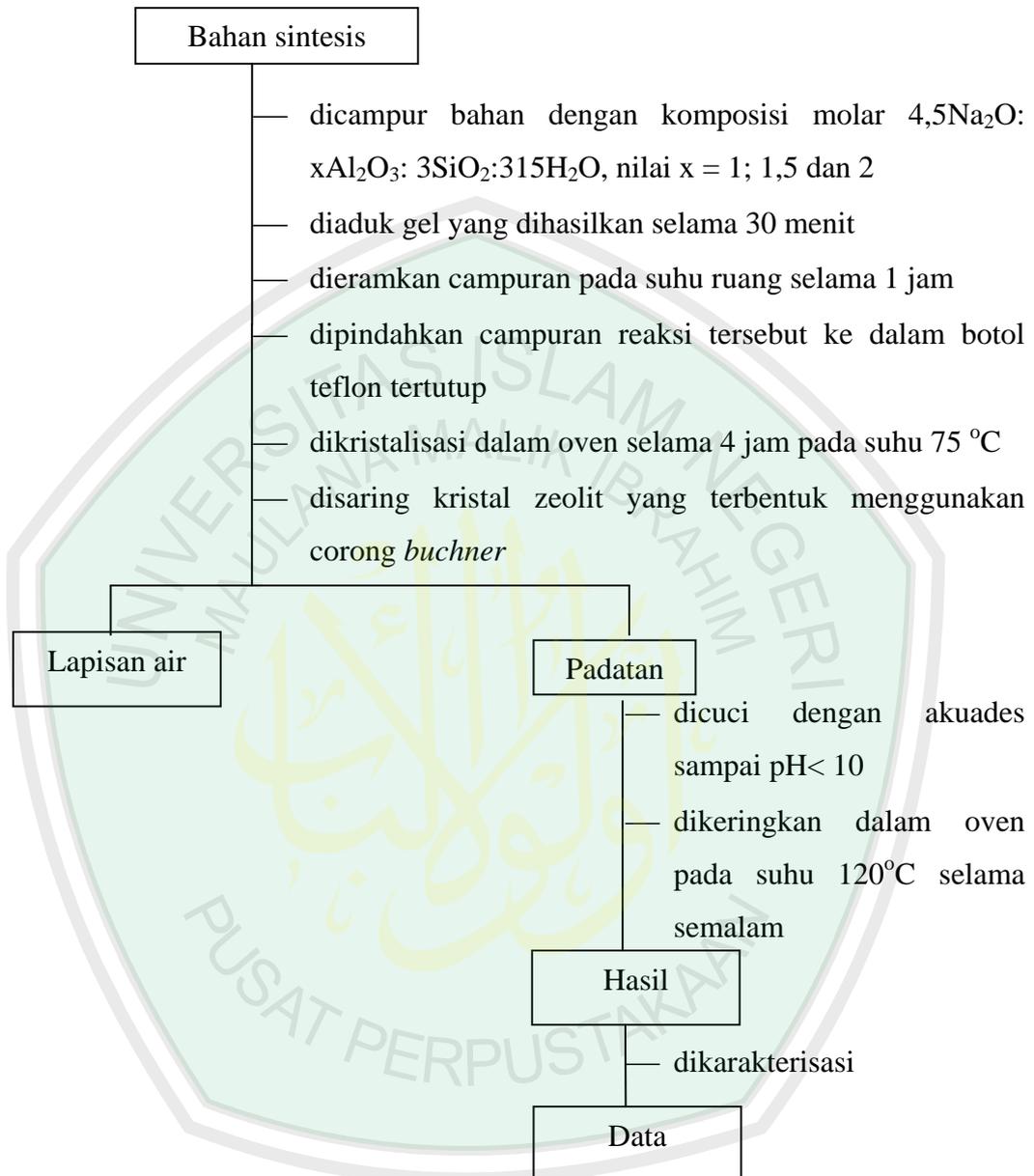
- Ulfah, E.M., Yasnuar, F.A., dan Istadi. 2006. *Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Unstundag, Z., Kalfa, O. M., Erdogian, Y., dan Kadioglu, Y. K. 2006. *Nucl. Instr and Meth. B*. 251 21.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2013. Synthesis of Zeolite X from Low-Grade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. Volume 88: 1350–1357.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-CTAB) pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir S1 Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis Of Zeolite A From Baggase And Its Antimicrobial Activity On *Candida albicans*. *Jurnal Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Vol. 15 No. 2. Juli 2012.
- Widayat, Sadikky, A., dan Anggraeni, H. 2012. Proses Produksi Katalis Zeolit X dan Uji Aktifitas dalam Proses Penukaran Ion Kalsium. *Jurnal Teknik*. Volume 33, Nomor 1, ISSN 0852-169.
- Widiawati. 2005. Sintesis Zeolit dari Abu Ketel Asal Pg. Tasik Madu: Ragam Zeolit pada Berbagai Konsentrasi Natrium Aluminat. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
- Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28 Hal. 6-19.
- Wijayanti, S. 2007. Analisa Pola – Pola Difraksi Sinar-X pada Material Serbuk $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Sn}$, $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Ge}$ dan $\text{Nd}_6\text{Fe}_{13}\text{Si}$ menggunakan Metode Rietveld GSAS. *Skripsi*. Surakarta: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret Surakarta.
- Wustoni, S., Mukti, R.R., Wahyudi, A., dan Ismunandar. 2011. Sintesis Zeolit Mordenit dengan Bantuan Benih Mineral Alam Indonesia. *Jurnal Matematika & Sains*. Volume 16, Nomor 3: 158-160.
- Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur Kristalin Hematite yang Disubstitusi Ion Manganes dan Ion Titanium. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.

- Yeom, Y.H., Jang, S.B., dan Kim, Y. 1997. *Three Crystal Structures Of Vacuum-Dehydrated Zeolite X, $M_{46}Si_{100}Al_{92}O_{384}M=Mg^{2+}, Ca^{2+},$ And Ba^{2+}* . *J. Phys. Chem. B*. American: American Chemical Society.
- Yulianto, I. 2000. Pengaruh Peleburan dengan Natrium Hidroksida pada Sintesis Faujasit dari Abu Layang. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Yvonne, T. dan Thompson. 2002. Controlled Co-Crystallization of Zeolites A and X. *Journal of Material Chemistry*. Volume 12: 496-499.
- Zhely N.H.M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

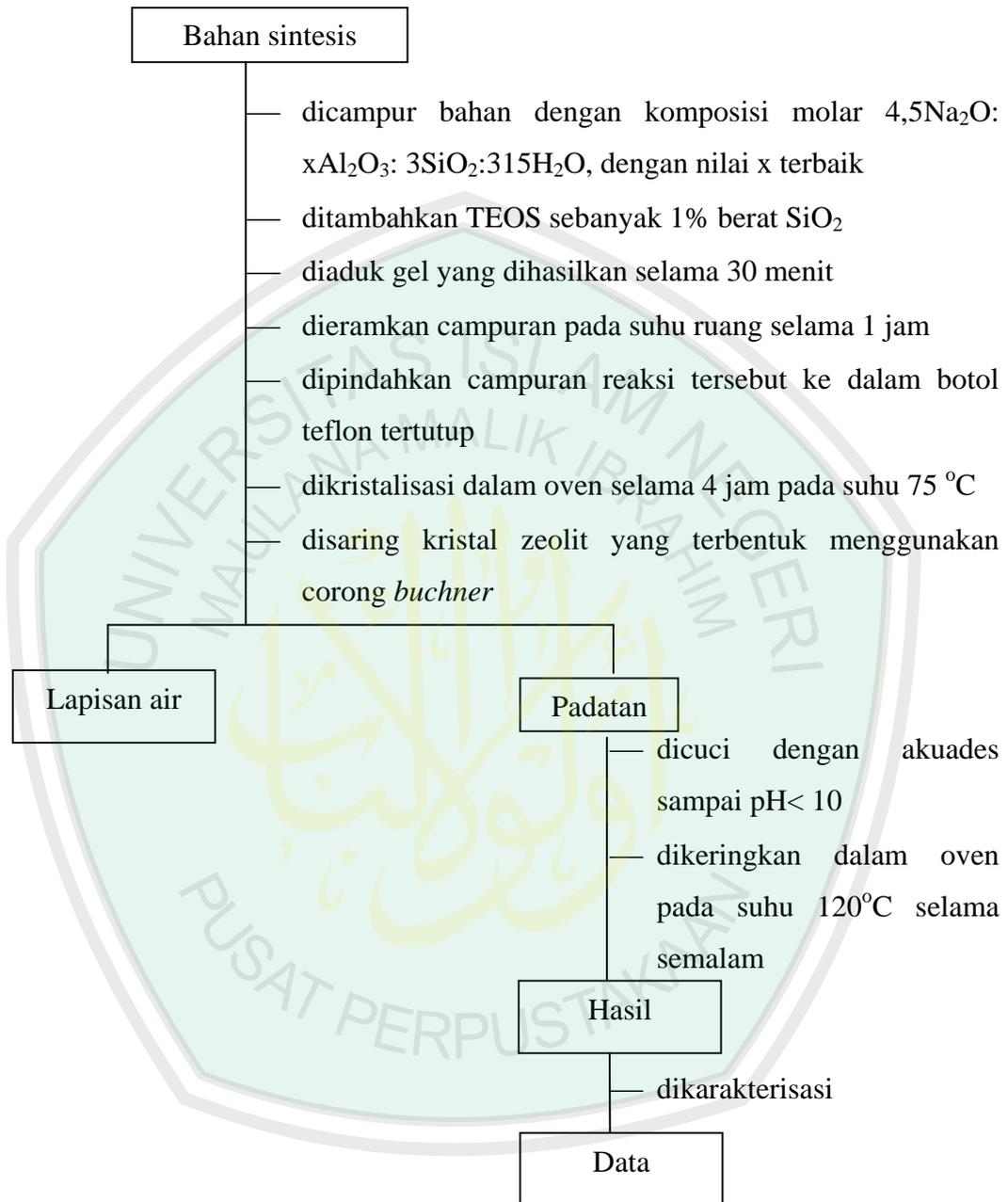


Lampiran 1**SKEMA KERJA****1. Preparasi Abu Vulkanik (Pratomo, dkk., 2013)**

2. Sintesis Zeolit X (Masoudian, dkk., 2013)

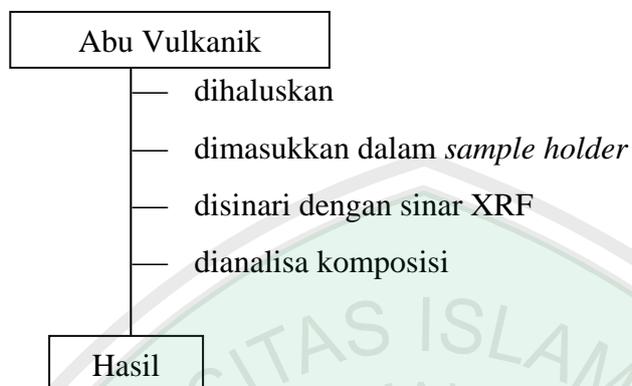


3. Sintesis Zeolit X dengan Penambahan Bibit Silika

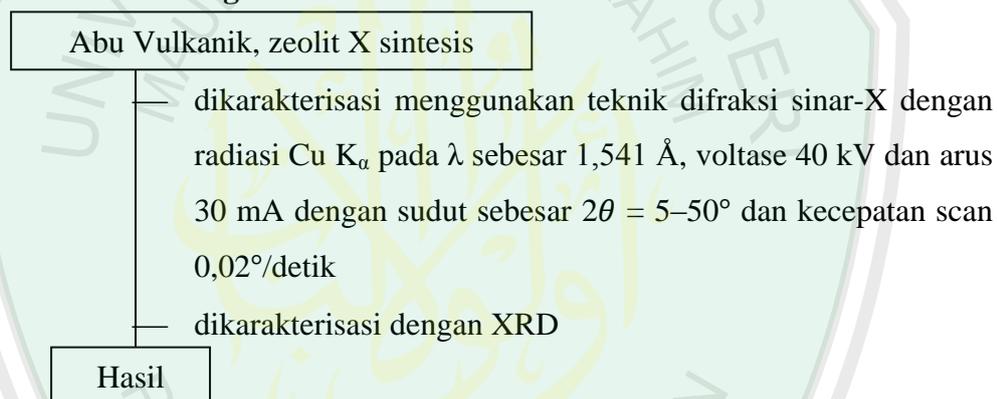


4. Karakterisasi

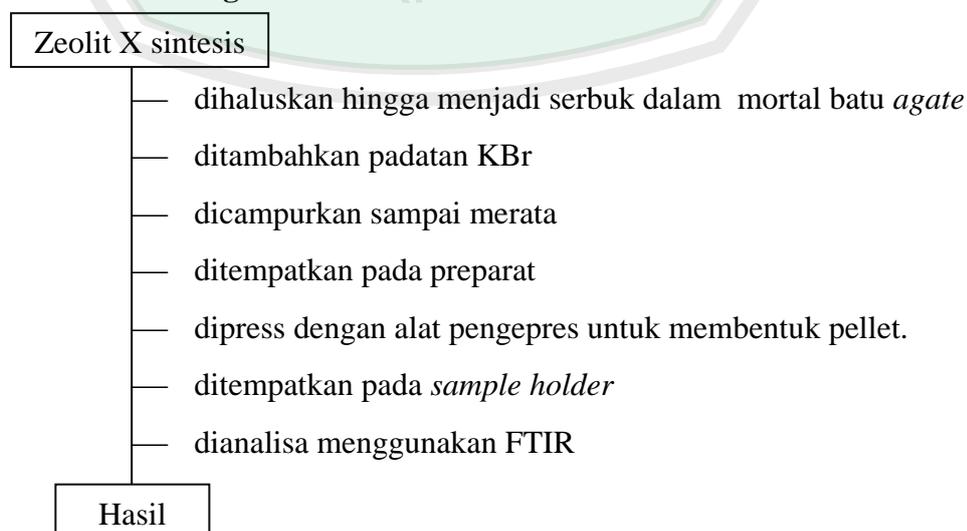
4.1 Karakterisasi dengan XRF



4.2 Karakterisasi dengan XRD



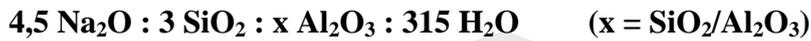
4.3 Karakterisasi dengan FTIR



Lampiran 2

Perhitungan dalam Sintesis Zeolit X

Komposisi reaktan



Contoh :



1. Na₂O

4,5 mol Na₂O → dari 2 NaOH

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

2. NaOH

Kadar: 99 %

$$\frac{100}{99} \times 360 \text{ gr} = 363,64 \text{ gr}$$

3. Abu Vulkanik (SiO₂)

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

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

Kandungan SiO₂ dalam abu vulkanik adalah 35,3 %

$$\frac{100}{35,3} \times 180,252 \text{ gr} = 510,629 \text{ gr}$$

- $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{1} \text{ SiO}_2 = 3 \text{ mol}$

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 3 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 306 \text{ gr} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 2 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 204 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\bullet \text{ SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (2) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{2} \text{SiO}_2 = 1,5 \text{ mol}$$

$$\text{gr} = 1,5 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} = 153 \text{ gr}$$

4. TEOS

$$1\% \text{ berat SiO}_2 \rightarrow \frac{1}{100} \times 510,629 \text{ gr} = 5,11 \text{ gr}$$

Kadar: SiO₂ 98 %

$$\frac{100}{98} \times 5,11 \text{ gr} = 5,214 \text{ gr}$$

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

$$\rho = \frac{m}{v} \rightarrow \text{Volume} = \frac{5,214 \text{ gr}}{0,933 \text{ gr/mL}}$$

$$= 5,588 \text{ mL}$$

5. H₂O

$$4,5 \text{ mol H}_2\text{O} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 4,5 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 81 \text{ gr}$$

$$315 \text{ mol H}_2\text{O} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 315 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 5670 \text{ gr}$$

❖ Massa total dalam campuran (1 % NaOH; 4,5 mol H₂O)

$$\text{➤ NaOH} = \frac{1}{100} \times 363,64 = 3,636 \text{ gr}$$

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

$$\text{➤ Massa total dalam campuran} = 3,636 \text{ gr} + 81 \text{ gr} = 84,636 \text{ gr}$$

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

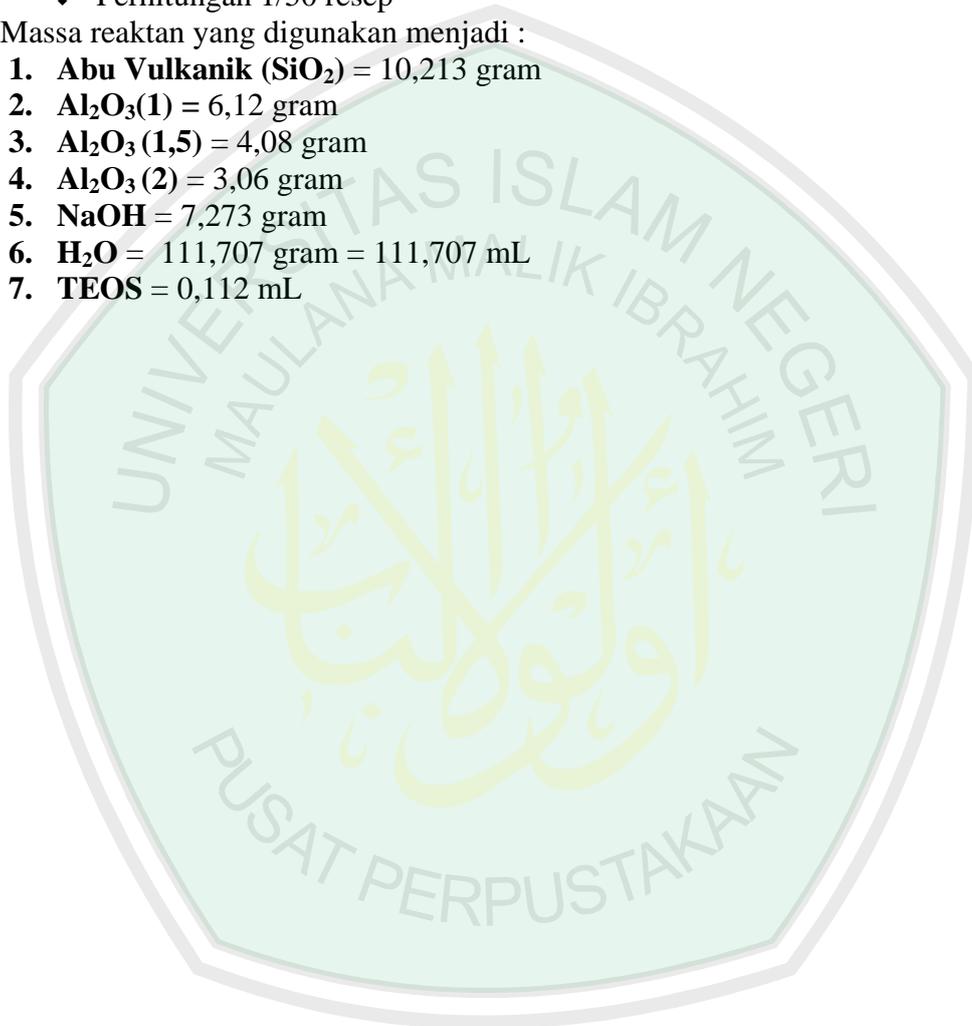
1. Abu Vulkanik(SiO₂) = 510,629 gram
2. Al₂O₃(1) = 306 gram
3. Al₂O₃(1,5) = 204 gram
4. Al₂O₃(2) = 153 gram

5. **NaOH** = 363,64 gram
6. **H₂O** = 5670 – 84,636 = 5585,364 gram
Karena densitas air (H₂O) ialah 1 gram/mL, maka volume air yang ditambahkan ialah 5585,364 mL
7. **TEOS** = 5,588 mL

❖ Perhitungan 1/50 resep

Massa reaktan yang digunakan menjadi :

1. **Abu Vulkanik (SiO₂)** = 10,213 gram
2. **Al₂O₃(1)** = 6,12 gram
3. **Al₂O₃ (1,5)** = 4,08 gram
4. **Al₂O₃ (2)** = 3,06 gram
5. **NaOH** = 7,273 gram
6. **H₂O** = 111,707 gram = 111,707 mL
7. **TEOS** = 0,112 mL



Lampiran 3

Perhitungan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

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

$$\begin{aligned}
 M_{\text{HCl}} &= \frac{BJ \times 10 \times \%}{Mr} \\
 &= \frac{1,19 \text{ g/ml} \times 10 \times 37}{36,5 \text{ g/mol}} \\
 &= 12,063 \text{ M}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\
 12,063\text{M} \times V_1 &= 1 \text{ M} \times 1000 \text{ mL} \\
 V_1 &= 82,9 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1M sebanyak 1000 mL, maka diperlukan HCl 37% sebanyak 82,9 mL.

Lampiran 4

Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi XRF

L.4.1.1 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Vulkanik Gunung Kelud sebelum pencucian dengan HCl 1 M

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

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

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


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

Sample results - Averages

Sample ident	
Sampel abu vulkanik gunung kelud	

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

L.4.1.2 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Vulkanik Gunung Kelud setelah pencucian dengan HCl 1 M



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

HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 25 Mei 2015
 Sampel diuji tanggal : 25 Mei 2015
 Nama Sampel : PREPARASI SAMPEL DENGAN HCl 1M

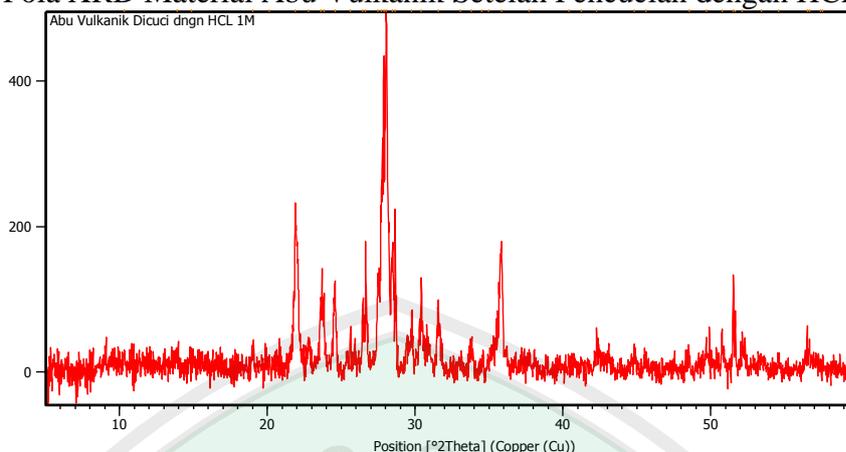
Compound	Conc (%)	Methods
Al	9.2 +/- 0.0096	XRF
Si	35.3 +/- 0.2	
K	2.48 +/- 0.02	
Ca	21.5 +/- 0.04	
Ti	1.36 +/- 0.02	
V	0.04 +/- 0.01	
Cr	0.062 +/- 0.005	
Mn	0.82 +/- 0.008	
Fe	26.5 +/- 0.2	
Ni	0.30 +/- 0.009	
Cu	0.20 +/- 0.005	
Zn	0.01 +/- 0.005	
Sr	1.3 +/- 0.02	
Ba	0.4 +/- 0.05	
Eu	0.3 +/- 0.05	
Yb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

L.4.2 Hasil Karakterisasi XRD

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

Measurement Temperature [°C]	: -273.15
Diffractometer Type	: XPert MPD
Diffractometer Number	: 1
Anode Material	: Cu
K-Alpha1 [Å]	: 1.54060
K-Alpha2 [Å]	: 1.54443
K-Beta [Å]	: 1.39225
Data Angle Scale	: 5-60(°2θ)
Generator Settings	: 30 mA, 40 kV
Step Size [°2Th.]	: 0.0170
Scan Type	: Continuous
Scan Step Time [s]	: 10.1500

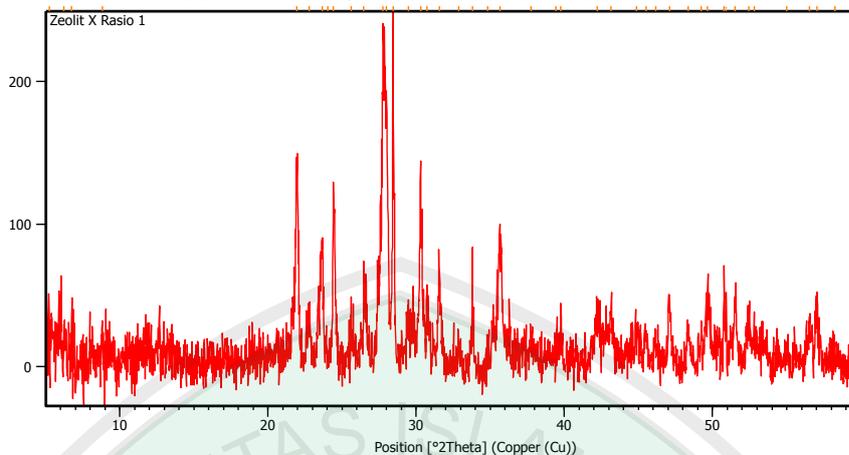
L.4.2.1 Pola XRD Material Abu Vulkanik Setelah Pencucian dengan HCl 1M



Daftar puncak yang muncul:

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
19.0183	29.95	0.2007	4.66655	6.04
20.1458	33.04	0.0836	4.40784	6.66
21.8934	247.69	0.0669	4.05979	49.91
22.7918	54.77	0.1673	3.90176	11.04
23.5896	116.88	0.0669	3.77158	23.55
23.8305	131.70	0.0502	3.73399	26.54
24.5715	145.45	0.0669	3.62305	29.31
25.6332	61.08	0.0836	3.47534	12.31
26.4612	110.12	0.1004	3.36843	22.19
26.6402	194.38	0.0502	3.34621	39.17
27.4726	149.39	0.0669	3.24669	30.11
27.6860	221.44	0.0669	3.22214	44.62
27.8683	454.44	0.0335	3.20147	91.58
28.0486	496.24	0.0836	3.18130	100.00
28.4447	164.67	0.1004	3.13791	33.18
28.6515	240.81	0.0335	3.11572	48.53
29.7703	89.29	0.0502	3.00113	17.99
30.4137	124.12	0.0502	2.93910	25.01
31.5498	78.46	0.1171	2.83580	15.81
33.0464	13.00	0.2007	2.71072	2.62
33.7976	37.27	0.2007	2.65217	7.51
34.4705	5.44	0.2007	2.60192	1.10
34.9384	18.92	0.1171	2.56814	3.81
35.8257	165.26	0.0669	2.50654	33.30
37.6961	16.46	0.1673	2.38636	3.32
40.3757	22.04	0.0669	2.23396	4.44
41.2548	12.17	0.1338	2.18836	2.45
42.2749	58.45	0.0669	2.13789	11.78
44.8106	21.64	0.2676	2.02263	4.36
45.5912	19.65	0.1673	1.98980	3.96
48.5225	25.96	0.1338	1.87622	5.23
49.6937	40.03	0.1338	1.83471	8.07

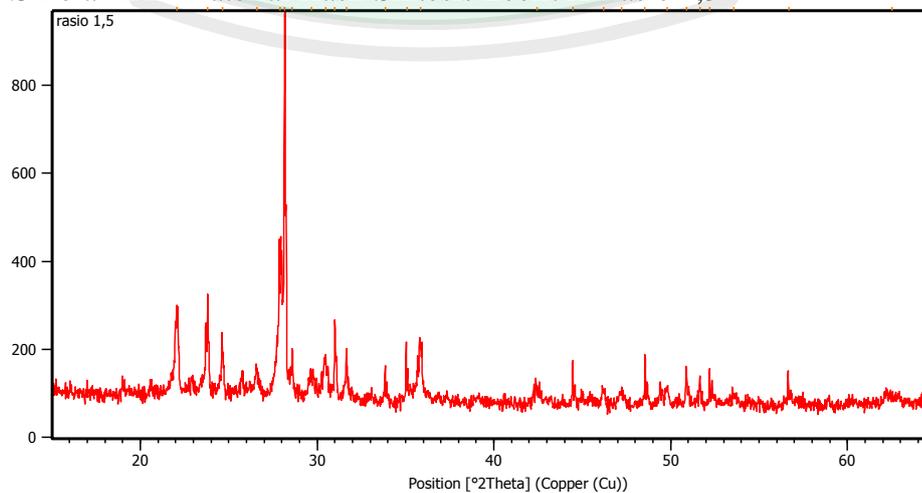
L.4.2.2 Pola XRD Material Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 1



Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
21.9396	141.28	0.1673	4.05135	56.64
22.7811	33.05	0.1338	3.90357	13.25
23.6753	94.37	0.1004	3.75811	37.83
24.4205	135.40	0.0669	3.64511	54.28
26.4689	77.50	0.0502	3.36747	31.07
27.7670	239.75	0.0502	3.21292	96.12
30.2904	142.18	0.0502	2.95078	57.00
31.5437	64.75	0.1673	2.83633	25.96
32.8562	22.62	0.0836	2.72597	9.07
33.7837	88.70	0.0502	2.65322	35.56
35.6487	92.89	0.2007	2.51858	37.24
39.7695	35.05	0.0502	2.26660	14.05
43.1433	37.17	0.1004	2.09685	14.90
45.5049	17.64	0.2007	1.99337	7.07
46.1690	13.93	0.2676	1.96623	5.58
47.0760	40.21	0.1673	1.93045	16.12
48.3308	24.04	0.2007	1.88322	9.64
49.6739	45.53	0.2676	1.83540	18.25

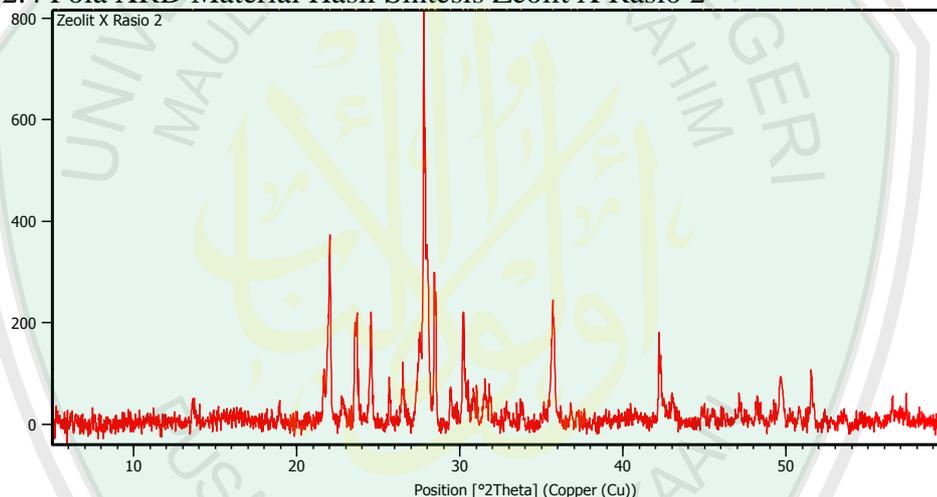
L.4.2.3 Pola XRD Material Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 1,5



Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.0696	174.76	0.2007	4.02778	19.89
23.7875	151.63	0.2007	3.74065	17.26
24.6427	102.07	0.1338	3.61273	11.62
26.5852	56.67	0.2007	3.35300	6.45
28.1677	878.48	0.0669	3.16813	100.00
31.0081	182.81	0.0502	2.88409	20.81
31.6629	107.93	0.0669	2.82593	12.29
33.8589	52.85	0.1338	2.64750	6.02
35.8484	125.22	0.1673	2.50500	14.25
42.4394	35.38	0.4015	2.12998	4.03
44.4637	104.22	0.0612	2.03591	11.86
46.1889	30.59	0.2342	1.96543	3.48
47.2182	25.45	0.4015	1.92496	2.90
48.5537	116.26	0.0612	1.87354	13.23
49.7849	38.79	0.2007	1.83157	4.42

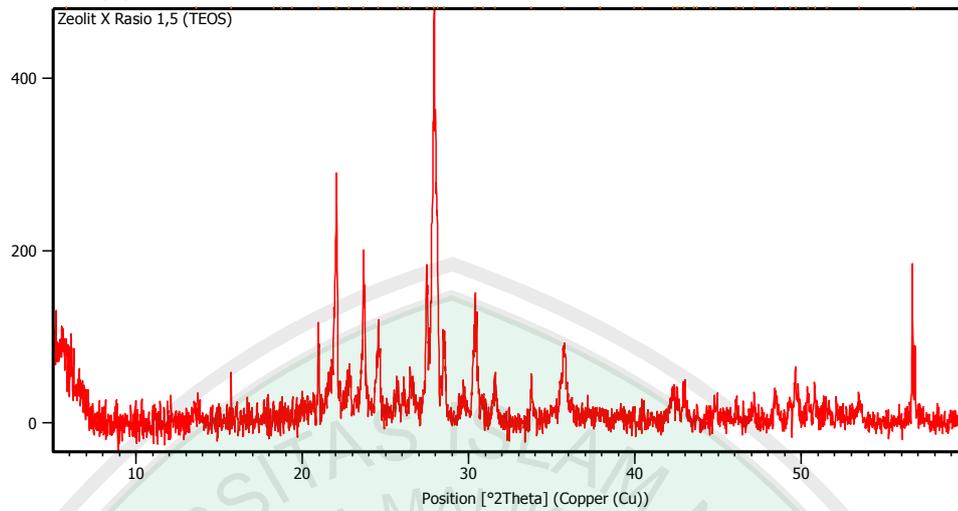
L.4.2.4 Pola XRD Material Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 2



Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
22.0120	395.69	0.1004	4.03819	47.48
23.6746	234.72	0.0502	3.75822	28.17
24.5303	203.47	0.1171	3.62903	24.42
26.4975	144.27	0.0502	3.36391	17.31
27.7870	833.31	0.0502	3.21066	100.00
30.2323	236.98	0.0408	2.96121	28.44
31.7988	83.24	0.0816	2.81183	9.99
33.7663	42.15	0.2040	2.65236	5.06
35.6958	253.18	0.0816	2.51328	30.38
42.2104	183.97	0.0408	2.13923	22.08
44.9046	30.09	0.2448	2.01694	3.61
47.1351	40.74	0.2040	1.92657	4.89
48.2076	37.75	0.1632	1.88618	4.53
49.6598	95.55	0.2448	1.83437	11.47

L.4.2.5 Pola XRD Material Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 1,5 dengan Penambahan TEOS

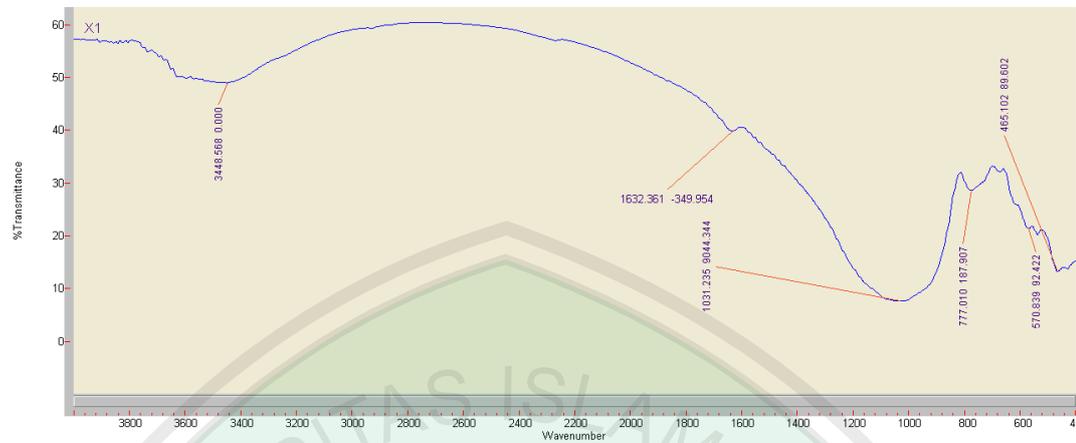


Daftar puncak utama yang muncul :

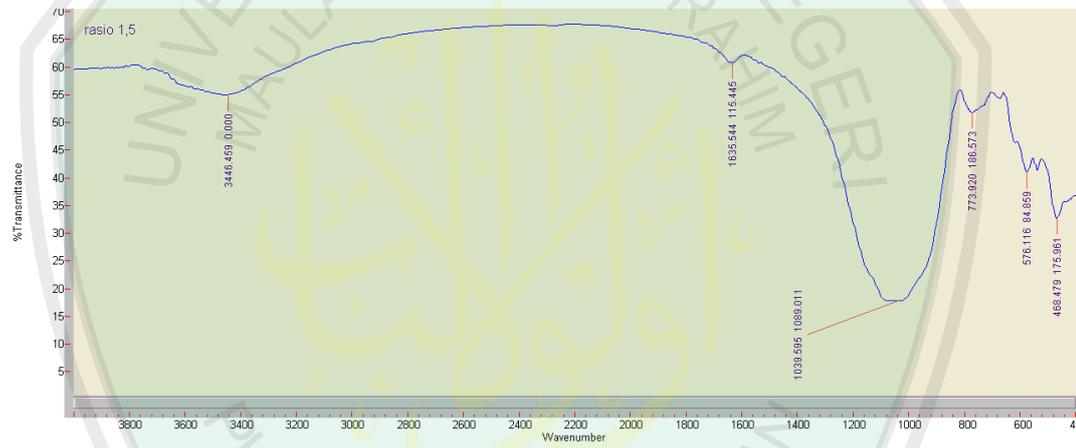
Pos. [°2θ]	Height [cts]	FWHM Left [°2θ]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
20.9599	92.96	0.0836	4.23846	20.44
22.0308	262.95	0.1004	4.03478	57.83
22.7713	29.12	0.2007	3.90522	6.41
23.6641	173.09	0.0502	3.75986	38.07
24.5615	78.20	0.0502	3.62450	17.20
25.7067	9.55	0.1673	3.46556	2.10
26.0875	21.29	0.1338	3.41584	4.68
26.4644	41.02	0.0669	3.36804	9.02
27.9112	454.68	0.0502	3.19665	100.00
30.3744	127.11	0.1004	2.94281	27.96
31.5673	43.66	0.1673	2.83427	9.60
33.7597	52.80	0.0502	2.65505	11.61
35.7413	62.55	0.1338	2.51227	13.76
42.2526	21.45	0.2007	2.13897	4.72
44.5559	13.84	0.0612	2.03191	3.04
46.0867	20.40	0.1004	1.96955	4.49
47.1222	19.43	0.1004	1.92866	4.27
48.4235	20.87	0.1673	1.87983	4.59
49.6308	46.53	0.0669	1.83689	10.23

L.4.3 Hasil Karakterisasi FTIR

L.4.3.1 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 1



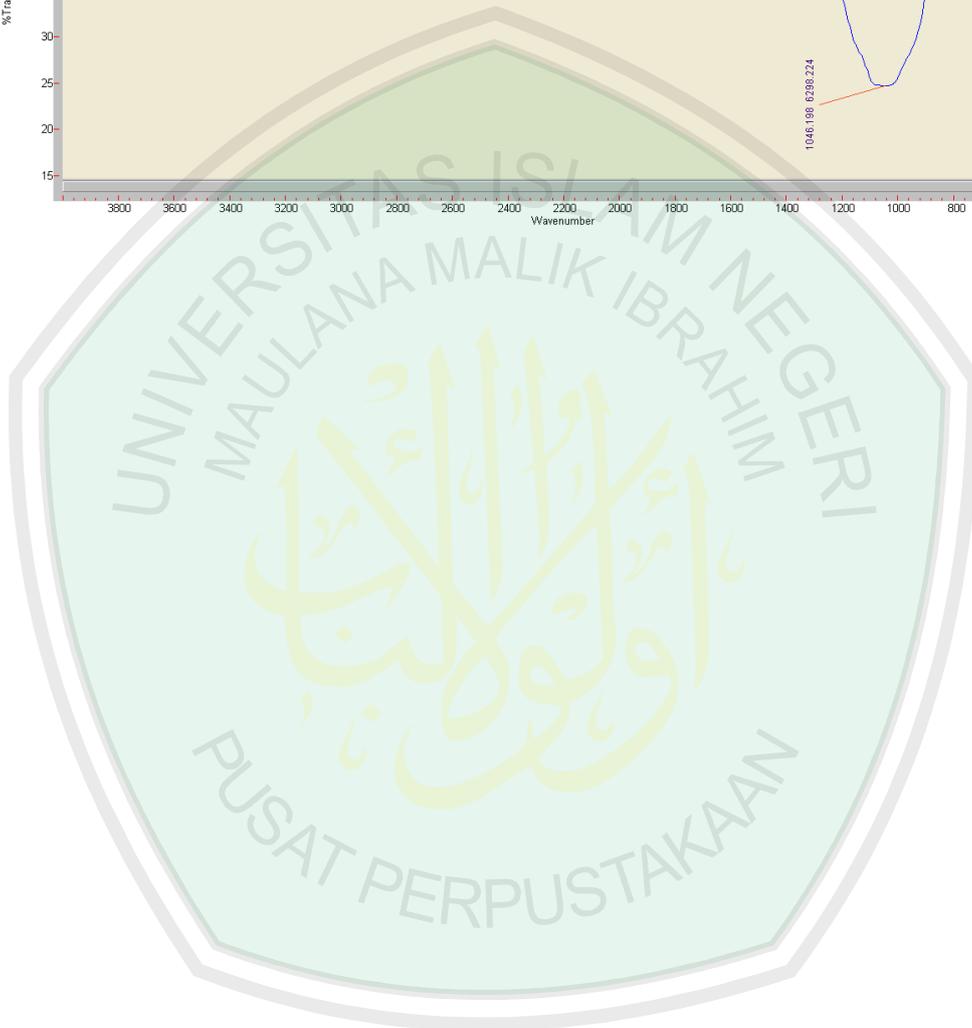
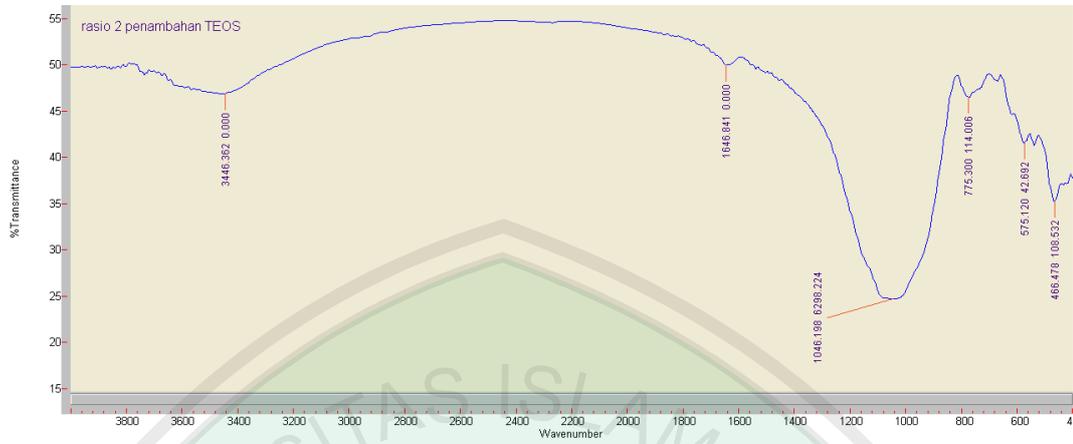
L.4.3.2 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 1,5



L.4.3.3 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 2



L.4.3.4 Spektra FTIR Hasil Sintesis Zeolit X Rasio 1,5 dengan penambahan TEOS



Lampiran 5

Hasil Perhitungan dan Pengolahan Data

L.5.1 Hasil Perbandingan zeolit X dengan data JCPDS

Nama Sampel	Zeolit X (20)	Zeolit X Standar (20)	Zeolit A (20)	Zeolit A Standar (20)
Zeolit X (1)	23,6753°	23,58°	21,9396°	21,67°
	24,4205°	24,64°	22,7811°	22,85°
	26,4689°	26,65°	31,5437°	31,70°
	27,7670°	27,37°	35,6487°	35,75°
	30,2904°	30,30°	45,5049°	45,44°
	32,8562°	32,80°	49,6739°	49,70°
	33,7837°	33,59°		
	39,7695°	39,95°		
	43,1433°	43,38°		
	46,1690°	46,31°		
	47,0760°	47,06°		
	48,3308°	48,24°		
Zeolit X (1,5)	22,0696°	22,47°	31,6629°	31,70°
	23,7875°	23,58°	35,8484°	35,75°
	24,6427°	24,64°	44,4637°	44,16°
	26,5852°	26,65°	47,2182°	47,30°
	28,1677°	27,37°	48,5537°	48,51°
	31,0081°	30,94°		
	33,8589°	33,59°		
	42,4394°	42,59°		
	46,1889°	46,31°		
	49,7849°	49,82°		
Zeolit X (2)	23,6746°	23,58°	22,0120°	21,67°
	24,5303°	24,64°	31,7988°	31,70°
	26,4975°	26,65°	35,6958°	35,75°
	27,7870°	27,37°	42,2104°	42,19°
	30,2323°	30,30°	44,9046°	44,80°
	33,7663°	33,59°	49,6598°	49,70°
	47,1351°	47,06°		
	48,2076°	48,24°		
Zeolit X (1,5+TEOS)	20,9599°	21,00°	22,0308°	21,67°
	23,6641°	23,58°	22,7713°	22,85°
	24,5615°	24,64°	26,0875°	26,11°
	25,7067°	25,41°	31,5673°	31,70°
	26,4644°	26,65°	35,7413°	35,75°
	27,9112°	27,37°	42,2526°	42,19°
	30,3744°	30,30°	44,5559°	44,80°
	33,7597°	33,59°	48,4235°	48,51°
	46,0867°	46,31°	49,6308°	49,70°
	47,1222°	47,06°		

L.5.2 Penentuan Parameter Kisi dengan Metode Le Bail Program Rietica

1. Zeolit X Rasio 1

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 25.612293 0.003254 0.032677
                  25.612293 0.003254 0.032677
                  25.612293 0.003254 0.032677
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
VOLUME          = 168.013962
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 13.31 | 10.40 | 9.17 | 0.708 | 1.218 | 1335 |
+-----+
|SUMYDIF|SUMYOBS|SUMYCALC|SUMWYOBSSQ|GOF|CONDITION|
+-----+
|0.2014E+05|0.1514E+06|0.1512E+06|0.1586E+06|0.1285E+01|0.2476E+18|
+-----+

```

2. Zeolit X Rasio 1,5

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 24.937561 -0.000628 0.028190
                  24.937561 -0.000628 0.028190
                  24.937561 -0.000628 0.028190
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
VOLUME          = 155.082184
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 16.87 | 15.98 | 21.91 | 0.760 | 0.759 | 1036 |
+-----+
|SUMYDIF|SUMYOBS|SUMYCALC|SUMWYOBSSQ|GOF|CONDITION|
+-----+
|0.1902E+05|0.1127E+06|0.1125E+06|0.2158E+05|0.1406E+01|0.1975E+20|
+-----+

```

3. Zeolit X Rasio 2

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 25.084824 0.003372 0.005689
                  25.084824 0.003372 0.005689
                  25.084824 0.003372 0.005689
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
VOLUME          = 157.845840
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 16.31 | 17.17 | 8.43 | 0.341 | 0.528 | 1335 |
+-----+
|SUMYDIF|SUMYOBS|SUMYCALC|SUMWYOBSSQ| GOF |CONDITION|
+-----+
|0.3089E+05|0.1894E+06|0.1898E+06|0.1878E+06|0.3146E+01|0.8797E+18|
+-----+

```

4. Zeolit X Rasio 1,5 dengan penambahan TEOS

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 25.147282 -0.005587 0.018743
                  25.147282 -0.005587 0.018743
                  25.147282 -0.005587 0.018743
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
                  90.000008 0.000000 0.000000
VOLUME          = 159.027832
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 14.42 | 13.18 | 8.43 | 0.346 | 0.792 | 1335 |
+-----+
|SUMYDIF|SUMYOBS|SUMYCALC|SUMWYOBSSQ| GOF |CONDITION|
+-----+
|0.2330E+05|0.1616E+06|0.1622E+06|0.1879E+06|0.2446E+01|0.6185E+16|
+-----+

```

L.5.3 Jarak Antarpartikel

Persamaan Bragg

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

 d_{hkl} = Jarak antarbidang atom dalam kristal (Å);

 λ = Panjang gelombang radiasi (nm)

 θ = Sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (731)

1. Zeolit X rasio 1

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

$$^{\circ}2\theta = 27,7670$$

$$\theta = 13,8835$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1540598 \text{ nm}}{2 \sin 13,8835} = 3,21292 \text{ \AA}$$

2. Zeolit X rasio 1,5

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

$$^{\circ}2\theta = 28,1667$$

$$\theta = 14,0834$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1540598 \text{ nm}}{2 \sin 14,0834} = 3,16813 \text{ \AA}$$

3. Zeolit X rasio 2

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

$$^{\circ}2\theta = 27,7870$$

$$\theta = 13,8935$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1540598 \text{ nm}}{2 \sin 13,8935} = 3,21066 \text{ \AA}$$

4. Zeolit X rasio 1,5 dengan penambahan TEOS

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

$$^{\circ}2\theta = 27,9112$$

$$\theta = 13,9556$$

$$d_{hkl} = \frac{0,1540598 \text{ nm}}{2 \sin 13,9556} = 3,19665 \text{ \AA}$$

L.5.4 Ukuran Kristal Zeolit X

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,9)

λ = Panjang gelombang radiasi (nm)

β = Integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = Sudut difraksi dengan intensitas tertinggi, bidang (731)

1. Zeolit X rasio 1

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2\theta = 27,7670$$

$$\theta = 13,8835$$

$$\cos \theta = 0,97079$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,000876 \times 0,97079} = 163,0433 \text{ nm}$$

2. Zeolit X rasio 1,5

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2\theta = 28,1667$$

$$\theta = 14,0834$$

$$\cos \theta = 0,96994$$

$$\beta = \frac{0,0669}{180} \times 3,14 = 0,001167$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,001167 \times 0,96994} = 122,495 \text{ nm}$$

3. Zeolit X rasio 2

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2\theta = 27,7870$$

$$\theta = 13,8935$$

$$\cos \theta = 0,97074$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,000876 \times 0,97074} = 163,052 \text{ nm}$$

4. Zeolit X rasio 1,5 dengan penambahan TEOS

$$\lambda = 0,15406 \text{ nm}$$

$$^{\circ}2\theta = 27,9112$$

$$\theta = 13,9556$$

$$\cos \theta = 0,97048$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,000876 \times 0,97048} = 163,0954 \text{ nm}$$

L.5.5 Persentase Komposisi Zeolit Sintesis

L.5.5.1 Hasil Sintesis Zeolit Rasio 1

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{381,22}{539,63} \times 100 \% \\
 &= 70,650 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2. \text{ Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{158,41}{539,63} \times 100 \% \\
 &= 29,350 \%
 \end{aligned}$$

L.5.5.2 Hasil Sintesis Zeolit Rasio 1,5

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{193,98}{248,51} \times 100 \% \\
 &= 78,060 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2. \text{ Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{54,53}{248,51} \times 100 \% \\
 &= 21,940 \%
 \end{aligned}$$

L.5.5.3 Hasil Sintesis Zeolit Rasio 2

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{212,82}{337,83} \times 100 \% \\
 &= 63 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2. \text{ Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{125,01}{337,83} \times 100 \% \\
 &= 37 \%
 \end{aligned}$$

L.5.5.4 Hasil Sintesis Zeolit Rasio 1,5 dengan Penambahan TEOS

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar Zeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{235,16}{350,02} \times 100 \% \\
 &= 67,185 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 2. \text{ Kadar Zeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{114,86}{350,02} \times 100 \% \\
 &= 32,815 \%
 \end{aligned}$$

Lampiran 6

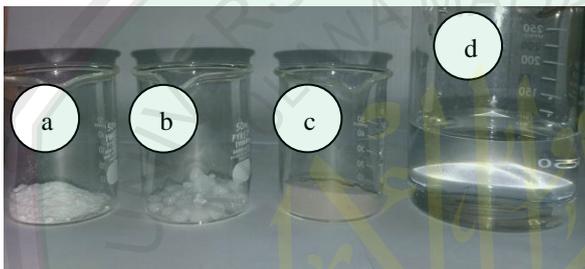
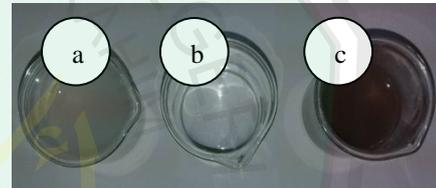
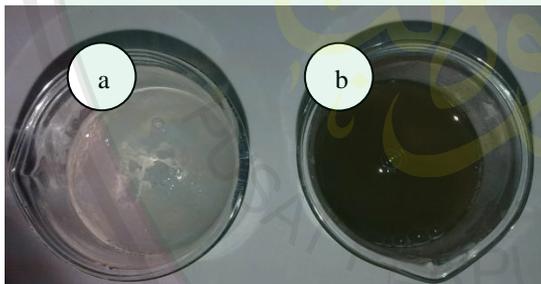
Dokumentasi



1. Abu vulkanik sebelum preparasi



2. Abu vulkanik setelah preparasi

3. Bahan sintesis rasio 1,5 (a) Al_2O_3 (b) NaOH (c) abu vulkanik (d) akuades4. Pelarutan bahan dengan akuades (a) Al_2O_3 (b) NaOH (c) abu vulkanik

5. Pelarutan bahan dengan larutan NaOH membentuk (a) Larutan natrium aluminat (b) Larutan natrium silikat



6. pH saat pencampuran semua bahan sintesis



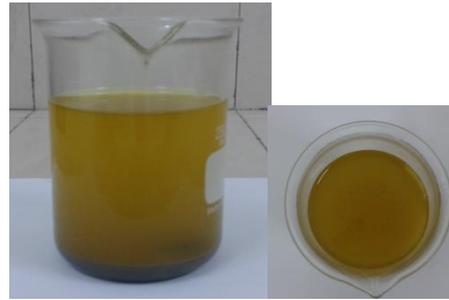
7. Proses pengadukan dengan magnetic stirrer



8. Proses pemeraman



10. Sampel dalam botol pp hidrotomal



9. Setelah pemeraman selama 1 jam



11. Proses kristalisasi zeolit di dalam oven



12. Proses pencucian zeolit sintesis



13. Zeolit sintesis setelah pencucian dengan akuades



14. Produk zeolit sintesis setelah pengeringan



15. Produk zeolit X sintesis rasio molar Si/Al (a)1; (b)1,5 ; dan (c) 2



16. Produk zeolit X sintesis rasio molar Si/Al 1,5 dengan penambahan bibit silika (TEOS)

Lampiran 7

Data JCPDS

1. Zeolit X

FAU

Na-X, Hydrated

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

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

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

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

2. Zeolit A

LTA

Linde Type A, Hydrated

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_{96}(\text{H}_2\text{O})_{216}] [\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{64}(\text{H}_2\text{O})_{326.71}] [\text{Si}_{96}\text{Al}_{96}\text{O}_{384}]$ CRYSTAL DATA: $Fm\bar{3}c$ (No. 226) $a = 24.61 \text{ \AA}$ $b = 24.61 \text{ \AA}$ $c = 24.61 \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$ X-ray single crystal refinement, $R_w = 0.04$ REFERENCE: V. Gramlich and W. M. Meier,
Z. Kristallogr. **133** 134–149 (1971).

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