

**SINTESIS ZSM-5 MENGGUNAKAN METODE TANPA PELARUT DAN  
HIDROTHERMAL DENGAN VARIASI PREKURSOR SILIKA, WAKTU  
PEMERAMAN DAN SUHU KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SAIDUN FIDDAROINI  
NIM. 18630084**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**SINTESIS ZSM-5 MENGGUNAKAN METODE TANPA PELARUT DAN  
HIDROTERMAL DENGAN VARIASI PREKURSOR SILIKA, WAKTU  
PEMERAMAN DAN SUHU KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SAIDUN FIDDAROINI  
NIM. 18630084**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

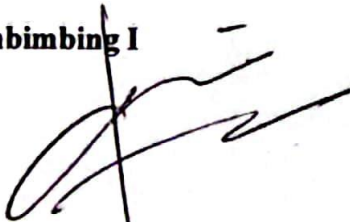
**SINTESIS ZSM-5 MENGGUNAKAN METODE TANPA PELARUT DAN  
HIDROTERMAL DENGAN VARIASI PREKURSOR SILIKA, WAKTU  
PEMERAMAN DAN SUHU KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SAIDUN FIDDAROINI  
NIM. 18630084**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:  
Tanggal: 22 April 2022**

**Pembimbing I**



**Susi Nurul Khalifah, M.Si  
NIP. 19851020 201903 2 012**

**Pembimbing II**



**Mujahidin Ahmad, M.Sc  
NIP. 19860512201903 1 002**

**Mengetahui  
Ketua Program Studi**



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

**SINTESIS ZSM-5 MENGGUNAKAN METODE TANPA PELARUT DAN  
HIDROTHERMAL DENGAN VARIASI PREKURSOR SILIKA, WAKTU  
PEMERAMAN DAN SUHU KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SAIDUN FIDDAROINI  
NIM. 18630084**


**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 17 Mei 2022**


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


**Anggota Penguji I : Fadilah Nor Laili Lutfia, M.Biotech  
NIDT. 63033**


**Anggota Penguji II : Susi Nurul Khalifah, M.Si  
NIP. 19851020 201903 2 012**

**Anggota Penguji III : Mujahidin Ahmad, M.Sc  
NIP. 19860512 201903 1 002**

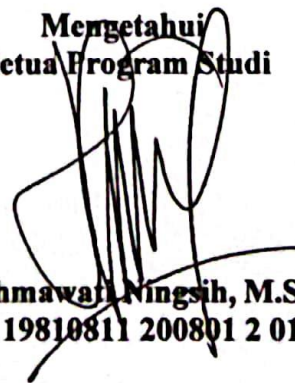
  
(.....)

  
(.....)

  
(.....)

  
(.....)

**Mengetahui  
Ketua Program Studi**

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

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Saidun Fiddaroini  
NIM : 18630084  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Sintesis ZSM-5 Menggunakan Metode Tanpa Pelarut dan Hidrotermal dengan Variasi Prekursor Silika, Waktu Pemeraman dan Suhu Kristalisasi

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

Yang membuat pernyataan

Malang, 15 Juni 2022



Saidun Fiddaroini

NIM. 18630084

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah wa syukurillah, saya ucapkan sebagai luapan rasa syukur kepada Allah SWT, Tuhan yang selalu memberikan rahmat kepada seluruh alam semesta. Sehingga berkat kasih sayang dan ridha-Nya yang tak akan pernah habis dan terputus ini, penulis dapat menikmati indahnya thalabul ilmi bersama dengan orang-orang ahli ilmu di badangnya masing-masing.. Shalawat Serta salam penulis ucapkan kepada junjungan umat muslim, nabi agung Muhammad SAW, atas segala kelimpahan syafa'at yang semoga saja kita dapatkan hingga hari kiamat nanti. Kiranya berkenan sebuah karya tulis ini saya persembahkan kepada:

1. Abi dan Umi tercinta yang tak pernah berhenti memberikan support berupa material dan spiritual, sehingga penelitian ini bisa berjalan dengan lancar hingga terciptanya sebuah karya ini.
2. Bapak dan Ibu dosen Kimia UIN Malang, terkhusus untuk pembimbing, Ibu Susi Nurul Khalifah dan Bapak Mujahidin Ahmad yang bersedia membimbing, memberikan petunjuk dan arahan serta beberapa patah kata wejangan, sehingga menuntaskan karya ini. KEPADANYA penulis ucapkan beribu banyak terimakasih.
3. Kepada penguji Ibu Suci Amalia dan Ibu Fadilah Nor Laili Lutfia, penulis mengucapkan banyak terimakasih telah memberikan banyak masukan hingga terwujudnya karya yang lebih baik dan sempurna.
4. Kepada laboran kimia UIN Malang, terkhusus Ibu Susilowati, Bapak Chalid Al-Ayubi, dan Ibu Isnaeni yang telah memberikan banyak pertolongan selama menjalani penelitian.
5. Terakhir penulis ucapkan terimakasih kepada teman-teman dan kakak tingkat yang telah membantu dalam menjalani penelitian, terkhusus Kak Tessa, Kak Wariatus, Arief, Dinda, Kiki, Farida, Rofiqhur, Irfan Fahmi, Faza Ardichy dan teman-teman lain yang mampu penulis ucapkan satu-persatu. Semoga kesuksesan selalu menyertai kalian.

## MOTTO

لَيْسَ بِخَيْرِكُمْ مَنْ تَرَكَ دُنْيَا هَـ لآخِرَتِهِ حَتَّى يُصِيبَ مِنْهُمَا جَمِيعًا فَإِنَّ الدُّنْيَا بَلَاعٌ إِلَى الآخِرَةِ وَلَا تَكُونُوا كَالَّذِينَ عَلَى النَّاسِ (رواه ابن عساکر عن انس)

*Artinya: Bukan orang yang terbaik diantaramu orang yang meninggalkan dunianya untuk akhiratnya dan yang meninggalkan akhiratnya untuk dunianya, sesungguhnya dunia ini bakal ke akhirat, dan janganlah kamu menjadi beban atas manusia. (H. R. Ibnu Asakir dari Anas)*

مَنْ أَرَادَ الدُّنْيَا فَعَلَيْهِ بِالْعِلْمِ, وَمَنْ أَرَادَ الآخِرَةَ فَعَلَيْهِ بِالْعِلْمِ, وَمَنْ أَرَادَهُمَا فَعَلَيْهِ بِالْعِلْمِ

*“Barangsiapa yang ingin sukses di dunia maka hendaklah dengan ilmu, barangsiapa yang ingin sukses di akhirat maka hendaklah dengan ilmu, dan barangsiapa yang ingin sukses pada keduanya (dunia dan akhirat) maka hendaklah dengan ilmu (pula)” –Imam Syafi’i*

قَالَ النَّبِيُّ صَلَّى اللهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ كُنْ عَالِمًا أَوْ مُتَعَلِّمًا أَوْ مُسْتَمِعًا أَوْ مُحِبًّا وَلَا تَكُنْ خَامِسًا فَتَهْلِكَ (رواه بيهقي)

*“Nabi Muhammad SAW bersabda: Jadilah engkau orang berilmu, atau Orang yang menuntut ilmu, atau Orang yang mau mendengarkan ilmu, atau Orang yang menyukai ilmu. dan janganlah engkau menjadi orang yang kelima maka kamu akan celaka” (HR. Baihaqi).*

بُعْدًا إِلَّا اللهُ مِنْ يَزِدُّ لَمْ يَهْدِ يَزِدُّ وَلَمْ يَزِدَّ مِنْ

*Artinya: “Barang siapa ilmunya bertambah, namun tidak dibarengi dengan bertambahnya petunjuk (ketakwaan), maka ia semakin jauh dari Allah.”*

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT yang karena-Nya kami diberi kesehatan dan kenikmatan. Sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dengan judul “Sintesis ZSM-5 Menggunakan Metode Tanpa Pelarut dan Hidrotermal dengan Variasi Prekursor Silika, Waktu Pemeraman dan Suhu Kristalisasi“. Shalawat serta salam kita haturkan kepada baginda kita yakni Nabi besar Muhammad ﷺ yang telah memberikan tuntunan dan suri tauladan yang baik kepada kita semua, sehingga dalam proses penelitian ini tidak terlepas dari nilai-nilai kehidupan yang menjadikan Allah SWT sebagai tujuan akhir, sebagaimana yang telah diajarkan oleh Rasulullah ﷺ bahwa semua harus diniatkan kepada Allah SWT. Semoga kita menjadi umat yang pandai dalam mensyukuri segala nikmat yang telah diberikan Allah SWT, dan dengan harapan kelak mendapat syafaat dari baginda Nabi Muhammad ﷺ. Amin.

Penelitian ini dibuat untuk memenuhi syarat melakukan penelitian guna mendapatkan gelar sarjana sains. Penelitian ini dapat disusun karena dukungan, motivasi serta bimbingan dari berbagai pihak. Tiada kata yang patut terucap untuk menguntai sedikit makna kebahagiaan ini. Oleh karena itu, izinkanlah penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada:

1. Keluarga terutama orang tua kami dan teman-teman selaku pendukung serta pemberi semangat.
2. Teman-teman sekelas dan seangkatan (krypton) yang selalu memberikan dukungan dan semangat yang tak pernah berhenti.
3. Dosen Pembimbing Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Sc selaku pembimbing I dan Bapak Mujahidin Ahmad, M.Sc selaku pembimbing II, karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabaran beliau-beliau penulisan proposal penelitian ini dapat terselesaikan.
4. Prof. Dr. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.



6. Rachmawati Ningsih, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulis menyadari bahwa proposal skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga laporan ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru, bermanfaat bagi kita semua dan untuk peradaban yang akan datang, Amin.

Malang, Juni 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xvi</b>
<b>المخلص</b> .....	<b>xvii</b>
<b>BAB I: PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	8
1.3 Tujuan Penelitian .....	9
1.4 Batasan Masalah .....	9
1.5 Manfaat Penelitian .....	10
1.5.1 Bagi Penulis .....	10
1.5.2 Bagi Masyarakat dan Pembaca .....	10
<b>BAB II: TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>11</b>
2.1 Definisi dan Karakteristik Zeolit .....	11
2.2 Definisi dan Manfaat ZSM-5 .....	15
2.3 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Penggerusan.....	18
2.4 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal.....	29
2.5 Karakterisasi ZSM-5 .....	30
<b>BAB III: METODE PENELITIAN</b> .....	<b>37</b>
3.1 Waktu dan Tempat Praktikum .....	37
3.2 Alat dan Bahan .....	38
3.2.1 Alat .....	38
3.2.2 Bahan .....	38
3.3 Rancangan Penelitian .....	38
3.4 Tahapan Penelitian .....	40

3.5	Prosedur Penelitian.....	40
3.5.1	Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel .....	40
3.5.2	Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS.....	40
3.5.3	Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal .....	42
3.5.4	Karakterisasi .....	42
3.5.4.1	Karakterisasi menggunakan XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	42
3.5.4.2	Karakterisasi menggunakan SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	43
3.5.4.3	Karakterisasi menggunakan FTIR ( <i>Fourier Transform Infrared</i> ).....	43
3.6	Analisis Data .....	43
<b>BAB IV:</b>	<b>HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>45</b>
4.1	Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel .....	45
4.1.1	Sintesis Silika Gel Sebagai Prekursor Sintesis Zeolit .....	45
4.1.2	Pengaruh Lama Penggerusan.....	47
4.1.3	Pengaruh Waktu Pemeraman.....	50
4.1.4	Pengaruh Suhu Kristalisasi .....	51
4.2	Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS .....	54
4.2.1	Pengaruh Suhu Kristalisasi .....	55
4.2.2	Pengaruh Kalsinasi .....	60
4.2.3	Pengaruh Sumber Silika Terhadap Sintesis ZSM-5 .....	64
4.3	Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal.....	66
<b>BAB V:</b>	<b>PENUTUP .....</b>	<b>70</b>
5.1	Kesimpulan.....	70
5.2	Saran .....	71
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>72</b>	
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>75</b>	

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Karakteristik dari berbagai jenis zeolit .....	12
Tabel 2.2 Derajat kristalinitas ZSM-5 yang disintesis dengan waktu <i>aging</i> .....	25
Tabel 3.1 Jadwal kegiatan penelitian .....	37
Tabel 3.2 Rincian sampel pada setiap variasi .....	39
Tabel 4.1 Analisis serapan panjang gelombang .....	63
Tabel L.8.1 Derajat kristalinitas ZSM-5 .....	121

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur zeolit.....	11
Gambar 2.2 Struktur kerangka ZSM-5.....	16
Gambar 2.3 Sistem <i>channel</i> dalam ZSM-5.....	17
Gambar 2.4 Struktur 2D dan 3D dari ZSM-5.....	18
Gambar 2.5 Struktur Tetraetil ortosilikat (TEOS).....	19
Gambar 2.6 Struktur <i>Sodium aluminat</i> ( $\text{NaAlO}_2$ ).....	20
Gambar 2.7 Hasil XRD sintesis ZSM-5 dengan variasi suhu.....	22
Gambar 2.8 Pengaruh suhu kristalisasi terhadap produk ZSM-5.....	23
Gambar 2.9 Pengaruh waktu <i>aging</i> terhadap sintesis ZSM-5.....	25
Gambar 2.10 XRD sintesis ZSM-5 metode 50 menit penggerusan.....	27
Gambar 2.11 Proses interaksi TPABr dengan zeolit.....	28
Gambar 2.12 Interaksi TPABr pada kerangka MFI.....	28
Gambar 2.13 Hasil XRD ZSM-5 sebelum dan setelah kalsinasi.....	29
Gambar 2.14 Peristiwa difraksi.....	31
Gambar 2.15 Hasil XRD dari ZSM-5.....	32
Gambar 2.16 Morfologi ZSM-5 diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 10.000 kali.....	34
Gambar 2.17 Spektrum FTIR ZSM-5.....	35
Gambar 2.18 ZSM-5 sebelum dan setelah kalsinasi.....	36
Gambar 4.1 Pembentukan silika gel dari TEOS.....	45
Gambar 4.2 Hasil XRD silika gel.....	46
Gambar 4.3 Hasil karakterisasi silika gel menggunakan SEM.....	47
Gambar 4.4 Difraktogram pengaruh pemberian waktu <i>aging</i> terhadap produk akhir reaksi.....	48
Gambar 4.5 Ilustrasi penggerusan.....	49
Gambar 4.6 Pengaruh lama penggerusan.....	50
Gambar 4.7 Proses kristalisasi.....	51
Gambar 4.8 Hasil difraktogram pengaruh suhu kristalisasi terhadap produk akhir reaksi.....	52
Gambar 4.9 Hasil citra SEM produk dengan variasi suhu.....	54
Gambar 4.10 Hasil difraktogram pengaruh suhu kristalisasi terhadap produk akhir reaksi.....	56
Gambar 4.11 Hasil citra SEM produk ZSM-5 dengan prekursor TEOS perbesaran 10000x pada daerah yang berbeda.....	59
Gambar 4.12 Ilustrasi zeolite sebelum dan setelah kalsinasi.....	61
Gambar 4.13 Difraktogram pengaruh kalsinasi pada setelah kristalisasi pada suhu 160°C.....	62
Gambar 4.14 Hasil analisa FTIR sebelum dan setelah kalsinasi.....	63
Gambar 4.15 Produk ZSM-5 dengan sumber silika TEOS dan silika gel.....	66
Gambar 4.16 Hasil difraktogram ZSM-5 yang disintesis melalui metode hidrotermal.....	67
Gambar 4.17 Hasil citra SEM produk ZSM-5 dengan metode hidrotermal.....	68
Gambar 4.18 Ukuran salah satu partikel ZSM-5.....	69
Gambar L.5.1 XRD standar ZSM-5.....	111
Gambar L.5.2 XRD standar $\text{NaSiO}_3$ .....	111
Gambar L.5.2 XRD standar $\text{NaAlO}_2$ .....	111

Gambar L.6.1 Hasil karakterisasi silika gel menggunakan SEM.....	112
Gambar L.6.2.a Karakterisasi ZSM-5 prekursor silika gel suhu 120°C.....	113
Gambar L.6.2.b Karakterisasi ZSM-5 prekursor silika gel suhu 140°C .....	114
Gambar L.6.2.c Karakterisasi ZSM-5 prekursor silika gel suhu 160°C.....	114
Gambar L.6.3.a Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 120°C.....	115
Gambar L.6.3.b Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 140°C .....	116
Gambar L.6.3.c Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 160°C.....	116
Gambar L.6.3.d Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 180°C .....	117
Gambar L.6.4 Hasil citra SEM produk ZSM-5 dengan metode hidrotermal....	118
Gambar L.7.1 FTIR ZSM-5 sebelum kalsinasi .....	119
Gambar L.7.2 FTIR ZSM-5 setelah kalsinasi .....	119
Gambar L.8.2 Hasil XRD ZSM-5 .....	121

**DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1 Tahapan Penelitian .....	80
Lampiran 2 Diagram Alir Percobaan .....	81
L.2.1 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel.....	81
L.2.2 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS .....	83
L.2.3 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal .....	84
L.2.4 Karakterisasi .....	84
Lampiran 3 Perhitungan Kimia.....	86
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi XRD .....	87
Lampiran 5 Data XRD Standar .....	109
Lampiran 6 Hasil Karakterisasi SEM .....	112
Lampiran 7: Hasil Karakterisasi FTIR.....	119
L.7.1 ZSM-5 Sebelum Kalsinasi .....	119
L.7.2 ZSM-5 Setelah Kalsinasi .....	119
Lampiran 8 Perhitungan dan Analisis Data .....	120
L.8.1 Analisis Ukuran Kristal ZSM-5 Metode Hidrotermal Berdasarkan XRD .....	120
L.8.2 Analisis Kristalinitas ZSM-5 yang disintesis dengan Metode Hidrotermal .....	121

## ABSTRAK

Fiddaroini, Saidun. 2022. **Sintesis ZSM-5 Menggunakan Metode Tanpa Pelarut dan Hidrotermal dengan Variasi Prekursor Silika, Waktu Pemeraman dan Suhu Kristalisasi**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Susi Nurul Khalifah, M.Si; Pembimbing II: Mujahidin Ahmad, M.Sc.

---

**Kata Kunci:** ZSM-5, Tanpa Pelarut, Hidrotermal, TEOS, Natrium Aluminat

ZSM-5 telah disintesis menggunakan metode bebas pelarut untuk meminimumkan limbah dan penggunaan reagen. Selain itu, ZSM-5 juga disintesis melalui metode hidrotermal. Karakteristik ZSM-5 dipelajari dengan menggunakan variasi prekursor silika, waktu pemeraman, lama penggerusan dan suhu kristalisasi.

ZSM-5 disintesis dengan metode tanpa pelarut dengan prekursor silika gel dari TEOS dengan variasi penggerusan 15 dan 60 menit, waktu pemeraman 0 dan 60 menit serta suhu kristalisasi 120; 140 dan 160°C. Sintesis ZSM-5 disintesis dengan metode tanpa pelarut dengan prekursor TEOS cair dengan variasi suhu kristalisasi 120; 140; 160 dan 180 °C serta analisis kemurnian setelah kalsinasi menggunakan instrumen FTIR. Sintesis ZSM-5 juga dilakukan dengan metode hidrotermal untuk mengetahui karakteristik ZSM-5 dengan metode penggunaan pelarut. Karakteristik hasil sintesis diketahui melalui analisis dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur zeolit, spektroskopi inframerah (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dan SEM untuk mengetahui morfologi.

ZSM-5 yang disintesis metode tanpa pelarut menggunakan prekursor silika gel dengan variasi penggerusan 15 dan 60 menit tidak menghasilkan perbedaan produk yang signifikan. Waktu pemeraman 60 menit menghasilkan produk yang lebih baik dengan rendahnya intensitas reaktan. Sedangkan peningkatan suhu kristalisasi (160 °C) menghasilkan produk ZSM-5 yang lebih baik dengan intensitas reaktan hasil XRD yang tinggi dan hasil morfologi menghasilkan ukuran kristal yang lebih jelas. ZSM-5 yang disintesis menggunakan metode tanpa pelarut menggunakan prekursor TEOS dengan variasi suhu kristalisasi menghasilkan hasil terbaik pada suhu 160 °C dengan intensitas produk yang lebih baik dan morfologi produk yang lebih jelas. Sedangkan suhu kristalisasi 180 °C menghasilkan produk yang lebih berbeda. ZSM-5 setelah kalsinasi menunjukkan serapan lebih kuat pada bilangan gelombang 473  $\text{cm}^{-1}$  yang menunjukkan cincin ganda dari *pentasyl framework composing* dari zeolit tipe MFI. Sintesis ZSM-5 dengan metode hidrotermal menghasilkan produk amorf dan memiliki morfologi yang lebih jelas dengan bentuk yang dapat diukur.



## ABSTRACT

Fiddaroini, Saidun. 2022. **Synthesis of ZSM-5 Using Solvent and Hydrothermal Method with Variation of Silica Precursor, Aging Time and Crystallization Temperature.** Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I: Susi Nurul Khalifah, M.Si; Supervisor II: Mujahidin Ahmad, M.Sc.

---

Keywords: ZSM-5, Solvent-free, Hydrothermal, TEOS, Sodium Aluminate

ZSM-5 was synthesized using a solvent-free method and minimized waste and reagent use. In addition, ZSM-5 was also synthesized through a hydrothermal method. The characteristics of ZSM-5 were studied using variations of silica precursor, curing time, grinding time and crystallization temperature.

ZSM-5 was synthesized by the solvent-free method with silica gel as a precursor from TEOS with variations of grinding 15 and 60 minutes, curing time 0 and 60 minutes and crystallization temperature 120; 140 and 160°C. Synthesis ZSM-5 was synthesized by a solvent-free method with liquid TEOS precursors carried out with various crystallization temperatures of 120; 140; 160 and 180°C and purity analysis after calcination using FTIR instrument. The synthesis of ZSM-5 was also carried out using the hydrothermal method to determine the characteristics of ZSM-5 by using a solvent method. The characteristics of the synthesized results are known through analysis by X-ray diffraction (XRD) to determine the structure of the zeolite, infrared spectroscopy (FTIR) to determine the functional group and SEM to determine the morphology.

ZSM-5 which was synthesized by the solventless method using silica gel as a precursor with grinding variations of 15 and 60 minutes did not produce a significant difference in product. The curing time of 60 minutes resulted in a better product with a lower reactant intensity. Meanwhile, increasing the crystallization temperature (160°C) resulted in a better ZSM-5 product with a high XRD reactant intensity and the morphological results resulted in a clearer crystal size. ZSM-5 which was synthesized using a solvent-free method using TEOS precursors with various crystallization temperatures produced the best results at 160°C with better product intensity and clearer product morphology. While the crystallization temperature of 180°C produces a more different product. ZSM-5 after calcination showed stronger absorption at a wave number of 473 cm<sup>-1</sup> which indicated a double ring of pentasil framework composing of MFI type zeolite. The synthesis of ZSM-5 using the hydrothermal method produced amorphous products and had a clearer morphology with a measurable shape.

## الملخص

في الدارين، سعيد. 2022. توليف ZSM-5 باستخدام طريقة المذيبات و الحرارية المائية مع اختلاف سلائف السيليكا و وقت المعالجة و درجة حرارة التبلور. بحث علمي. قسم الكيمياء بكلية العلوم و التكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: سوسي نور الخليفة، الماجستير؛ المشرف الثاني: مجاهد أحمد، الماجستير.

الكلمات المفتاحية: ZSM-5، خالي من المذيبات،الحرارية المائية، TEOS، ألومينات الصوديوم

تم تصنيع ZSM-5 باستخدام طريقة خالية من المذيبات وتقليل النفايات واستخدام الكاشف. بالإضافة إلى ذلك، تم تصنيع ZSM-5 أيضًا من خلال طريقة مائية حرارية. تمت دراسة خصائص ZSM-5 باستخدام اختلافات سلائف السيليكا ووقت المعالجة ووقت الطحن ودرجة حرارة التبلور.

تم تصنيع ZSM-5 بطريقة خالية من المذيبات مع هلام السيليكا كسلائف من TEOS مع اختلافات طحن 15 و 60 دقيقة، ووقت المعالجة 0 و 60 دقيقة ودرجة حرارة التبلور 120؛ 140 و 160 درجة مئوية. تم تصنيع التخليق ZSM-5 بطريقة خالية من المذيبات مع سلائف TEOS سائلة نفذت بدرجات حرارة تبلور مختلفة تبلغ 120؛ 140؛ 160 و 180 درجة مئوية وتحليل النقاء بعد التكليس باستخدام أداة FTIR. تم إجراء تصنيع ZSM-5 أيضًا باستخدام الطريقة المائية الحرارية لتحديد خصائص ZSM-5 باستخدام طريقة المذيبات. تُعرف خصائص النتائج المركبة من خلال التحليل عن طريق حيود الأشعة السينية (XRD) لتحديد بنية الزيوليت، والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء (FTIR) لتحديد المجموعة الوظيفية و SEM لتحديد التشكل.

لم ينتج عن ZSM-5 الذي تم تصنيعه بطريقة خالية من المذيبات باستخدام هلام السيليكا كسلعة مع اختلافات طحن تتراوح بين 15 و 60 دقيقة فرقًا كبيرًا في المنتج. نتج عن وقت المعالجة البالغ 60 دقيقة منتجًا أفضل مع كثافة مفاعل أقل. وفي الوقت نفسه، أدت زيادة درجة حرارة التبلور (160 درجة مئوية) إلى منتج ZSM-5 أفضل مع كثافة عالية لتفاعل XRD وأدت النتائج المورفولوجية إلى حجم بلوري أوضح. أنتج ZSM-5 الذي تم تصنيعه باستخدام طريقة خالية من المذيبات باستخدام سلائف TEOS مع درجات حرارة تبلور مختلفة أفضل النتائج عند 160 درجة مئوية مع كثافة أفضل للمنتج ومورفولوجيا منتج أكثر وضوحًا. بينما تنتج درجة حرارة التبلور البالغة 180 درجة مئوية منتجًا أكثر اختلافًا. أظهر ZSM-5 بعد التكليس امتصاصًا أقوى عند رقم موجي يبلغ 473 سم<sup>-1</sup> مما يشير إلى حلقة مزدوجة من إطار البنتاسيل المكون من زيوليت من نوع MFI. أنتج تخليق ZSM-5 باستخدام الطريقة الحرارية المائية منتجات غير متبلورة وكان لها شكل أوضح مع شكل قابل للقياس.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat berongga yang terbentuk atas atom-atom silikon (Si) dan aluminium (Al) yang terkoordinasi secara tetrahedral dan dihubungkan oleh oksigen dengan kation penyeimbang muatan berupa unsur golongan alkali atau alkali tanah yang mengisi rongga. Rumus senyawa dalam zeolit pada umumnya adalah  $M_{x/n} \{(AlO_2)_x (SiO_2)_y\} \cdot zH_2O$ . Simbol (M) menunjukkan kation yang berasal dari golongan alkali dan alkali tanah, (n) menunjukkan valensi logam alkali atau alkali tanah ( $\{ \}$ ) menunjukkan kerangka alumina, (z) menunjukkan jumlah molekul air terhidrat, sedangkan (x dan y) menunjukkan tetrahedron per unit sel (Noor Muhammad dan Saleh Muhammad, 2021).

Berdasarkan asalnya, zeolit dapat dibagi menjadi dua, yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam dapat dibentuk dari reaksi air pori dengan berbagai bahan seperti gelas, *plagioklas*, silika, maupun *poorly crystalline clay*. Zeolit alam biasanya ditemukan secara tidak murni. Ketidakmurnian tersebut bermaksud bahwa zeolit masih bercampur dengan mineral-mineral maupun oksida-oksida lain yang bukan merupakan komponen zeolit. Selain itu, kadar dan komponen mineral penyusun zeolit alam berbeda di setiap daerah. Perbedaan tersebut bergantung pada proses alam yang terjadi dalam pembentukan zeolit. Sedangkan zeolit sintetik adalah suatu zeolit yang memiliki sifat fisik dan sifat kimia yang sama dengan zeolit alam tetapi diperoleh dengan cara sintesis. Zeolit sintetik memiliki beberapa

keunggulan berupa kemurniannya yang lebih tinggi dari zeolit alam dan dapat direkayasa karakteristiknya, seperti ukuran kristal dan pori (Baile dkk, 2019).

ZSM-5 merupakan salah satu jenis zeolit sintetis yang memiliki rasio mol Si/Al bervariasi antara 10-1000. ZSM-5 memiliki beberapa keunikan sifat seperti luas permukaan yang tinggi, stabilitas asam, mampu digunakan sebagai pertukaran ion (*ion exchange*), selektivitas tinggi dan stabilitas termal. Keunikan sifat-sifat tersebut membuat ZSM-5 dapat digunakan sebagai katalis, adsorben serta pertukaran ion. ZSM-5 dengan ukuran pori sempit (rata-rata sekitar 0.55 nm) dapat digunakan sebagai katalis dalam konversi bioetanol menjadi bioetilen dengan selektivitas etilena yang meningkat seiring dengan kenaikan suhu reaksi (Nurdin, Ali dkk. 2018), pereaksi *de-waxing* dalam proses-proses seperti konversi metanol menjadi gasoline dan olefin, *hydrocracking*, alkilasi benzena, reduksi NO<sub>x</sub> dan oksidasi parsial metana serta sebagai adsorben logam berat seperti Cu, Cd dan Pb (Mukti dan Rino, 2015). Pengaplikasian ZSM-5 yang cukup luas tersebut membutuhkan sintesis yang mudah dan ekonomis dalam jumlah besar untuk memenuhi kebutuhan permintaan industri yang tinggi.

Terdapat banyak sekali metode dalam sintesis ZSM-5, tetapi dalam prosesnya menggunakan pelarut (Hartati dkk, 2019). Pada umumnya, sintesis ZSM-5 menggunakan metode yang memproduksi limbah cair serta proses yang rumit. Seperti halnya dalam sintesis ZSM-5 menggunakan metode hidrotermal yang membutuhkan temperatur yang tinggi dan proses pembuatan material membutuhkan waktu reaksi yang sangat panjang (Ghanizadeh dkk, 2013). Sedangkan penelitian terbaru lebih berfokus pada proses yang meminimumkan limbah dan penggunaan reagen untuk keberlangsungan ekosistem jangka panjang

agar tidak merusak alam. Perintah untuk tidak membuat kerusakan telah ditetapkan oleh Allah SWT dalam firmanNya pada Al-Qasas [28]: 77 yang berbunyi:

وَابْتَغِ فِيمَا آتَاكَ اللَّهُ الدَّارَ الْآخِرَةَ وَلَا تَنْسَ نَصِيبَكَ مِنَ الدُّنْيَا وَأَحْسِنْ كَمَا أَحْسَنَ اللَّهُ إِلَيْكَ وَلَا تَبْغِ  
الْفُسَادَ فِي الْأَرْضِ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ الْمُفْسِدِينَ (77)

Artinya: *“Dan carilah (pahala) negeri akhirat dengan apa yang telah dianugerahkan Allah kepadamu, tetapi janganlah kamu lupakan bagianmu di dunia dan berbuatbaiklah (kepada orang lain) sebagaimana Allah telah berbuat baik kepadamu, dan janganlah kamu berbuat kerusakan di bumi. Sungguh, Allah tidak menyukai orang yang berbuat kerusakan.”* (Al-Qasas [28]: 77)

Pada akhir ayat tersebut, Allah menekankan kepada kita agar tidak membuat kerusakan di muka bumi ini. Para *mufassir* memberikan pendapat mengenai makna “kerusakan” dalam ayat tersebut. Syaikh Abdurrahman as-Sa’di dalam kitabnya Taisiirul Kariimir Rahmaan yang mengutip dari tafsir Ibnu Katsir, meriwayatkan dari Abu Saleh, dari Ibnu Abbas serta dari Murrâh At-Tabib Al Hamdani, dari Ibnu Mas’ud berkata, “Melakukan maksiat di muka bumi (dinamakan) “berbuat kerusakan” karena perbuatan tersebut dapat menimbulkan rusaknya sesuatu yang ada di muka bumi (Ibnu Katsir, 2002). Penjelasan lebih rinci dijelaskan dalam Tafsir Al-Maraghi dimana menyebutkan larangan untuk tidak menyebarkan kerusakan di muka bumi. Selain itu, juga bertindak sebagai metode pencegahan agar manusia tidak membuat kehancuran di bumi (Al-Maraghi, 2000). Sedangkan Tafsir Al-Misbah menafsirkan kerusakan dengan “Tidak berkeliaran di muka bumi untuk menyebabkan kerusakan” dengan mengacu pada upaya menjaga kelestarian dan kemakmuran alam semesta, menjaga kebersihan lingkungan, mencegah penggunaan air berlebihan dan makanan yang boros (Shihab, 2009). Makna tersebut tidak hanya sebagai perintah untuk tidak membuat kerusakan, akan tetapi secara

implisit bermakna juga sebagai upaya selalu menjaga kelestarian alam. Sehingga terciptanya lingkungan hidup yang berkesinambungan dan terawat dengan meminimumkan limbah dan memaksimalkan pemakaian bahan. Hal ini perlu dilakukan karena manusia diciptakan oleh Allah sebagai *khalifah* di bumi.

Menurut tafsir Al- Misbah, kata (خَلِيفَةً) *kh alifah* yang mulanya berarti yang menggantikan atau yang datang setelah siapa yang datang sebelumnya. Atas dasar inilah ada yang memahami kata khalifah disini dalam arti yang menggantikan Allah dalam menegakkan kehendak-Nya dan menerapkan ketetapanNya, tetapi bukan karena Allah tidak mampu atau menjadikan manusia sebagai Tuhan, namun karena Allah bermaksud menguji manusia dan memberinya penghormatan. Menurut beberapa pendapat, khalifah berarti golongan para nabi-nabi dan rasul-rasul; terdapat pula golongan syuhada', orang-orang saleh, ahli ibadah dan ahli ilmu atau yang disebut sebagai orang-orang yang berpikir (*ulul albab*). Allah SWT telah menyebut kata *ulul albab* dalam firmanNya yang tertuang dalam Al-Quran surah Ali-Imran [4]: 190.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاجْتِذَا فِي اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ (190)

*Artinya: "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal" (QS. Ali 'Imran [3]: 190).*

*Ulul albab* merupakan salah satu istilah dalam Al-Qur'an untuk menyebut manusia-manusia ahli ilmu yang diberi kemampuan untuk memperbaiki dan memanfaatkan apa yang ada di bumi ini (Shihab, 2002). Manusia dengan pengetahuannya yang tinggi dapat menemukan sebuah solusi untuk menyelesaikan dan memperbaiki

masalah di alam. Salah satunya adalah dengan menemukan cara untuk mensintesis ZSM-5 dengan menggunakan metode yang dapat meminimumkan efek samping berupa limbah yang ditimbulkan. Sehingga tidak merusak lingkungan dan tetap menjaga kelestarian alam.

Penelitian Nada dkk (2019) berhasil mensintesis ZSM-5 menggunakan metode tanpa *template* dengan hasil sintesis yang tinggi pada suhu yang relatif rendah ( $165^{\circ}\text{C}$ ) dan waktu yang lebih singkat (14 jam). Namun metode ini masih memiliki berbagai kelemahan. Salah satu kelemahan pada metode ini yaitu masih menggunakan pelarut dalam jumlah besar yang nantinya menghasilkan limbah cair organik dan anorganik serta penggunaan media air dalam jumlah besar yang diperlukan reaktor selama proses sintesis. Sehingga perlu adanya metode yang tepat dalam sintesis zeolit ZSM-5 yang lebih efisien dan ramah lingkungan. Nada dkk (2019) melanjutkan penelitian dengan mensintesis ZSM-5 menggunakan metode tanpa pelarut (*solvent free*). Penelitian tersebut menggunakan metode penggerusan dari sumber silika berupa  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , sumber aluminium berupa  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{NH}_4\text{Cl}$  untuk membentuk garam  $\text{NaCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{OH}$  untuk pembebasan  $\text{H}_2\text{O}$  dari senyawa terhidrat serta *template tetrabutylammonium bromida* (TBABr) sebagai pengarah struktur ZSM-5 dilakukan pemanasan pada suhu  $180^{\circ}\text{C}$  dan dikalsinasi pada suhu  $530^{\circ}\text{C}$  untuk membuka atau mengaktifkan pori-pori pada ZSM-5 serta menghilangkan *template* organik. Hasil XRD menunjukkan nilai RC (*Percent relative crystallinity*) sebesar 100% yang menunjukkan produk hasil sintesis telah terbentuk ZSM-5 murni tanpa adanya pengotor.

Metode tanpa pelarut (*solvent free*) dipilih karena merupakan teknik penting dalam *green chemistry* yang mana memungkinkan banyak senyawa dapat diperoleh

dan disintesis dengan cara yang efektif dan ramah lingkungan (Meng dan Xiao, 2014). Sintesis menggunakan metode tanpa pelarut memiliki berbagai kelebihan dibandingkan dengan metode sintetik klasik pada umumnya; keuntungan tersebut meliputi: (i) profil reaksi yang lebih aman, (ii) hasil produk yang lebih tinggi, (iii) waktu reaksi lebih cepat, (iv) selektivitas yang lebih tinggi dalam banyak reaksi, (v) proses yang lebih mudah, (vi) penggabungan maksimum reaktan ke dalam produk tujuan, (vii) meminimumkan energi untuk mendorong reaksi, (viii) dapat mencegah penggunaan pelarut berbahaya, dan (ix) dapat mencegah atau minimalisasi limbah maupun produk samping (Saadat, Atefah., 2018).

Sintesis ZSM-5 menggunakan metode bebas pelarut (*solvent free*) dapat dipengaruhi oleh suhu kristalisasi, lama penggerusan dan waktu pemeraman. Penelitian Nada dkk (2019) menggunakan  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , Silica gel ( $\text{SiO}_2$ ), TPABr,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , dan  $\text{Al}(\text{OH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  atau  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$  dengan variasi suhu 120-180°C menghasilkan bahwa pada suhu 180°C dan 160°C memiliki kristalinitas mencapai 100% dan 96%. Sedangkan pada suhu, 150°C dan 120°C berturut-turut, kristalinitas sebesar 55% dan 30% yang menunjukkan bahwa produk menunjukkan ZSM-5 standar tetapi dengan intensitas yang berkurang, dalam artian produk ZSM-5 tidak sepenuhnya berbentuk kristal. Kesimpulan yang didapat bahwa suhu yang terbaik pada sintesis ZSM-5 pada penelitian ini adalah 180°C.

Sintesis ZSM-5 melalui metode bebas pelarut dipengaruhi oleh lama penggerusan. Hal ini dikarenakan penggerusan merupakan proses terpenting dalam proses sintesis padat-padat (bebas pelarut) untuk menghasilkan produk baru (Prabawati dkk, 2020). Semakin lama waktu penggerusan yang diberikan, maka semakin banyak pula reaktan yang berinteraksi untuk membentuk produk baru.



Sehingga produk yang didapat akan lebih murni dan homogen (Utomo, 2011) dengan ukuran partikel yang lebih kecil dan seragam (Harjono dkk, 2018).

Selain suhu kristalisasi, waktu *aging* dapat mempengaruhi proses pembentukan kristal ZSM-5. Hal ini dikarenakan waktu *aging* memberikan perlakuan agar proses reaksi dapat berjalan. Selama proses *aging*, terjadi pembentukan nukleasi dan pertumbuhan kristal zeolit (Zhdanov dan Sammulevich, 1980). Waktu *aging* dapat mempengaruhi pembentukan prekursor ZSM-5 primer. Sehingga semakin lama waktu *aging* yang diberikan, maka semakin tinggi derajat kristalinitas ZSM-5 yang didapat (Goncalves dkk, 2008)

Setelah menjalani serangkaian proses sintesis, proses terakhir yang dilakukan adalah kalsinasi. Kalsinasi merupakan proses pemanasan suatu padatan pada suhu tinggi dengan tujuan untuk menghilangkan zat yang tidak diinginkan dengan cara menguapkan, mengoksidasi maupun membuatnya rapuh. Sehingga dalam bahasa lain, proses kalsinasi disebut juga dengan proses pemurnian. Penelitian Rohayati, dkk (2016) menunjukkan bahwa ZSM-5 yang dikalsinasi pada suhu 823°K dapat menghilangkan senyawa yang tidak diinginkan seperti *template* organik yang ditandai dengan menghilangnya spektra pada daerah C-H *stretching* dan *bending*. Hal ini menunjukkan proses kalsinasi juga dapat memurnikan ZSM-5 dari *template* organiknya.

Berdasarkan uraian tersebut menunjukkan bahwa suhu kristalisasi, waktu *aging* dan lama penggerusan dapat mempengaruhi pembentukan kristal ZSM-5. Begitupula kalsinasi dapat mempengaruhi kemurnian produk. Sehingga pada penelitian berfokus untuk mensintesis ZSM-5 menggunakan metode bebas pelarut (*solvent free*) dengan menggunakan dua prekursor silika yang berbeda, yaitu

dengan prekursor silika gel (Da Silva) dan prekursor *tetraethyl orthosilicate* (Baradaran dkk, 2013). Selain itu juga dilakukan variasi waktu *aging* (0 dan 60 menit), lama penggerusan (15 dan 60 menit), suhu kristalisasi (120; 140; 160 dan 180°C) serta pemberian dan tanpa kalsinasi. Kemudian dilakukan sintesis dengan bahan yang sama dengan menggunakan metode dengan pelarut (hidrotermal) untuk mengetahui keefektifan antar metode yang digunakan. Hasil kristal zeolit tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan kemurnian ZSM-5, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) untuk menganalisa gugus fungsi ZSM-5 hasil sintesis sebelum dan setelah kalsinasi serta SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi dan topografi dari sampel.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, rumusan masalah yang ditetapkan pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana karakteristik ZSM-5 yang disintesis dengan prekursor silika gel dengan variasi waktu pemeraman, lama penggerusan dan suhu kristalisasi?
2. Bagaimana karakteristik ZSM-5 yang disintesis dengan prekursor *tetraethyl orthosilicate* dengan variasi suhu kristalisasi dan kalsinasi?
3. Bagaimana karakteristik ZSM-5 yang disintesis dengan metode hidrotermal?

### 1.3 Tujuan

Berdasarkan rumusan masalah yang ditetapkan, maka tujuan yang didapat adalah:

1. Untuk mengetahui karakteristik ZSM-5 yang disintesis dengan prekursor silika gel dengan variasi waktu pemeraman, lama penggerusan dan suhu kristalisasi.
2. Untuk mengetahui karakteristik ZSM-5 yang disintesis dengan prekursor *tetraethyl orthosilicate* dengan variasi suhu kristalisasi dan kalsinasi.
3. Untuk mengetahui karakteristik ZSM-5 yang disintesis dengan metode hidrotermal.

### 1.4 Batasan Masalah

1. Sumber silika yang digunakan dalam sintesis zeolit ZSM-5 berasal dari *tetraethylortosilicate*.
2. Sumber Alumina yang digunakan dalam sintesis zeolit ZSM-5 berasal dari *sodium aluminate*.
3. Parameter yang digunakan adalah variasi prekursor (silika gel dan TEOS) lama penggerusan (15 dan 60 menit), waktu *aging* (0 dan 60 menit), suhu kristalisasi (120; 140; 160 dan 180°C) serta pemberian dan tanpa kalsinasi.
4. Karakterisasi yang digunakan pada hasil sintesis zeolit adalah XRD, FTIR dan SEM.
5. Rasio molar Si/Al pada penelitian ini adalah 20 mol.

## **1.5 Manfaat Penelitian**

### **1.5.1 Bagi Penulis**

Dapat mengetahui hubungan antara ilmu kimia secara teoritis dan praktis, khususnya pada metode sintesis dan karakterisasi ZSM-5 dari *tetraetil ortosilikat* dan *sodium aluminate* selama proses penelitian.

### **1.5.2 Bagi Masyarakat dan Pembaca**

Dapat memberikan informasi tentang proses sintesis ZSM-5 seperti:

1. Memberikan informasi mengenai proses sintesis ZSM-5 melalui metode tanpa pelarut (penggerusan) dan hidrotermal.
2. Memberikan informasi mengenai pengaruh suhu kristalisasi, lama penggerusan, prekursor silika, waktu aging, dan kalsinasi dalam proses sintesis ZSM-5 melalui metode bebas pelarut (penggerusan).

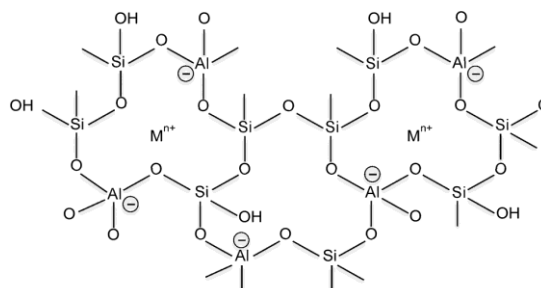
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

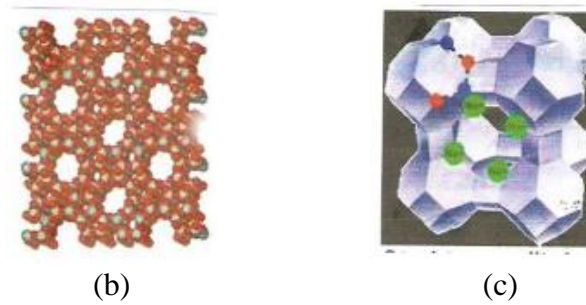
#### 2.1 Definisi dan Karakteristik Zeolit

Zeolit berasal dari bahasa Yunani yaitu “*zein*” yang berarti membusuk dan “*lithos*” yang berarti batu. Sehingga definisi zeolit secara bahasa adalah batu yang membusuk. Sedangkan secara istilah, zeolit merupakan mineral alumina silika terhidrat yang mengandung logam alkali maupun alkali tanah dan dapat mengikat air secara reversibel. Wujud dari zeolit berupa kristal lunak yang mudah untuk dihancurkan dan berwarna pucat. Zeolit pertama kali ditemukan oleh ahli mineralogi asal Swedia bernama Freiherr Axel Cronstedt pada tahun 1756 (Noertjahyani dan Sondari, 2009).

Zeolit tersusun dari pori-pori dan bagian pojok tetrahedral aluminosilikat ( $[\text{AlO}_4]^{4-}$  dan  $[\text{SiO}_4]^{5-}$ ) yang bergabung membentuk rangka 3 dimensi. Akibat adanya struktur alumino-silikat tersebut, zeolit memiliki muatan negatif yang diseimbangkan dengan menarik kation bermuatan positif. Kation penyeimbang tersebut berupa logam alkali maupun alkali tanah (Noertjahyani dan Sondari, 2009).



(a)



Gambar 2.1 Struktur zeolit, (a) struktur 2 dimensi, (b) struktur 3 dimensi dan (c) zeolit dengan kation yang dijerap (Baile, Paola dkk., 2019)

Hingga saat ini, terdapat hampir 100 jenis struktur zeolit yang telah diketahui. Masing-masing jenis zeolit tersebut mungkin saja memiliki ukuran pori, bentuk dan interkoneksi yang berbeda. Jenis struktur, rumus umum dan sifat-sifat dari masing-masing zeolit dapat dilihat dari Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Karakteristik dari berbagai jenis zeolit

<b>Tipe Zeolit</b>	<b>Rumus Struktur</b>	<b>Rasio [Si]/[Al]</b>	<b>Window Dimension / Å</b>
Silicalite 1	$\text{Na}_n[\text{Si}_{96-n}\text{Al}_n\text{O}_{192}] \cdot 16 \text{H}_2\text{O}$	$\infty$	5.2 - 5.7
ZSM-5		10-1000	
Zeolit A	$\text{Na}_{12}[\text{Si}_{12}\text{Al}_{12}\text{O}_{48}] \cdot 27 \text{H}_2\text{O}$	1 (1.2 – 3.7)	4.1
Zeolit X	$\text{Na}_{96-x}[\text{Si}_{96+x}\text{Al}_{96-x}\text{O}_{384}] \cdot 240 \text{H}_2\text{O}$	1 – 1.5	7.4
Zeolit Y		$\geq 2.5$	7.4
Clathrasils	e.g. Sodalite; Dodecasil	1 – $\infty$	2.2 – 2.8

Zeolit memiliki rasio mol berbeda dan karakteristik kerangka yang seragam dan simetris. Keserasian dan kesimetrisan kerangka zeolit merupakan salah satu wujud dari kebesaran Allah SWT dalam setiap kesempurnaan penciptaan-Nya. Allah SWT menciptakan makhluk dengan sempurna, sesuai dengan ukuran yang dibutuhkan

dan bentuk yang serapi-rapinya seperti yang tertuang dalam firman-Nya pada surat Al-Furqan [25]: 2 yang berbunyi:

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ  
فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا (2)

Artinya: "yang memiliki kerajaan langit dan Bumi, tidak mempunyai anak, tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia menciptakan segala sesuatu, lalu **menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.**" (QS. Al-Furqan [25]: 2).

Dr. Quraish Shihab dalam karyanya tafsir Al-Misbah menjelaskan dengan rinci mengenai makna "menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya". Menurutnya, ilmu pengetahuan modern menyatakan bahwa semua makhluk dapat berkembang dengan caranya yang berbeda dan berjalan sesuai sistem yang teliti yang bersifat konstan. Semua atas kehendak Allah SWT, terlepas dari perbedaan jenis dan bentuknya yang terdiri dari berbagai unsur yang mungkin tak terbatas jumlahnya. Sifat-sifat alami, kimiawi dan berat atomnya tumbuh secara berangsur-angsur. Dimulai dengan unsur paling ringan yaitu hidrogen hingga unsur yang paling berat yaitu uranium. Kesatuan unsur-unsur tersebut kemudian membentuk sebuah komposisi sesuai dengan hukum yang telah ditetapkan dan tidak akan pernah melenceng (Shihab, 2002). Makna tersebut bermakna serupa dengan pembentukan zeolit, dimana setiap zeolit tersusun atas berbagai unsur dan memiliki rumus molekul maupun rumus senyawa yang paten. Setiap unsur tersebut saling berikatan dan membentuk kerangka yang simetris yang seragam dan saling tumpang tindih dengan rapi sehingga membentuk kerangka yang rapat dan membentuk sebuah pori yang berukuran berbeda pada setiap jenis zeolit.

Ukuran pori suatu zeolit berbeda dengan ukuran pori zeolit lainnya. Sedangkan perbedaan konstitusi kerangka (yaitu stoikiometri Si/Al) dapat menimbulkan sifat hidrofilik, hidrofobik, asam, atau basa dalam struktur pori ini. Karena kombinasi sifat ini, zeolit dapat berinteraksi sangat selektif dengan molekul teradsorpsi tergantung pada ukuran, bentuk dan karakteristik kimianya. (Ramsay dan Kallus, 2000). Sifat-sifat kimia zeolit dapat dilihat sebagai berikut (Kurniawati, 2010):

#### 1. Struktur Pori

Setiap zeolit memiliki ukuran pori yang berbeda. Ukuran pori zeolit berkisar antara 0.3 hingga 1 nm. Distribusi pada suatu zeolit harus beragam. Sehingga memiliki sifat selektif untuk mengadsorpsi atau menolak setiap partikel berdasarkan ukurannya. Hal ini disebut dengan *molecular sieve zeolit*.

#### 2. Keasaman

Padatan zeolit bersifat asam yang didapatkan dari situs asam baik bronsted maupun lewis. Keasaman zeolit dapat dilihat dari rasi mol Si/Al. Semakin besar rasio Si/Al, maka sifat keasamannya semakin bertambah.

#### 3. Komposisi Zeolit

Komposisi maupun struktur tiga dimensi dapat menentukan sifat hidrofilik, hidrofobik maupun stabilitasnya (termal dan asam) dalam reaksi katalis.

#### 4. Dehidrasi

Zeolit merupakan senyawa hidrat, yaitu senyawa yang mengandung air. Sehingga zeolit memiliki sifat dehidrasi (dapat melepaskan molekul air) apabila dipanaskan melebihi titik didih air. Pada saat mengalami



dehidrasi, kerangka dasarnya tidak mengalami perubahan secara nyata. Hal ini dikarenakan molekul air seakan-akan memiliki posisi yang spesifik yang dapat dikeluarkan secara reversibel.

## 5. Adsorben

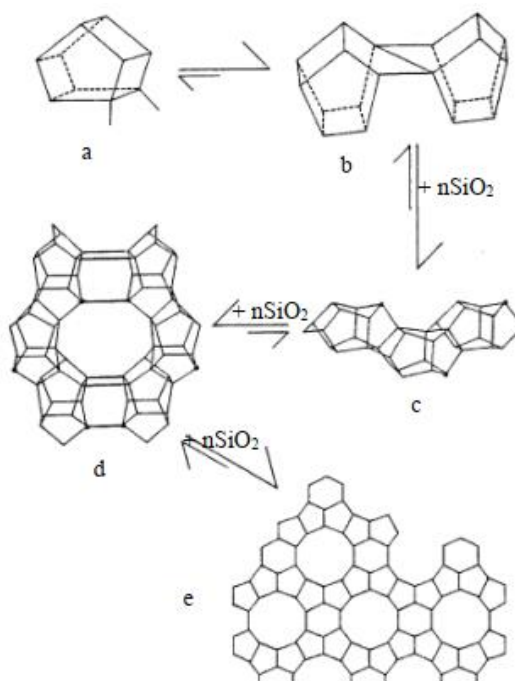
Zeolit memiliki sifat sebagai adsorben karena memiliki pori atau struktur yang berongga. Sehingga zeolit mampu menyerap molekul yang sesuai dengan ukuran porinya. Sifat zeolit sebagai adsorben dapat lebih selektif dan memiliki efektivitas adsorpsi yang lebih tinggi apabila zeolit telah mengalami dehidrasi.

### 2.2 Definisi dan Manfaat ZSM-5

ZSM-5 (*Zeolit Socony Mobil number 5*) merupakan salah satu jenis zeolit sintetik karena diperoleh dari bahan-bahan sintesis dengan komposisi silika tinggi dan bukan dari bahan alam (Masters dan Maschmeyer, 2011). Rumus molekul dari ZSM-5 adalah  $N_{an}Al_nSi_{96-n}O_{192}.16H_2O$  dimana  $n$  berkisar antara 3 hingga 27 (Kokotailo dkk., 1978). ZSM-5 memiliki rasio mol berkisar antara 10-1000 dimana rasio silika lebih besar daripada alumina (Widayat dan Annisa, 2016). Struktur ZSM-5 berisi dua set saluran berpotongan tegak lurus, satu ditentukan oleh cincin beranggota 10 dan yang lainnya oleh cincin beranggota 8. ZSM-5 termasuk dalam zeolit dengan tipe kerangka MFI berdasarkan klasifikasi dari IZA (*International Zeolite Association*) dengan ciri khas *Secondary Building Unit* (SBU) cincin 5-1 pentasil (*double 5-ring/D5R*) (Cundy dan Cox, 2005).

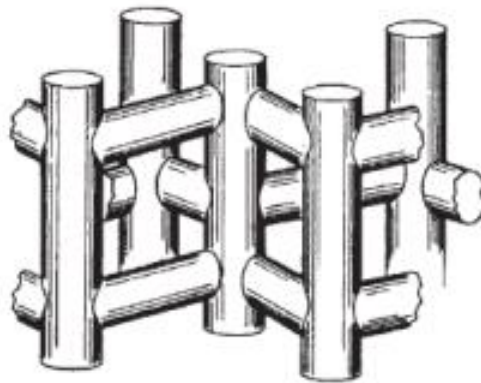
Struktur dari ZSM-5 ditunjukkan pada Gambar 2.2. *Primary Building Unit* (PBU) adalah  $TO_4$  yaitu tetrahedral dari  $SiO_4$  dan  $AlO_4$ . Atom O menghubungkan

masing-masing tetrahedral tersebut untuk membentuk *Secondary Building Unit* (SBU) unit bangun cincin 5-1 pentasil (D5R) (Gambar 2.2a). Pentasil-pentasil yang terbentuk tersebut akan membentuk *backbone* (Gambar 2.2b) dan terus bergabung membentuk kerangka yang lebih panjang (Gambar 2.2c). Kerangka ini akan terus bergabung dengan kerangka lain membentuk satu lapisan (Gambar 2.2d) dan ketika proses terus berlangsung akan membentuk kerangka yang berlapis-lapis dengan penampang seperti pada Gambar 2.2e (Cundy dan Cox, 2005).



Gambar 2.2 Struktur kerangka ZSM-5 (Cundy dan Cox, 2005)

Pembentukan lapisan pada struktur ZSM-5 saling tumpang-tindih menghasilkan struktur pentasil yang berbeda. Struktur pentasil dalam satu lapisan (Gambar 2.2d) memiliki cincin-10 yang membentuk lubang nyaris bundar. Lubang yang terbentuk dengan tumpang-tindih akan membentuk *channel* yang saling bersilangan (Gambar 2.3) (Kokotailo dkk., 1978).



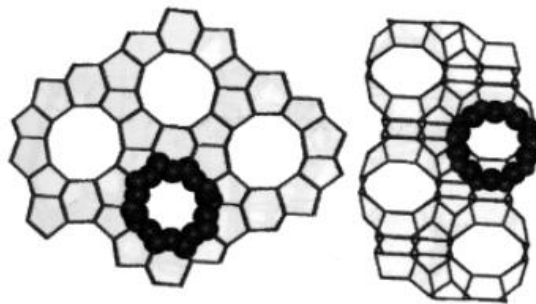
Gambar 2.3 Sistem *channel* dalam ZSM-5 (Kokotailo dkk., 1978)

ZSM-5 dapat dimanfaatkan sebagai adsorben logam berat. Hal ini dikarenakan ZSM-5 memiliki pori-pori yang mampu menyerap logam berat seperti timbal dan kadmium. ukuran pori menengah ( $5,1-5,6 \text{ \AA}$ ) dengan struktur pori tiga dimensi (Noertjahyani dan Sondari, 2009; Santoso dan Al-Hafiz, 2019). Selain itu, ZSM-5 memiliki sifat asam yang menyebabkan zeolit ini sering digunakan sebagai katalis dalam konversi gas di bidang petroleum dan petrokimia (Cejka dkk., 2005), katalis dalam reaksi *cracking hexane* (Widayat dan Annisa, 2016) (Mochizuki, dkk., 2011; Smail, dkk., 2019) dan katalis asam hidrokarbon karena bersifat higroskopis dan menyerap molekul nonpolar (Kurniawati, 2010). Manfaat lain dari ZSM-5 yaitu sebagai penyaring molekul, penukaran ion, penyaring bahan dan katalisator (Nurropiah dkk., 2015). Hal tersebut sesuai dengan firman Allah pada surah Sad [38]: 27 dimana semua yang Allah ciptakan pasti memiliki manfaat, termasuk ZSM-5.

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا ۗ ذَٰلِكَ ظَنُّ الَّذِينَ كَفَرُوا ۗ فَوَيْلٌ لِلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ  
النَّارِ (27)

Artinya: "***Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya dengan sia-sia. Itu anggapan orang-orang kafir, maka celakalah orang-orang yang kafir itu karena mereka akan masuk neraka.***" (QS. Sad [38]: Ayat 27)

Berdasarkan ayat tersebut, Allah menjelaskan bahwa Allah menciptakan langit, bumi dan makhluk apa saja diantara keduanya dengan hikmah dan manfaatnya masing-masing. Seperti halnya langit dengan bintang-bintang yang bersinar, matahari yang memancarkan sinar di siang hari dan bulan yang menampilkan bentuk yang berbeda di setiap harinya (Kemenag RI, 2022). Tidak terkecuali ZSM-5 yang memiliki berbagai manfaat sebagai salah satu karunia atas kebesaran Allah sebagai rahmat bagi manusia.

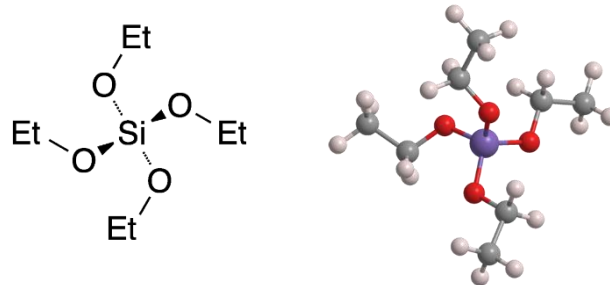


Gambar 2.4 Struktur 2D dan 3D dari ZSM-5

### 2.3 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Penggerusan

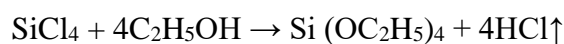
Sintesis ZSM-5 dapat dilakukan menggunakan dua reagen utama, yaitu *tetraethylorthosilicate* (TEOS) sebagai sumber silika dan aluminium oksida sebagai sumber aluminium. *Tetraethylorthosilicate* (TEOS) banyak digunakan oleh pabrik semikonduktor yang ada di Indonesia. Penggunaan TEOS sangat banyak diantaranya dalam pembuatan keramik, lapisan tahan korosi, alat-alat semikonduktor, bahan dasar komposit, katalis heterogen, substrat elektronik, substrat lapisan tipis, adsorben dan insulator listrik. Keuntungan penggunaan TEOS

sebagai sumber silika karena TEOS menghasilkan partikel silika yang sangat halus (Mujiyanti et al., 2020).

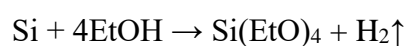


Gambar 2.5 Struktur *tetraethylortosilicate* (TEOS)

Etil silikat, yang merupakan nama umum untuk tetraetoksisilan (TEOS), heksaetoksidisiloksan, dan oligomer silikon yang lebih rendah, telah diterima di seluruh dunia dalam aplikasi ketika prekursor cair silika ( $\text{SiO}_2$ ) diperlukan. Etil silikat adalah produk semi-terhidrolisis dari *tetraethylorthosilane*, yang terdiri dari *tetraethoxysilane*, monomer, *hexaethoxydisiloxane*, dimer dan mungkin oligomer silikon ringan. Campuran ini dapat dihidrolisis dalam media asam atau basa untuk menghasilkan hidrolisat. Pembuatan etil silikat dapat dilakukan dengan melibatkan penggunaan zat antara halo silan yang pada prosesnya melepaskan hidrogen klorida sebagai produk sampingan. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Alhussein et al., 2016).

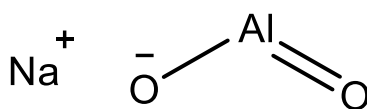


Jika etanol kering digunakan, satu-satunya produk yang dihasilkan adalah TEOS dan hidrogen, seperti yang ditunjukkan pada persamaan berikut (Alhussein dkk, 2016)



*Tetraethylortosilicate* (TEOS) dapat dijadikan sebagai sumber silika pembentuk zeolit karena mudah untuk terhidrolisis menjadi senyawa  $\text{SiO}_2$  dan etanol. *Tetraethyl Orthosilicate* memiliki tingkat kemurnian yang tinggi sehingga sesuai untuk bahan sintesis zeolit (Nurlaela et al., 2011). Beberapa penelitian seperti penelitian Zhu, dkk (2013); Wang, dkk (2014); Yu, dkk (2016) dan Narayanan, dkk (2014) mensintesis ZSM-5 menggunakan TEOS sebagai sumber silika. Sehingga, berdasarkan penelitian-penelitian tersebut, penelitian ini menggunakan TEOS sebagai sumber silika.

Natrium aluminat atau *sodium aluminate* ( $\text{NaAlO}_2$ ) merupakan sumber aluminium pada proses sintesis zeolit. Sedangkan natrium pada *sodium aluminate* dapat digunakan sebagai logam penyeimbang ion pada ZSM-5. *Sodium aluminate* terbentuk dari reaksi antara aluminium dan oksigen. *Sodium aluminate* memiliki banyak kegunaan dalam bidang elektronik, katalis dan termal (Zaki dkk, 2012), (Mishra dkk, 2012), (Afkhania dkk, 2010). Hal ini karena *sodium aluminate* memiliki sifat fisis yang baik antara lain, daya tahan panas yang tinggi, penghambat listrik yang baik, tahan terhadap abrasi, dan daya tahan terhadap korosi yang tinggi (Ghanizadeh dkk, 2013). Dari keterangan tersebut, *sodium aluminate* dipilih sebagai sumber alumina dan kelebihanannya juga mengandung natrium yang dapat digunakan sebagai penyeimbang ion.



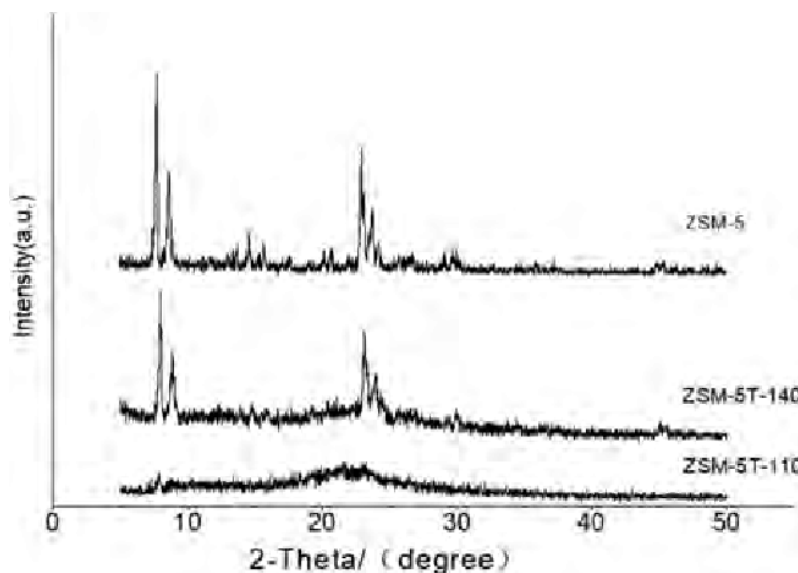
Gambar 2.6 Struktur *Sodium aluminate* ( $\text{NaAlO}_2$ )

Nazir (2020); Goncalves, dkk (2008); Wang, dkk (2014) dan Xue, dkk (2017) telah mensintesis ZSM-5 dengan sumber aluminium dari senyawa *Sodium aluminate* ( $\text{NaAlO}_2$ ). Sehingga pada penelitian ini natrium aluminat akan digunakan sebagai sumber Alumina pada sintesis zeolit ZSM-5. Dalam mensintesis ZSM-5, terdapat beberapa hal yang dapat mempengaruhi, diantaranya adalah:

1. Suhu kristalisasi
2. Waktu *aging* (pemeraman)
3. Lama penggerusan atau penumbukan

Suhu kristalisasi berperan penting dalam proses pembentukan ZSM-5, berdasarkan penelitian Nada, dkk (2019) dimana variasi yang digunakan adalah 120; 150;160 dan 180°C menyatakan bahwa pada suhu 120 dan 150°C ZSM-5 masih belum terbentuk dengan sempurna dan masih terdapat senyawa lain. Sedangkan pada suhu 160°C ZSM-5 hampir seluruhnya terbentuk dan pada suhu 180 °C menghasilkan Kristal ZSM-5 yang stabil hingga 530°C kalsinasi udara yang artinya tidak runtuh atau mengkristal kembali ke struktur silica padat. Sedangkan penelitian Cao, dkk (2018) yang mensintesis ZSM-5 dengan variasi suhu 110;140 dan 170°C menunjukkan pada suhu kristalisasi adalah 110°C, tidak terdapat puncak karakteristik ZSM-5 yang terlihat. Ketika suhu kristalisasi ditingkatkan menjadi 140°C, puncak karakteristik ZSM-5 terlihat jelas. Dengan peningkatan terus menerus suhu kristalisasi hingga 170°C, ZSM-5 menunjukkan struktur topologi MFI yang khas tanpa adanya pengotor. Oleh karena itu, peningkatan suhu kristalisasi berkontribusi pada puncak karakteristik yang tajam dan ditingkatkan. Suhu kristalisasi menunjukkan efek yang signifikan pada ZSM-5.

Hasil yang serupa didapat dari penelitian yang dilakukan oleh Chen, dkk (2018) mensintesis ZSM-5 dengan suhu kristalisasi 80; 100; 120; 140 dan 160°C. Hasil XRD menunjukkan bahwa pada suhu 80°C produk khas ZSM-5 masih belum terbentuk.

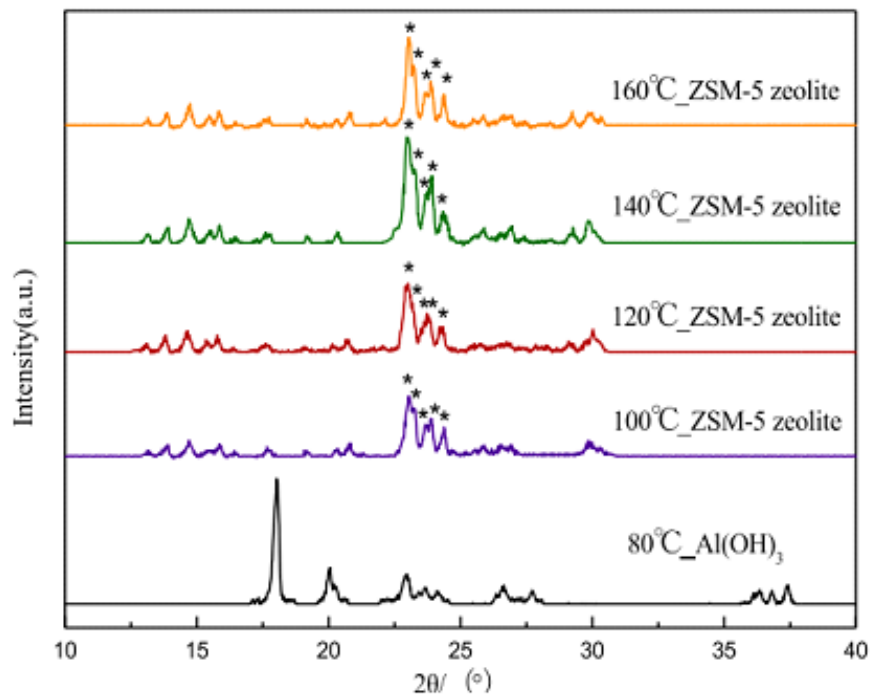


Gambar 2.7 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Suhu (Cao dkk, 2018)

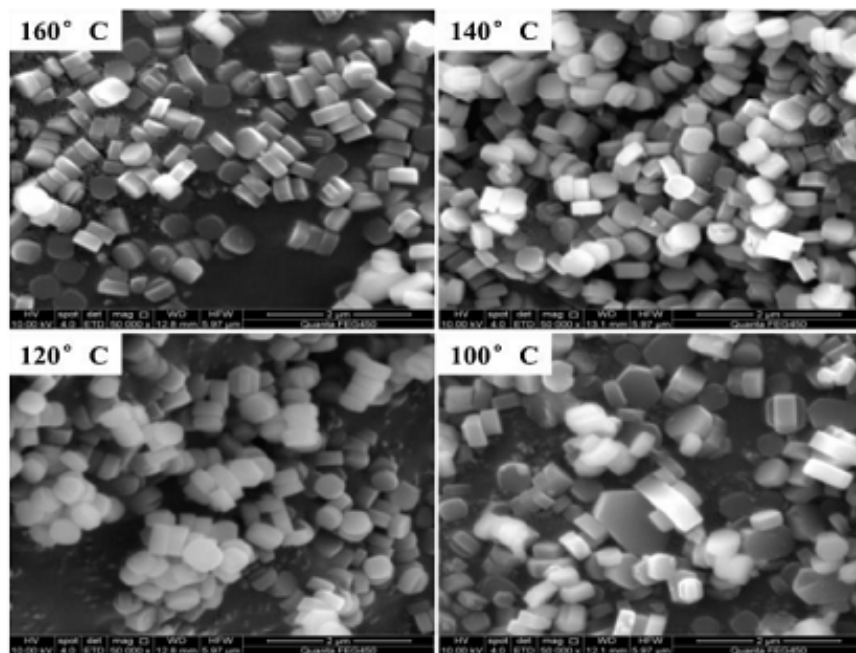
Ketika suhu dinaikkan menjadi 100°C maka produk ZSM-5 sudah mulai terbentuk dan apabila suhu terus dinaikkan hingga 160°C maka intensitas khas produk ZSM-5 semakin kuat. Sedangkan karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan kristal yang dikristalisasi pada suhu 100°C menghasilkan ukuran dan bentuk yang tidak beraturan. Akan tetapi sejalan dengan meningkatnya suhu kristalisasi maka produk secara morfologi semakin teratur dan butiran yang seragam. Hal tersebut sangat jelas ketika hasil SEM sangat baik pada suhu 140°C. Hasil XRD dan SEM dapat dilihat pada Gambar 2.8

Penggerusan (*grinding*) merupakan salah satu metode pencampuran bahan padat-padat untuk mendapatkan suatu senyawa produk yang homogen. Penggerusan bertujuan untuk memperkecil ukuran reaktan dan membuat antar





(a)



(b)

Gambar 2.8 Pengaruh suhu kristalisasi terhadap Produk ZSM-5 (a) XRD dan (b) SEM (Chen, dkk, 2018)

Pengaruh waktu *aging* pada sintesis ZSM-5 pernah dilakukan oleh Goncalves reaktan melakukan kontak fisik agar saling bereaksi. Semakin lama waktu penggerusan yang diberikan, semakin banyak juga reaktan yang bereaksi membentuk produk, sehingga mempengaruhi kristalinitas produk. Nada dkk (2018) berhasil mensintesis ZSM-5 dengan metode bebas pelarut dengan lama penggerusan 15 menit menghasilkan kristalinitas 95%.

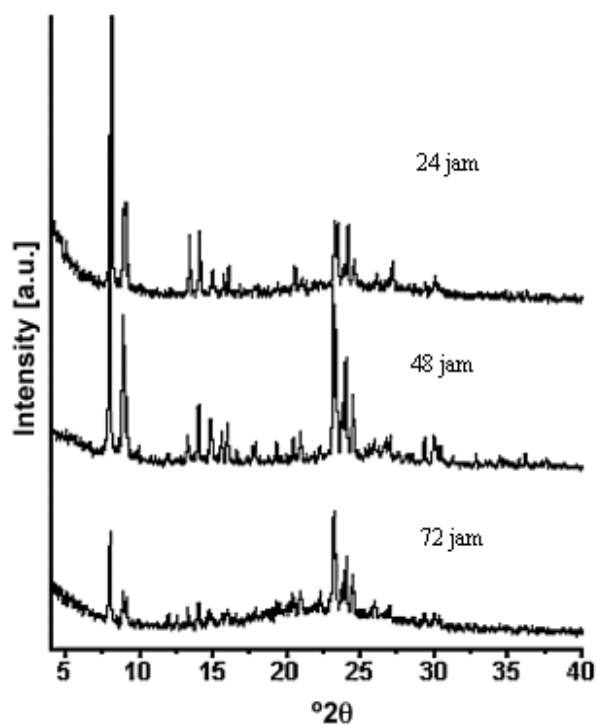
Waktu *aging* juga dapat mempengaruhi sintesis ZSM-5. Waktu *aging* adalah periode pemeraman antara pencampuran homogen antar reaktan hingga proses pemanasan (kristalisasi). Berdasarkan penelitian terdahulu, waktu *aging* mempengaruhi pembentukan nukleasi serta pertumbuhan kristal dari zeolit. Proses-proses tersebut terjadi selama waktu *aging* berlangsung (Zhdanov dan Samulevich, 1980). Walaupun proses pembentukan kristal zeolit selama waktu *aging* tidak dapat dijelaskan secara pasti, tetapi terdapat beberapa pengaruh waktu *aging* pada nukleasi dan kristalisasi dari zeolit, diantaranya adalah:

1. Meningkatkan laju nukleasi
2. Mengurangi waktu kristalisasi
3. Memperkecil ukuran kristal
4. Meningkatkan jumlah kristal

dkk pada tahun 2008 dengan variasi waktu *aging* yang digunakan adalah 24; 48 dan 72 jam dengan suhu 30°C. Hasil yang didapat menunjukkan bahwa sampel ZSM-5 yang disintesis dengan pemberian waktu *aging* 48 jam menunjukkan kristalinitas tertinggi. Hasil XRD dapat dilihat pada Gambar 2.9.

Berdasarkan hasil XRD dan derajat kristalinitas tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu *aging* yang diberikan, maka derajat kristalinitas juga meningkat. Walaupun waktu optimal yang diperoleh berkisar 48 jam, akan tetapi

derajat kristalinitas ZSM-5 yang disintesis dengan waktu *aging* 72 jam lebih baik daripada 24 jam.



Gambar 2.9 Pengaruh Waktu *Aging* Terhadap Sintesis ZSM-5

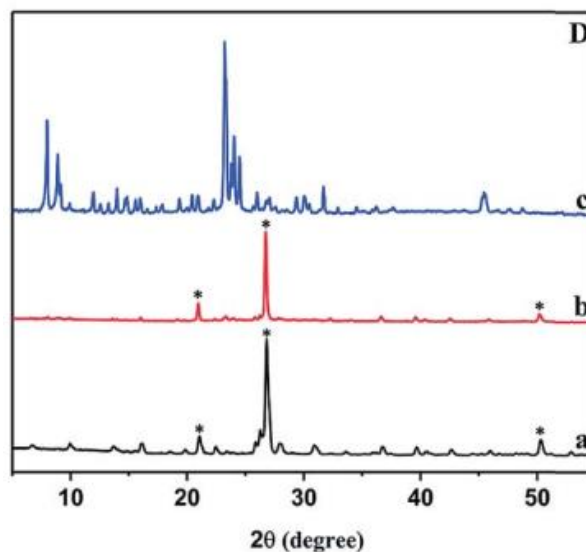
Tabel 2.2 Derajat kristalinitas ZSM-5 yang disintesis dengan waktu *aging*

No	Waktu <i>Aging</i> (jam)	Derajat Kristalinitas (%)
1	24	12
2	48	62
3	72	32

Sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan (*green synthesis*) merupakan salah satu metode sintesis ZSM-5 yang ramah lingkungan. Metode ini dapat diklasifikasikan menjadi empat macam yaitu metode sintesis tanpa *template* atau menggunakan *template* yang dapat di daur ulang dan murah, sintesis zeolit yang menggunakan sumber silika atau alumina yang ramah lingkungan, metode bebas pelarut (penggerusan), dan metode sintesis yang mudah seperti pemanasan gelombang mikro untuk mempersingkat waktu kristalisasi, sintesis fase padat untuk

meningkatkan hasil produk, atau sintesis aliran kontinu untuk memperoleh efisiensi produktif yang tinggi (Meng dkk. 2014; Lehman dkk. 2014; Abdullahi dkk. 2017). Pada umumnya, zeolit disintesis dengan menggunakan pelarut seperti alkohol dan air di dalam autoklaf dengan tekanan tertentu. Akan tetapi, air akan memenuhi sebagian besar ruangan di autoklaf sehingga dapat mengurangi hasil produk zeolit yang terbentuk (Wu, dkk., 2018). Sintesis tanpa pelarut merupakan sintesis yang dilakukan untuk mengurangi limbah air hasil sintesis zeolit dan mencegah terjadinya peningkatan suhu serta tekanan yang dapat menurunkan kualitas produk yang dihasilkan.

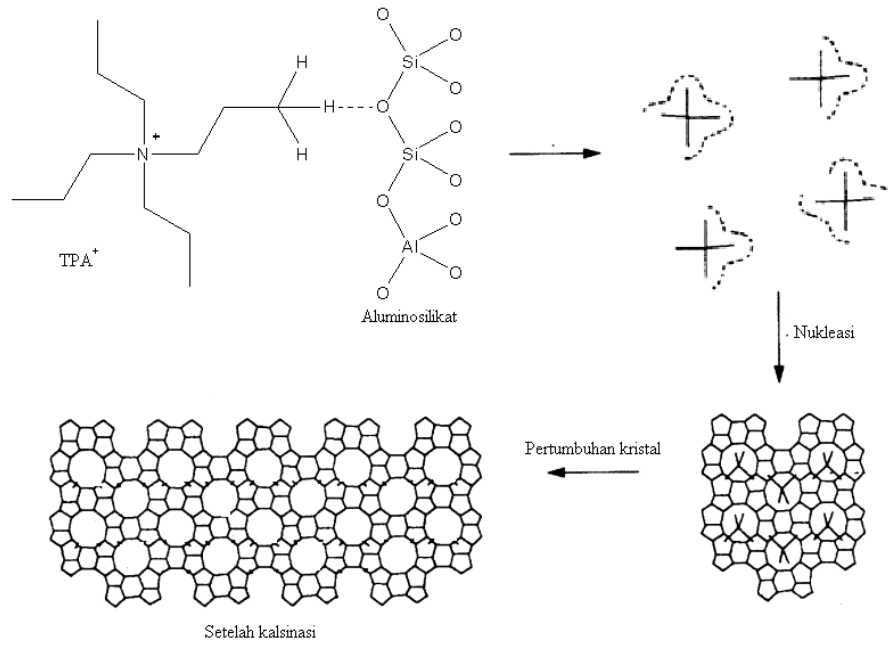
Penelitian Wu dkk. (2018) berhasil melakukan sintesis zeolit dari bahan silica, aluminosilikat, dan aluminofosfat tanpa pelarut tanpa *template* organik dengan tahapan berupa pencampuran, penggilingan, pemanasan reaktan padat sebelum proses sintesis dilakukan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa zeolit yang diperoleh memiliki signifikansi yang baru seperti, terbentuk struktur zeolit mikrohierarki, mesohierarki, dan makrohierarki yang bersifat menguntungkan untuk transfer massa serta sintesis dapat berlangsung lebih cepat pada suhu tinggi (Wu, dkk., 2018). Nada, dkk., (2019) juga mengatakan bahwa metode sintesis zeolit bebas pelarut dengan reaksi awal mekanokimia yang tepat, akan menghasilkan produk kristal ZSM-5 dengan tingkat kristalinitas relatif tinggi dan kuat pada suhu 160 °C dalam 10 jam serta struktur kristal yang stabil dengan luas permukaan mendekati 300 m<sup>2</sup>/g pada suhu lebih dari 530°C. Sedangkan penggerusan selama 50 menit dengan suhu kristalisasi 180°C menghasilkan hasil khas ZSM-5. Hasil XRD dapat dilihat pada Gambar 2.10.



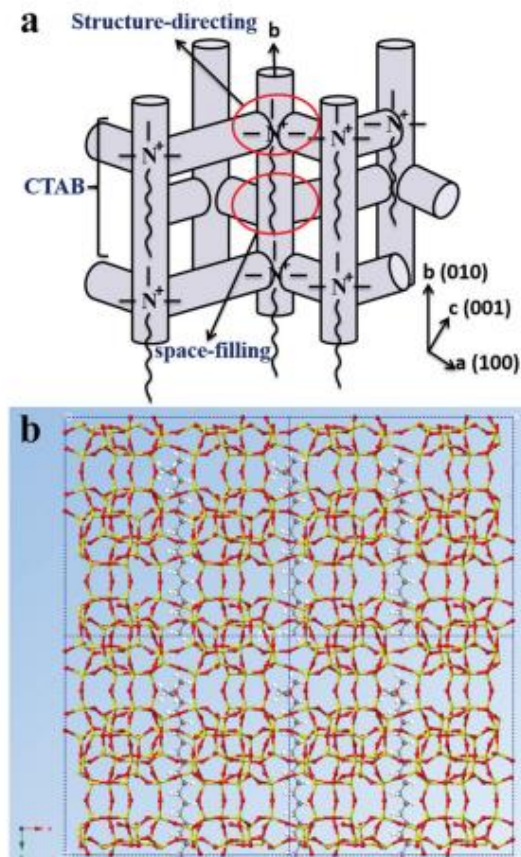
Gambar 2.10 Hasil XRD sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan lama penggerusan 50 menit dengan suhu kristalisasi 180°C (Nada, dkk, 2019)

Sintesis ZSM-5 menggunakan *template* TPABr sebagai pengarah struktur zeolit dengan tipe MFI. TPABr merupakan *template* organik yang akan membentuk suatu senyawa kompleks  $\text{TPA}^+$  dengan aluminosilikat melalui ikatan hidrogen antara gugus karbonil pada  $\text{TPA}^+$  dan oksigen pada aluminosilikat. TPABr berada dalam sebuah pori zeolit dan mengarahkan kerangka zeolit membentuk tipe MFI dengan ukuran pori berkisar pada 5-20 nm. *Template* TPABr akan dihilangkan saat proses kalsinasi tetapi kerangka ZSM-5 telah terbentuk (Sachse dan Javier, 2017).

Kelebihan penggunaan *template* dalam sintesis ZSM-5 adalah menghasilkan produk dengan diameter pori, luas permukaan dan kemurnian produk yang lebih tinggi dibandingkan sintesis tanpa *template* (Narayanan dkk., 1998). Agen organik maupun anorganik pada sintesis dapat digunakan sebagai pengarah struktur atau *template* zeolit. Menurut Kim dkk., (2003) *template* tersebut akan mengarahkan kondensasi dari aluminosilikat menjadi kerangka yang spesifik. Seperti halnya TPABr yang mengarahkan aluminosilikat menjadi zeolit dengan tipe MFI.



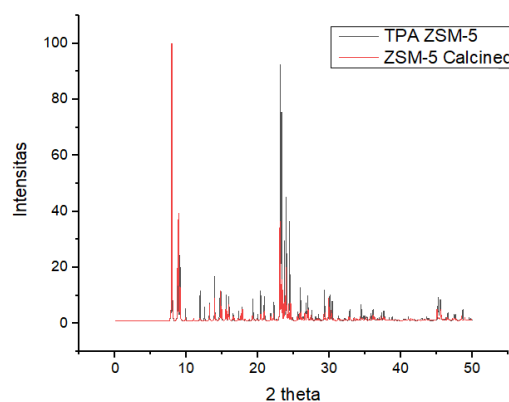
Gambar 2.11 Mekanisme TPA<sup>+</sup> dengan aluminosilikat (Galo dkk, 2003)



Gambar 2.12 (a) Interaksi *template* organik pada gambar 3D zeolit tipe MFI dan (b) Letak *template* TPABr pada struktur ball-stick zeolit MFI (Xu, 2014)

*Template* organik akan mengisi saluran internal tiga dimensi dari zeolit yang dapat mempertahankan struktur ZSM-5 selama kristalisasi dan mencegah perubahan fasa setelah kristalisasi, sehingga kerangka yang telah terbentuk memiliki stabilitas kristal yang tinggi. Setelah kristalisasi tercapai molekul pengarah struktur akan terperangkap dalam rongga, saluran atau lapisan struktur yang terbentuk dan dapat dihilangkan saat proses kalsinasi (Zones 1994; Ishizaki, 1998; Li dkk., 1998).

Hasil XRD menunjukkan bahwa tidak terjadi perbedaan signifikan antara zeolit yang masih belum dikalsinasi atau yang masih mengandung *template* dengan zeolit yang telah dikalsinasi. Perbedaan yang muncul hanyalah perbedaan intensitas yang muncul. Hasil XRD tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.13.



Gambar 2.13 Hasil XRD ZSM-5 Sebelum dan Setelah Kalsinasi (IZA, 2021)

#### 2.4 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal

Secara bahasa hidrotermal berasal dari bahasa Yunani yaitu “*hydros*” yang berarti air dan “*termos*” yang berarti panas. Secara istilah, Byrappa dan Yoshimura (2001) telah mendefinisikan hidrotermal sebagai reaksi kimia heterogen dengan adanya pelarut (baik itu *aqueous* maupun *non-aqueous*) pada suhu ruang dengan

tekanan yang lebih dari 1 atm dalam sistem tertutup. Teknik ini tidak hanya membantu pada proses monodispersi dan homogenitas nanopartikel yang tinggi, tetapi juga bertindak sebagai teknik yang paling menarik untuk pengolahan material nano-hybrid dan nanokomposit (Byrapa, 2007). Sistem hidrotermal didefinisikan sebagai metode pembentukan kristal yang tergantung pada kelarutan mineral dalam air panas di bawah kondisi tekanan tinggi (Byrapa, 2007). Pembuatan kristal dengan hidrotermal meliputi berbagai macam teknik pembentukan kristal dari larutan berair pada suhu dan tekanan uap tinggi. Pada sistem hidrotermal, pertumbuhan Kristal dilakukan dalam suatu piranti yang terdiri dari wadah baja tertutup rapat yaitu autoklaf.

Keuntungan sistem hidrotermal dibandingkan metode penumbuhan kristal yang lain meliputi kemampuan untuk menciptakan tahap pembentukan kristal yang tidak stabil pada titik lelehnya. Keuntungan lain adalah material yang mempunyai tekanan uap yang tinggi, dekat titik lelehnya juga dapat tumbuh dengan sistem hidrotermal. Sistem hidrotermal juga sesuai untuk pertumbuhan kristal dengan kualitas yang baik dengan komposisi yang dapat dikontrol (Byrapa, 2007).

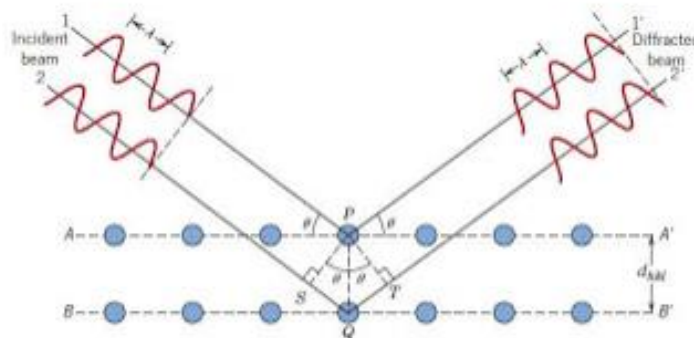
## **2.5 Karakterisasi ZSM-5**

Produk hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan SEM. XRD digunakan dalam menganalisis komposisi fasa atau senyawa pada material serta karakterisasi kristal. Prinsip dasar pada XRD adalah mendifraksikan cahaya melalui celah kristal. Difraksi cahaya oleh kisi-kisi atau kristal tersebut mungkin terjadi karena difraksi berasal dari radius 1 amstrong atau yang memiliki



panjang gelombang yang hampir sama atau setara dengan jarak atom. Radiasi yang digunakan berupa sinar-X, elektron dan neutron (Saryanto, 2013).

Ketika berkas sinar-X berinteraksi dengan suatu material sampel, maka akan terjadi interaksi, dimana sebagian berkas akan diabsorpsi, ditransmisi maupun dihamburkan terdifraksi. Hamburan terdifraksi tersebut nantinya akan dideteksi oleh XRD. Beberapa berkas sinar-X yang dihamburkan tersebut saling menghilangkan (interferensi destruktif) karena fasanya berbeda. Sedangkan yang saling menguatkan (interferensi konstruktif) karena memiliki fasa yang sama yang disebut dengan berkas difraksi atau peristiwa difraksi pada Gambar 2.14 (Saryanto, 2013).



Gambar 2.14 Peristiwa difraksi

Dari Gambar 2.14 dapat dijelaskan dimana sinar yang datang menumbuk pada bidang pertama dan dihamburkan oleh atom P. Kemudian sinar yang kedua datang menumbuk bidang berikutnya dan dihamburkan oleh atom Q, sinar ini menempuh jarak  $SQ + QT$  dimana apabila kedua sinar tersebut paralel dan satu fasa atau saling menguatkan (interferensi konstruktif). Jarak tempuh ini merupakan kelipatan ( $n$ ) panjang gelombang ( $\lambda$ ), sehingga persamaan menjadi :

$$n \lambda = SQ + QT$$

dari gambar tersebut, diketahui bahwa:

$$SQ = d \sin\theta$$

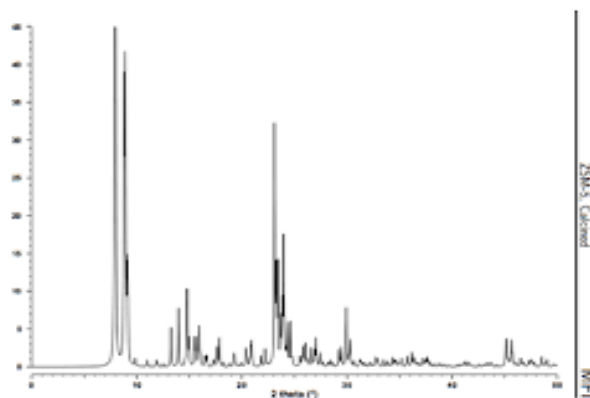
Karena  $SQ = QT$ , maka:

$$n \lambda = 2 SQ$$

Sehingga persamaannya menjadi:

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

dengan menggunakan persamaan tersebut dapat diketahui jarak antara dua bidang planar kristal ( $d_{001}$ ) dengan mengetahui terlebih dahulu panjang gelombang ( $\lambda$ ) sinar-X dan sudut datang pada kisi ( $\theta$ ) (Saryanto, 2013). Hasil XRD untuk ZSM-5 dapat dilihat pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15 Hasil XRD dari ZSM-5 (Giraldo, 2010)

Berdasarkan hasil kromatogram tersebut, dapat diketahui bahwa Puncak intensitas tertinggi pada  $2\theta = 8$  dan  $23$  merupakan ciri khas dari ZSM-5 (Mukaromah., dkk, 2018).

Difraksi sinar X hasil XRD dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal (*crystallite size*) dengan fase tertentu. Penentuannya merujuk pada puncak-puncak

utama pola difraktogram melalui pendekatan persamaan *Debye Scherrer*. Persamaan *Debye Scherrer* menunjukkan bahwa ukuran kristal yang dihasilkan selalu berbanding terbalik dengan nilai FWHM (*Full Width at Half Maximum*), sedangkan nilai FWHM sendiri dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil. Rumus dari persamaan *Debye Scherrer* adalah sebagai berikut (Masruroh, 2018).

$$D = \frac{k \alpha}{\beta \cos \theta}$$

Keterangan:

D = ukuran kristal

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

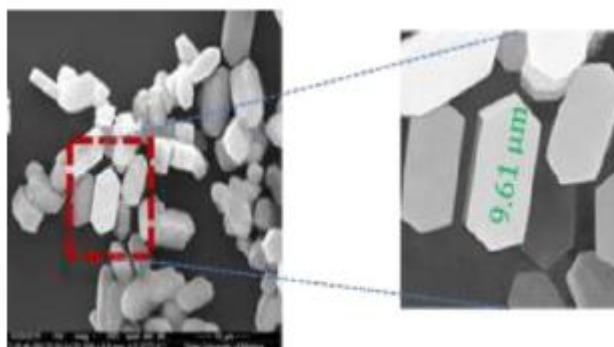
$\lambda$  = panjang gelombang dari sinar-X (1,54056 Å)

$\beta$  = nilai dari *Full Width at Half Maximum* (FWHM) (rad)

$\theta$  = sudut difraksi (derajat)

Karakterisasi morfologi dan topografi dianalisis menggunakan instrumen SEM untuk mengetahui gambar permukaan secara tiga dimensi. Mikroskop pemindai elektron atau *Scanning Electron Microscope* (SEM) merupakan mikroskop elektron yang dapat mengamati obyek secara tiga dimensi. SEM dapat digunakan untuk mengamati permukaan sel atau struktur mikroskopik lainnya. SEM modern saat ini memiliki resolusi hingga 1 nm atau perbesaran 400.000x. Pada prinsipnya SEM mendeteksi dua macam elektron, yaitu elektron sekunder (*secunder electron*) atau elektron pantul (*backscattered electron*) yang muncul dari permukaan sampel ketika permukaan sampel dipindai dengan sinar elektron. Elektron sekunder selanjutnya diperkuat sinyalnya dan besarnya elektron ditampilkan pada layar monitor. Sampel yang digunakan pada SEM tidak perlu ditipiskan seperti pada TEM, karena itu SEM

dapat digunakan untuk melihat objek dari sudut pandang 3 dimensi (Setianingsih, 2017).

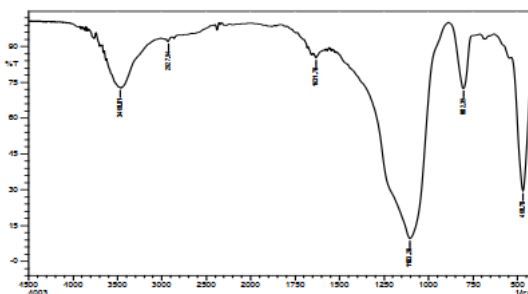


Gambar 2.16 Morfologi ZSM-5 diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 10.000 kali (Agustin, 2018)

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Agustin, (2018) didapatkan pengamatan sampel SEM ZSM-5, adanya kristal persegi panjang berukuran  $9.61 \times 3.8 \times 1.3 \mu\text{m}$ . Penentuan ukuran kristal dapat dilakukan dengan menggunakan aplikasi Image-J.

Untuk menganalisis kemurnian ZSM-5 tanpa *template* TPABr dilakukan dengan instrumen *Spectrofotometer Fourier Transform Infrared* (FTIR). FTIR adalah salah satu instrumen yang dapat digunakan untuk analisis gugus fungsi secara kualitatif suatu sampel menggunakan radiasi sinar merah (Sibilia, 1996). Analisis menggunakan instrumen FTIR bergantung pada vibrasi inti atom pada gugus fungsi molekul analit yang menyerap radiasi infra merah pada panjang gelombang khas masing-masing serapan gugus di rentang panjang gelombang  $4000-400 \text{ cm}^{-1}$  (Rasyida dkk, 2014). Fungsi karakterisasi senyawa menggunakan FTIR adalah untuk menentukan kualitas sampel, untuk mengidentifikasi senyawa yang belum diketahui, dan untuk menentukan intensitas suatu komponen dalam

campuran. Hasil data dari FTIR adalah grafik intensitas dan frekuensi. Frekuensi menunjukkan jenis gugus fungsi yang terkandung dalam sampel, sedangkan intensitas menunjukkan banyaknya jumlah senyawa yang ada dalam sampel (Alfaruqi, 2008).

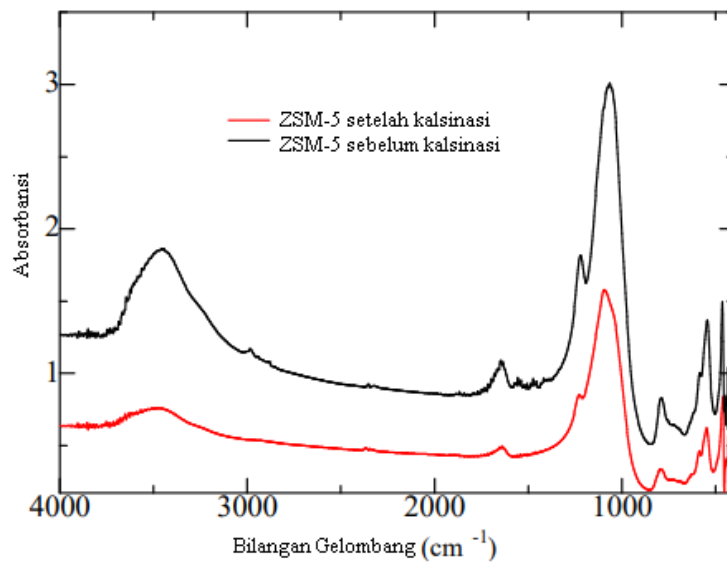


Gambar 2.17 Spektrum FTIR ZSM-5 (Mukaromah, 2018)

Karakteristik gelombang ZSM-5 atau menunjukkan gugus aktif ditunjukkan pada panjang gelombang  $1250\text{-}950\text{ cm}^{-1}$  dengan karakteristik rentang asimetris,  $720\text{-}650\text{ cm}^{-1}$  dengan karakteristik rentang simetris,  $650\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  milik karakteristik vibrasi cincin ganda dan rentang  $650\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  milik karakteristik ikatan Si-O (Zahrina dkk, 2012; Mukaromah, 2016).

Rohayati, dkk (2017) meneliti tentang kemurnian Kristal ZSM-5 sebelum dan setelah kalsinasi menggunakan instrumen FTIR. Dalam sintesis ZSM-5, tetrapropilammoniumbromida (TPABr) digunakan sebagai *template* untuk mengarahkan struktur tipe MFI. Gambar 2.18 menunjukkan spektrum FTIR ZSM-5 sebelum dan sesudah kalsinasi. Sebelum kalsinasi, terdapat puncak spesifik pada  $2850$  dan  $2960\text{ cm}^{-1}$ , serta  $1350$  dan  $1475\text{ cm}^{-1}$  yang ditetapkan untuk regangan dan tekukan C-H *vibration*. Puncak ini menunjukkan adanya *template* organik dalam kristal. Sementara itu, hasil spektrum FTIR ZSM-5 setelah kalsinasi menunjukkan puncak tersebut menghilang yang menunjukkan bahwa *template* organik telah

terurai karena proses kalsinasi. Selanjutnya, terdapat puncak spesifik lainnya dari kerangka alumina-silika di 950 hingga 1250  $\text{cm}^{-1}$  (peregangan asimetri T – O), 700 hingga 1100  $\text{cm}^{-1}$  (peregangan simetri T – O) dan 500 hingga 650  $\text{cm}^{-1}$  yang berkorelasi dengan cincin rangkap dari kerangka pentasil penyusun zeolit jenis MFI.



Gambar 2.18 ZSM-5 sebelum dan setelah kalsinasi (Rohayati dkk, 2017)

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Oktober 2021 hingga Januari 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Jadwal kegiatan dapat dilihat pada Tabel 3.1. Karakterisasi dilakukan di Universitas Islam Indonesia Yogyakarta, PT Greenlabs Indonesia Bandung dan Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya dan UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Tabel 3.1 Jadwal kegiatan penelitian

No	Kegiatan	Waktu/Tanggal
1.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan precursor silica gel variasi suhu kristalisasi	27 September - 12 Oktober 2021
2.	Karakterisasi XRD dan SEM di Universitas Islam Indonesia	18 Oktober 2021
3.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan precursor silica gel variasi waktu <i>aging</i>	8 – 11 November 2021
4.	Karakterisasi XRD di PT. Greenlabs	16 November 2021
5.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan precursor silica gel variasi lama penggerusan	21 – 24 November 2021
6.	Karakterisasi XRD di PT. Greenlabs	29 November 2021
7.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor silika gel dan TEOS	1 – 7 Desember 2021
8.	Karakterisasi XRD di PT. Greenlabs	10 Desember 2021
9.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor TEOS pengaruh kalsinasi	14 – 17 Desember 2021
10.	Karakterisasi XRD di PT. Greenlabs	22 Desember 2021
11.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor TEOS variasi suhu kristalisasi dan metode hidrotermal	20 Desember 2021 – 3 Januari 2022
12.	Karakterisasi XRD dan SEM di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya	11 Januari 2022
13.	Karakterisasi FTIR di UIN Maulana Malik Ibrahim Malang	27 Januari 2022

## 3.2 Alat dan Bahan

### 3.2.1 Alat

Alat yang dibutuhkan selama proses penelitian adalah alu dan mortar agate, autoklaf berlapis Teflon, stirrer, beaker glass, gelas arloji, cawan penguap, oven, tanur, spatula, neraca, alat instrumen XRD, FTIR dan SEM.

### 3.2.2 Bahan

Bahan yang dibutuhkan selama proses penelitian adalah *tetraethylortosilicate* (TEOS 98%, CGaA), HCl 37%, NH<sub>4</sub>OH 25% (Emsure), NaAlO<sub>2</sub> (SIGMA-ALDRICH), TPABr, aquades dan NaOH (Emsure).

## 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mensintesis dan mengetahui karakteristik dari ZSM-5 menggunakan metode penggerusan dan hidrotermal sebagai perbandingan keefektifan metode. Metode penggerusan dilakukan dengan menggunakan dua prekursor sumber silika yaitu silika gel dan TEOS. Sintesis ZSM-5 dengan prekursor silika gel dilakukan berdasarkan metode Da Silva, dkk., (2019) dimana mulanya TEOS dipreparasi hingga menjadi silika gel. Silika gel nantinya akan dicampurkan dengan NaAlO<sub>2</sub>, TPABr dan NaOH untuk digerus dengan variasi 15 dan 60 menit. Setelah digerus, padatan memasuki proses *aging* dengan variasi waktu *aging* 0 dan 60 menit. Padatan hasil penggerusan dan telah melalui proses *aging* dimasukkan ke dalam autoklaf berlapis Teflon dan di kristalisasi pada suhu 120; 140; 160 dan 180°C.



Sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan juga dilakukan dengan prekursor TEOS. Proses diawali dengan mencampurkan TEOS,  $\text{NaAlO}_2$ , TPABr dan NaOH dengan *magnetic stirrer* selama 120 menit. Hasil pencampuran dikeringkan dan digerus selama 15 menit. Serbuk putih yang didapat dikristalisasi pada variasi suhu 120; 140; 160 dan 180°C. Produk hasil kristalisasi kemudian dikalsinasi pada suhu 530°C selama 5 jam. Untuk mengetahui pengaruh kalsinasi, maka dilakukan satu percobaan pada suhu 160°C tanpa melewati proses kalsinasi. Sedangkan untuk mengetahui keefektifan metode penggerusan, maka dilakukan perbandingan metode dengan pelarut yaitu hidrotermal.

Tabel 3.2 Rincian sampel pada setiap variasi Sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan

ID sample	Lama Penggerusan	Waktu <i>aging</i>	Sumber silika	Suhu kristalisasi	Kalsinasi
<b>Pengaruh lama penggerusan</b>					
A	15 menit	60 menit	Silika gel	160°C	530°C
B	60 menit	60 menit	Silika gel	160°C	530°C
<b>Pengaruh waktu <i>aging</i></b>					
B	15 menit	0 menit	Silika gel	160°C	530°C
C	15 menit	60 menit	Silika gel	160°C	530°C
<b>Pengaruh sumber silika</b>					
D	15 menit	60 menit	Silika gel	160°C	530°C
E	15 menit	60 menit	TEOS	160°C	530°C
<b>Pengaruh suhu kristalisasi</b>					
F	15 menit	60 menit	Silika gel	120°C	530°C
G	15 menit	60 menit	Silika gel	140°C	530°C
H	15 menit	60 menit	Silika gel	160°C	530°C
I	15 menit	60 menit	TEOS	120°C	530°C
J	15 menit	60 menit	TEOS	140°C	530°C
K	15 menit	60 menit	TEOS	160°C	530°C
L	15 menit	60 menit	TEOS	180°C	530°C
<b>Pengaruh kalsinasi</b>					
K	15 menit	60 menit	TEOS	160°C	530°C
M	15 menit	60 menit	TEOS	160°C	

Sintesis ZSM-5 dengan metode hidrotermal

ID sample	Sumber silika	Waktu <i>aging</i>	Lama kristalisasi	Suhu kristalisasi	Kalsinasi
N	TEOS	24 jam	48 jam	150°C	530°C

Proses pembuatan gel dilakukan dengan mencampurkan TEOS, NaAlO<sub>2</sub>, TPABr dan air dengan menggunakan magnetic stirrer selama 60 menit. Larutan yang didapat kemudian melalui proses *aging* dengan suhu 60°C selama 24 jam hingga gel terbentuk sempurna. Gel tersebut kemudian dikristalisasi pada suhu 150°C selama 48 jam hingga terbentuk padatan. Padatan yang didapat kemudian dikalsinasi pada suhu 530°C selama 5 jam. Hasil sintesis padatan yang terbentuk dikarakterisasi menggunakan XRD (X-Ray Diffraction) untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan kemurnian produk hasil sintesis dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi dan topografi dari sampel serta FTIR untuk mengetahui gugus fungsi TPABr yang masih ada pada produk hasil sintesis. Rincian sampel yang disintesis dapat dilihat pada Tabel 3.2.

### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan Penelitian pada Penelitian ini adalah:

1. Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor TEOS
2. Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor silika gel
3. Sintesis ZSM-5 dengan metode hidrotermal
4. Karakterisasi menggunakan instrumen XRD, SEM dan FTIR

### **3.5 Prosedur Penelitian**

#### **3.5.1 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel**

Silika gel merupakan sumber silika untuk sintesis ZSM-5 yang disintesis melalui proses sol-gel. Silika gel disintesis dengan mencampurkan TEOS 98% sebanyak 9 mL dengan asam klorida 37% 0,4175 mL pada lemari asap. Kemudian

diaduk dengan magnetik stirrer dengan kecepatan 300 rad/menit selama 15 menit. Kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  sebanyak 0,3 mL pada lemari asap. Larutan ditutup dengan aluminium foil dan diaduk kembali dengan magnetik stirrer selama 10 menit atau hingga padatan putih terbentuk sempurna. Padatan tersebut dimasukkan ke dalam cawan dan dioven pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama satu jam hingga produk silica gel mengering. Hasil dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

Sumber silika dan alumina untuk sintesis bebas pelarut adalah silika gel dan natrium aluminat ( $\text{NaAlO}_2$ ). Mula-mula, sebanyak 3 gram silika gel dimasukkan ke dalam mortar. Kemudian ditambahkan sebanyak 0,205 gram  $\text{NaAlO}_2$  dan 2 gram natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ ) serta 0,75 gram TPABr. Setelah semuanya tercampur, selanjutnya adalah digerus atau dihomogenisasi dengan variasi 15 dan 60 menit serta waktu *aging* dengan variasi 0 dan 60 menit. Kemudian, campuran tersebut dipindahkan ke dalam *autoclave* berlapis teflon, disegel atau ditutup dan dimasukkan ke dalam oven yang dipanaskan pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 24 jam. selanjutnya diulangi kembali untuk variasi suhu kristalisasi  $140$  dan  $160^\circ\text{C}$ . Produk kering dikalsinasi di udara pada suhu  $530^\circ\text{C}$  selama 6 jam sampai dapatkan produk akhir zeolit ZSM-5 tanpa *template* TPABr di pori-porinya. Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD dan SEM.

### **3.5.2 Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor TEOS**

Sintesis ZSM-5 dengan prekursor TEOS dilakukan dengan mereaksikan 9 mL TEOS, 0,75 gram TPABr, 2 gram  $\text{NaOH}$  dan 0.205 gram  $\text{NaAlO}_2$  ke dalam 100 mL beaker glass. Pencampuran dilakukan dengan *magnetic stirrer* selama 2 jam. Larutan yang didapat kemudian diuapkan pada suhu  $100^\circ\text{C}$  selama 60 menit hingga

larutan yang didapat hampir mengering. Larutan tersebut digerus dengan mortar agate selama 15 menit hingga terbentuk padatan serbuk berwarna putih. Padatan tersebut kemudian dikristalisasi pada variasi suhu 120; 140; 160 dan 180°C. Padatan tersebut kemudian dikalsinasi pada suhu 530°C selama 5 jam dan tanpa kalsinasi. Hasil dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM. Begitu juga dengan hasil sebelum dan setelah kalsinasi dikarakterisasi menggunakan FTIR.

### **3.5.3 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal**

Sintesis ZSM-5 dengan metode hidrotermal dilakukan dengan pembuatan gel terlebih dahulu dengan mereaksikan 0,32 gram *sodium aluminate*, 1,26 gram TPABr, 17,515 mL *aquadest* dan 7,05 mL TEOS. Bahan tersebut dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL dan dicampur dengan magnetic stirrer selama 60 menit. Larutan yang telah homogen memasuki waktu *aging* pada suhu 60°C selama 24 jam. Setelah terbentuk gel, proses selanjutnya yaitu kristalisasi pada suhu 150°C selama 48 jam hingga terbentuk padatan. Padatan tersebut kemudian dikalsinasi pada suhu 530°C selama 5 jam hingga terbentuk serbuk halus berwarna putih. Serbuk halus tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM.

### **3.5.4 Karakterisasi**

#### **3.5.4.1 Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*)**

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada semua sampel produk hasil sintesis ZSM-5 dengan variasi suhu kristalisasi. Mulanya, cuplikan sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus, kemudian di press dengan alat press. Sampel yang telah halus ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X dengan

radiasi Cu K $\alpha$  pada  $\lambda$  sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut  $2\theta$  sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

#### **3.5.4.2 Karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)**

Karakterisasi dengan SEM dilakukan pada semua sampel produk hasil sintesis. Mulanya, sampel hasil sintesis dihaluskan. Sampel yang telah halus kemudian dimasukkan ke dalam sample holder dan dianalisis menggunakan SEM dan dilakukan perbesaran hingga diketahui bentuk dan ukuran dari ZSM-5.

#### **3.5.4.3 Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infrared*)**

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan dengan pembuatan pelet KBr terlebih dahulu. Pembuatan pelet dilakukan dengan mencampurkan KBr dan sampel dengan perbandingan (sampel:KBr = 1:48) atau 2% sampel. Setelah tercampur, sampel dimasukkan dalam alat pres hingga terbentuk pelet. Sampel yang didapat berupa pelet berbentuk lingkaran dengan ketebalan berkisar 1mm. Pelet yang didapat kemudian dimasukkan dalam sample holder dan dianalisis menggunakan instrumen FTIR hingga muncul spektra sampel.

### **3.6 Analisis Data**

1. Hasil sintesis ZSM-5 yang dianalisis oleh difraksi sinar-X (XRD) berupa difraktogram dan puncak sudut  $2\theta$  dibandingkan dengan IZA (*International Zeolit Association*). Perbandingan ini untuk mengetahui kemurnian ZSM-5 dengan standar.

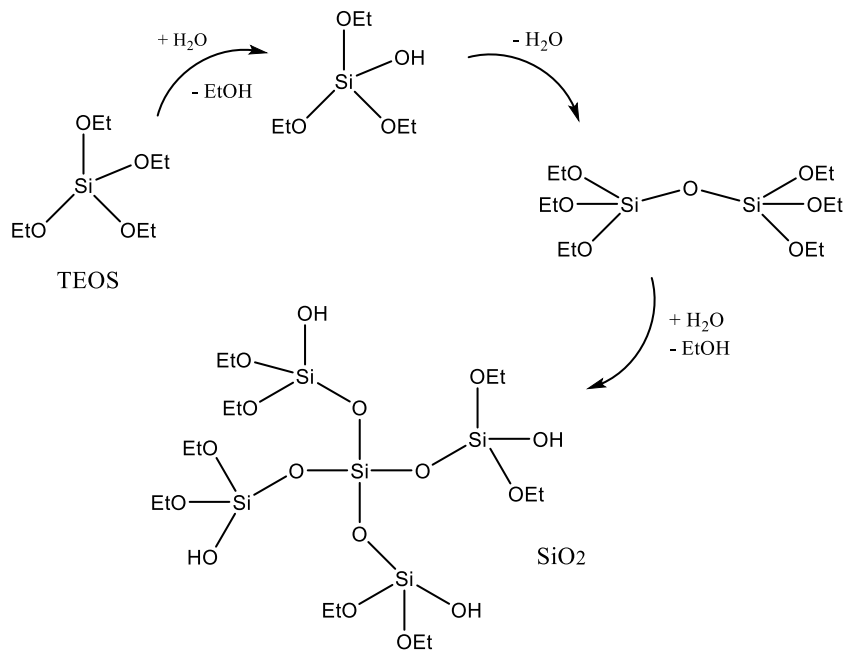
2. Hasil analisis ZSM-5 melalui karakterisasi SEM dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui morfologi dan topografi dari ZSM-5.
3. Hasil analisis menggunakan FTIR sebelum dan setelah kalsinasi dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui kemurnian ZSM-5 tanpa adanya pengotor dan *template* organiknya.

**BAB IV**  
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

**4.1 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel**

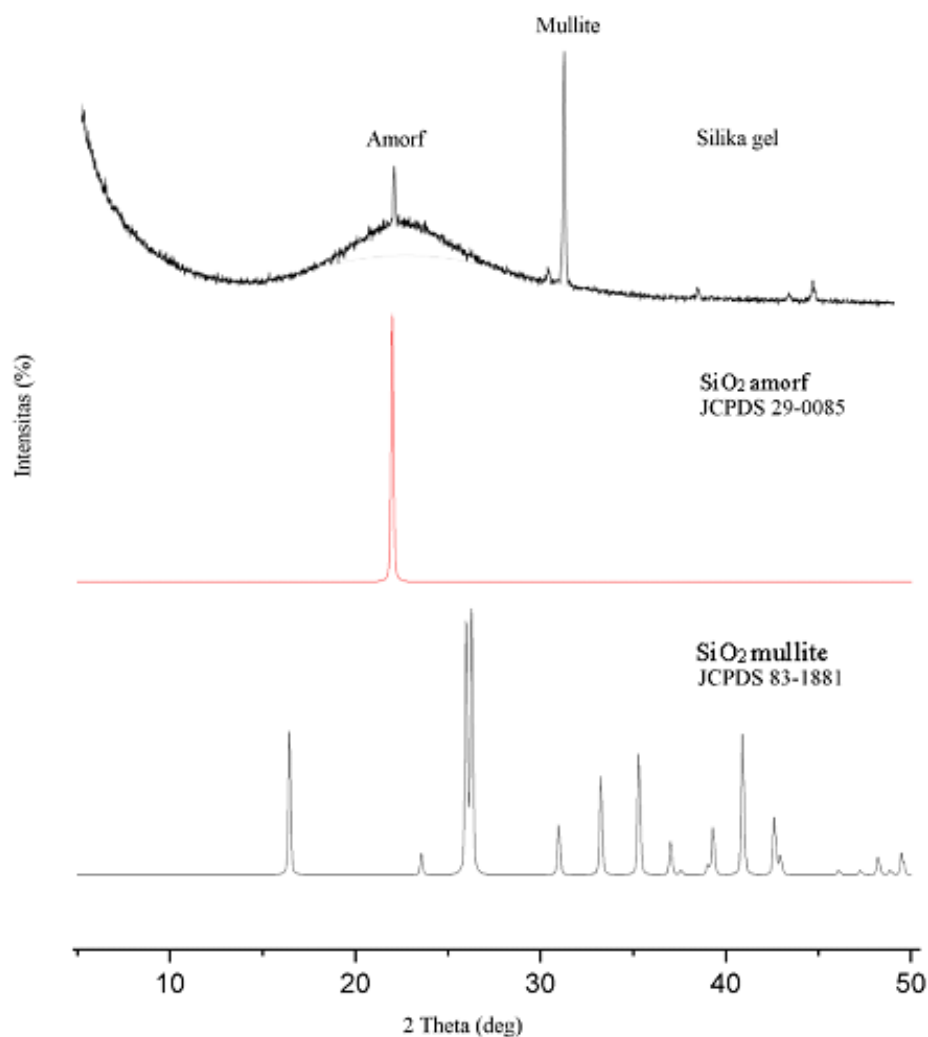
**4.1.1 Sintesis Silika Gel Sebagai Prekursor Sintesis Zeolit**

Proses pembuatan silika gel dilakukan berdasarkan proses Stöber dimana prekursornya dapat berasal dari *Tetraethylortosilicate* yang direaksikan dalam suasana asam dengan katalis ammonia (Stöber, dkk. 1968; Bladeraan, 1992). *Tetraethylortosilicate* yang bereaksi dengan air akan memutus gugus C<sub>2</sub>H<sub>5</sub> dan berikatan dengan anion (OH<sup>-</sup>). Hasil produk tersebut akan bereaksi dengan sesamanya dan menghasilkan produk sisa berupa air serta membentuk molekul yang lebih makro dengan diameter berkisar antara 50 – 2000 nm (Bogush, 1991). Reaksi dalam proses pembentukan silika gel dapat dilihat dalam Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Pembentukan Silika Gel dari TEOS

Hasil sintesis silika gel dianalisis menggunakan *X-ray Diffraction* dan disesuaikan dengan standar  $\text{SiO}_2$ . Hasil analisis silika gel dapat dilihat pada Gambar 4.2.



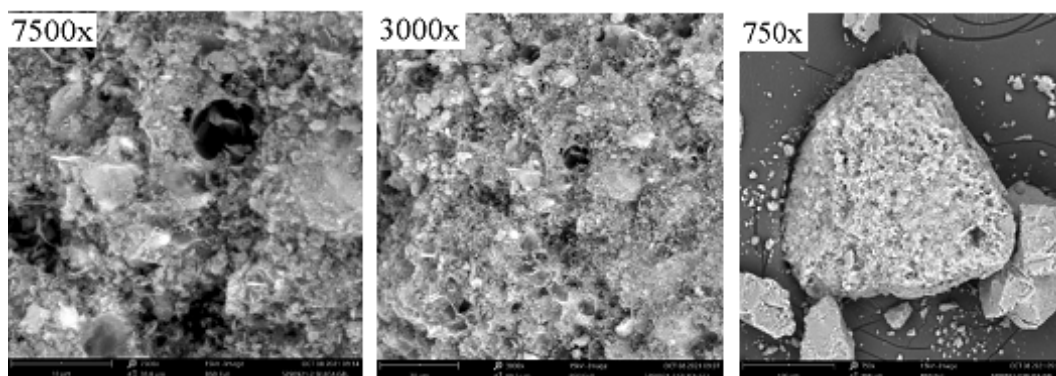
Gambar 4.2 Hasil XRD silika gel

Hasil difraktogram silika gel menunjukkan bahwa struktur silika gel mengarah pada struktur *silicon dioxide* jenis *amorf* dan *mullite*. Hal tersebut dibuktikan dengan adanya puncak pada  $2\theta = 32,729$  (Mullite) dan puncak kecil di  $2\theta = 23,075$  (Amorf) yang berada di area bukit puncak. Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Nandanwar dan Haque (2015), senyawa *silicon dioxide* dengan prekursor



TEOS yang dikeringkan pada suhu 110°C memiliki struktur jenis *amorf*. *Silikon dioxide* dengan fasa *amorf* memudahkan proses sintesis karena mudah bereaksi untuk membentuk sebuah produk sintesis. Hal ini dikarenakan molekul dalam fasa amorf memiliki pergerakan molekul yang tinggi yang menyebabkan ketidakstabilan secara kimia maupun fisika. Pembentukan fasa mullite dapat dicegah dengan menggunakan pengeringan pada suhu yang lebih rendah dengan waktu yang lebih singkat, sehingga tidak dihasilkan padatan yang berstruktur keras dan kerangka yang padat.

Selain analisis struktur dengan *X-ray Diffraction* (XRD), silika gel hasil sintesis juga dianalisis morfologinya menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil analisis dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 4.3. Berdasarkan hasil citra SEM dengan perbesaran 750x menunjukkan hasil morfologi dengan ukuran yang tidak beragam. Jika diperbesar dengan perbesaran 3000x pada salah satu sisi menunjukkan permukaan kristal yang tidak rata dan memiliki pori-pori dan dengan perbesaran 7500x menunjukkan pori-pori yang lebih tampak.

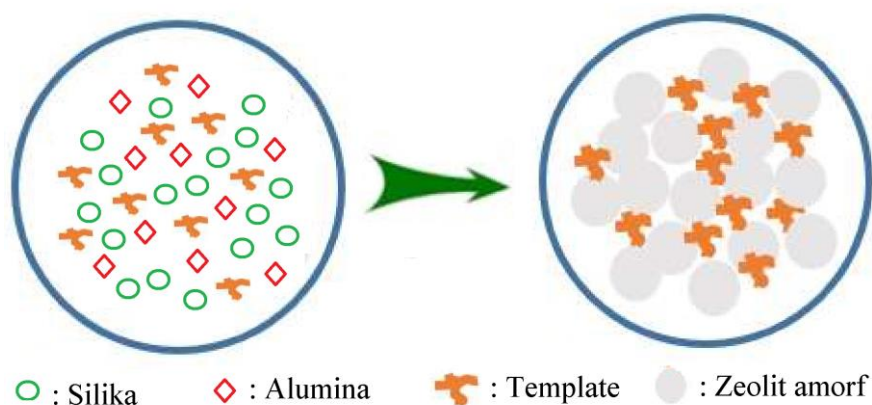


Gambar 4.3 Hasil karakterisasi silika gel menggunakan SEM

#### 4.1.2. Pengaruh Lama Penggerusan

Penggerusan dalam proses sintesis ZSM-5 dilakukan dengan metode *solid state* dimana seluruh bahan dicampur dan kemudian digerus dengan waktu tertentu.

Penggerusan berfungsi sebagai pemberian suatu energi agar setiap senyawa bertumbukan dan saling kontak untuk bereaksi sehingga membentuk sebuah produk. Proses ini dapat diilustrasikan pada Gambar 4.4.

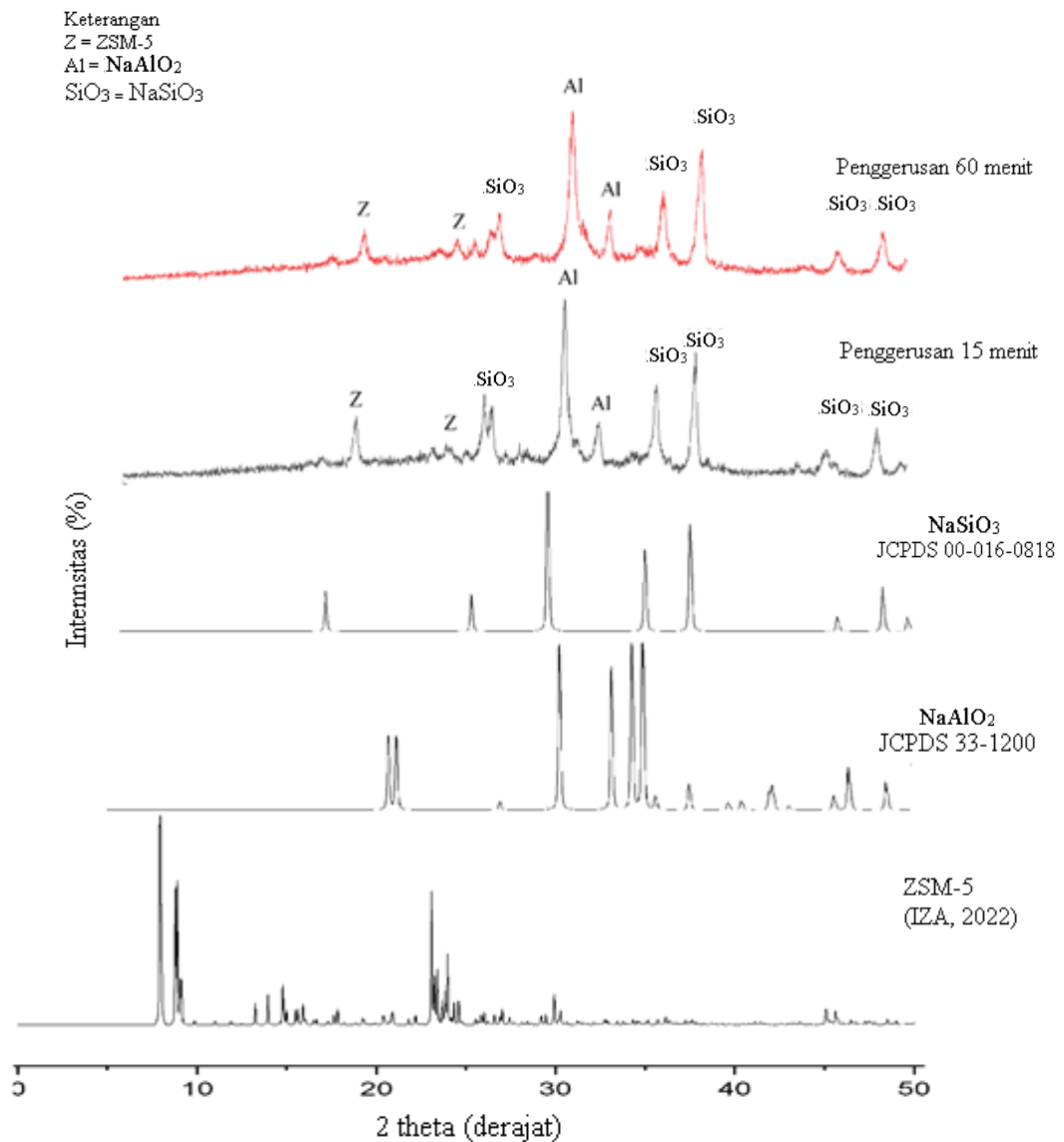


Gambar 4.4 Ilustrasi penggerusan

Semakin lama waktu penggerusan yang diberikan, maka semakin sering juga kontak antar reaktan yang terjadi yang menyebabkan semakin banyak pula reaktan yang bereaksi dan membentuk sebuah produk baru. Pada penelitian ini, variasi waktu penggerusan yang dilakukan adalah dengan variasi 15 menit dan 60 menit. Hasil XRD dapat dilihat pada Gambar 4.5.

Analisis secara kualitatif menunjukkan bahwa puncak ZSM-5 yang disintesis dengan penggerusan 15 dan 60 menit tidak menunjukkan hasil perbedaan yang signifikan. Keduanya menunjukkan peak ZSM-5 dengan intensitas yang rendah pada  $2\text{-theta}$  23. Sedangkan produk masih menunjukkan peak reaktan (*sodium aluminate*) serta sodium silikat. Hal ini dikarenakan sumber silika gel yang digunakan sebagian besar memiliki fasa mullite yang sulit bereaksi. Fasa mullite memiliki karakteristik berupa stabilitas pada suhu tinggi, titik leleh tinggi, ekspansi dan konduktivitas termal rendah, resistivitas tinggi dan stabilitas korosi. Akibat

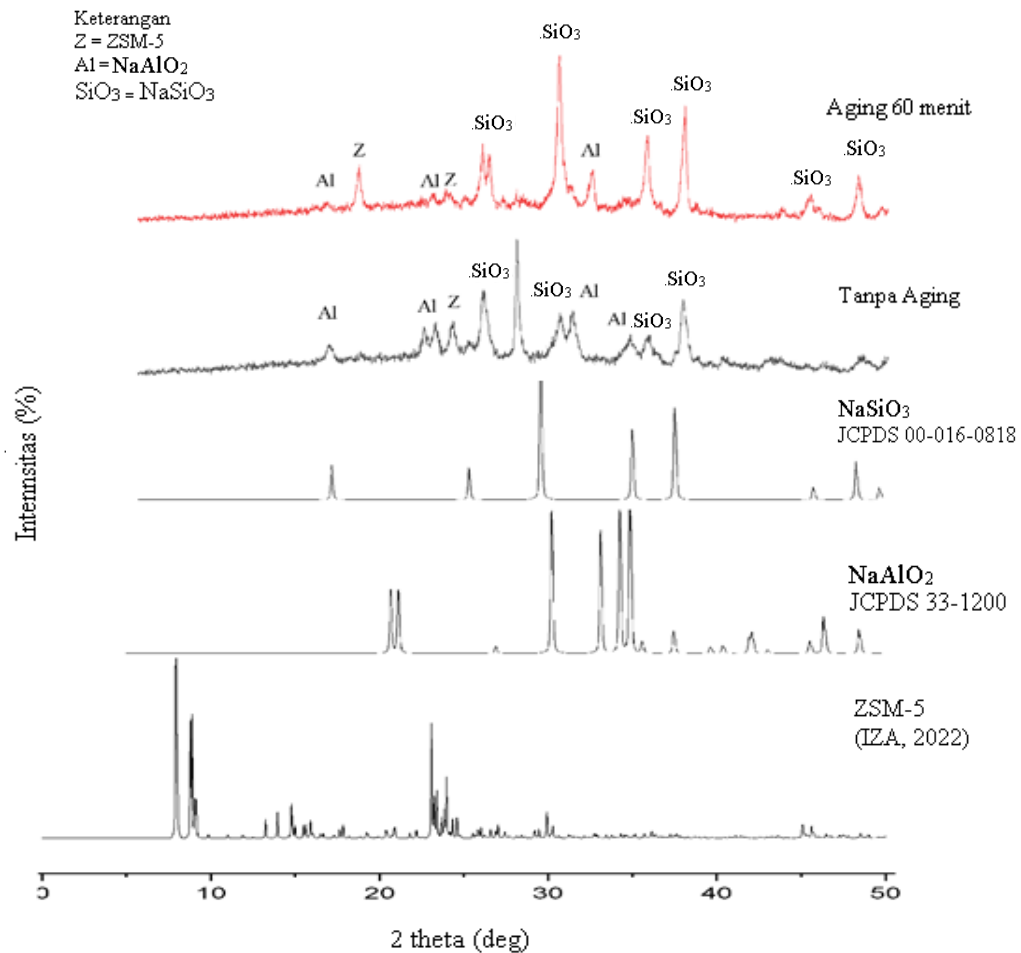
memiliki stabilitas pada suhu yang tinggi, maka fasa ini sulit untuk digunakan sebagai bahan dalam proses sintesis karena sulit untuk direaksikan (Ilic dan Matovic, 2014). Sehingga penambahan waktu penggerusan pun tidak cukup untuk mereaksikan sumber silika berfasa mullite untuk membentuk produk ZSM-5 yang lebih murni.



Gambar 4.5 Pengaruh lama penggerusan

### 4.1.3 Pengaruh Waktu Pemeraman (*Aging*)

Pemeraman merupakan pemberian waktu dengan tujuan mempercepat proses reaksi. Dalam proses sintesis, waktu *aging* dapat meningkatkan kristalinitas produk. Pada penelitian ini, variasi yang digunakan adalah 0 menit (tanpa *aging*) dan 60 menit. Hasil XRD produk akhir reaksi dapat dilihat pada Gambar 4.6.



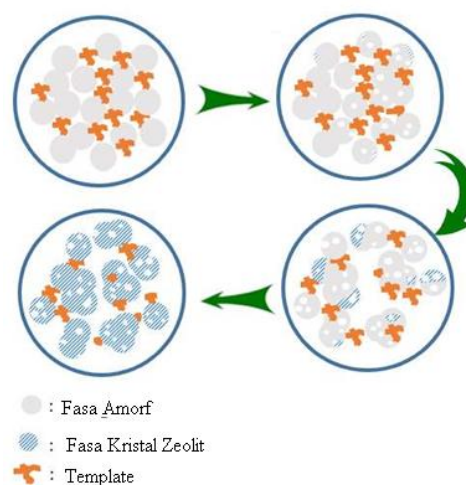
Gambar 4.6 Difraktogram pengaruh pemberian waktu *aging* terhadap produk akhir reaksi

Analisis secara kualitatif secara umum, kedua produk masih menunjukkan peak *sodium aluminate* dan *sodium silikat* dengan intensitas yang tinggi. Hasil yang lebih baik ditunjukkan oleh produk dengan waktu *aging* 60 menit dimana menghasilkan

peak ZSM-5 dengan intensitas sedang pada  $2\text{-theta}$  18 dan intensitas rendah pada  $2\text{-theta}$  23. Sedangkan produk yang disintesis tanpa *aging* menghasilkan puncak ZSM-5 pada  $2\text{-theta}$  area 23 dengan intensitas sedang. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan *aging* menghasilkan peak khas ZSM-5 yang lebih banyak daripada produk yang disintesis tanpa *aging*. Hal ini dikarenakan pembentukan nukleasi dan pertumbuhan Kristal zeolit terjadi saat proses *aging* (Zhanov dan Samulevich, 1980). Akan tetapi pemberian waktu *aging* tidak secara signifikan mempengaruhi pembentukan ZSM-5 yang lebih murni karena produk masih menunjukkan intensitas *sodium aluminate* dan sodium silikat dengan intensitas yang tinggi.

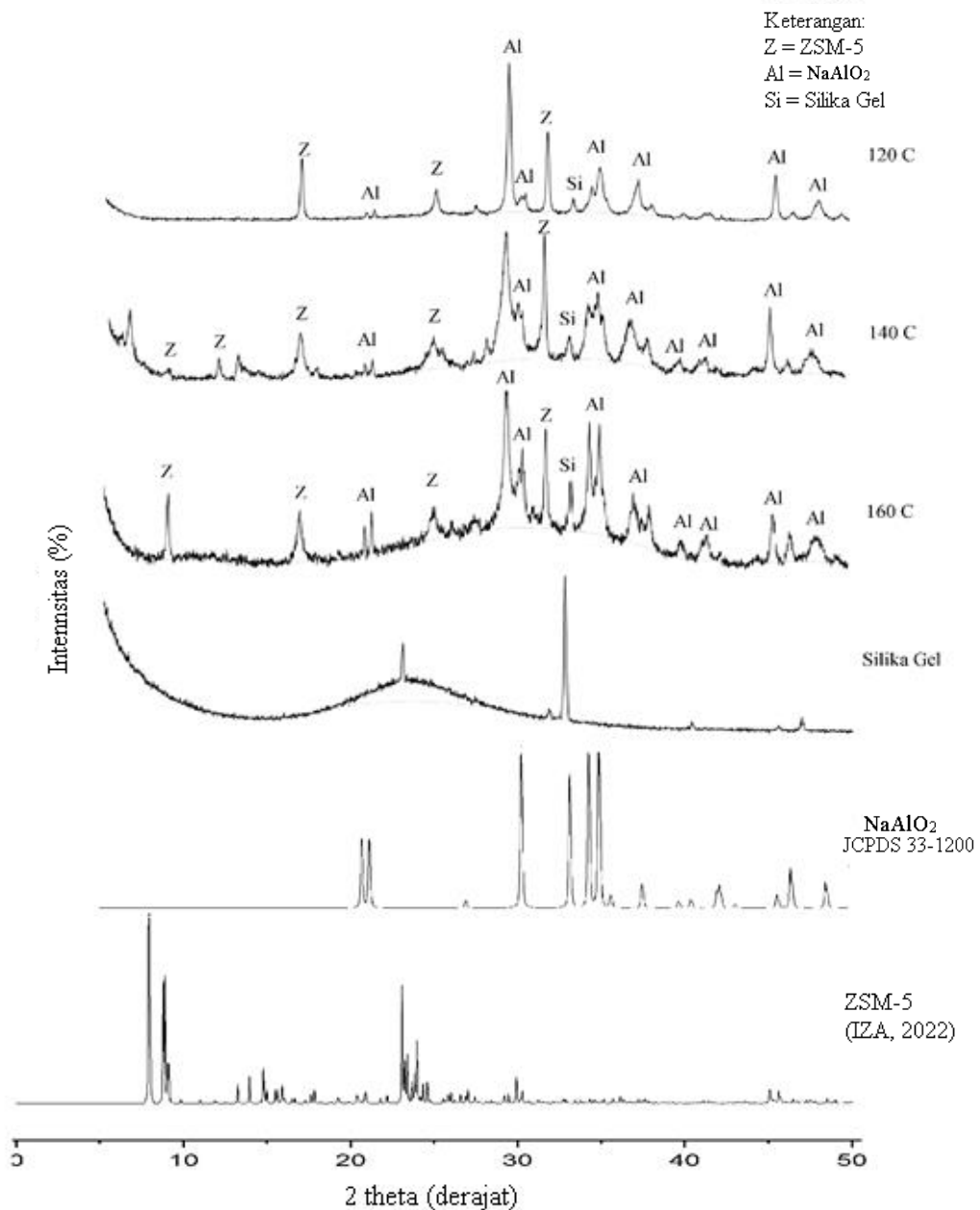
#### 4.1.4. Pengaruh Suhu Kristalisasi

Kristalisasi adalah proses pemanasan suatu sampel produk sintesis dalam waktu tertentu dengan suhu yang konstan untuk membentuk fasa padat berupa kristalin. Suhu kristalisasi mempengaruhi proses terbentuknya kristal ZSM-5 karena memberikan suatu energi untuk membentuk padatan kristal yang sempurna. Proses ini dapat dilihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Proses kristalisasi (Zhang dkk., 2021)

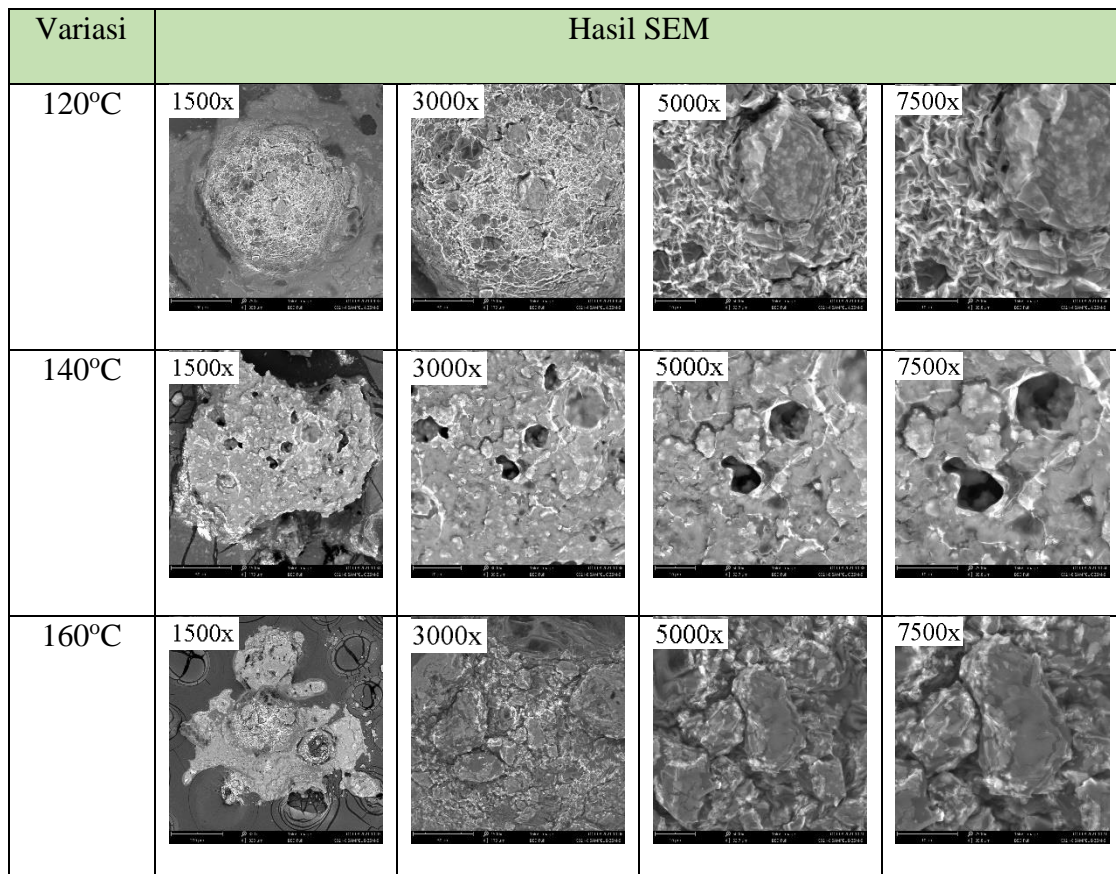
Pada tahapan ini, zeolit yang telah digerus menghasilkan produk ZSM-5 dengan fasa amorf. Hasil produk tersebut kemudian dimasukkan ke dalam hidrotermal dan dikristalisasi dengan variasi suhu kristalisasi 120; 140 dan 160°C selama 24 jam untuk menghasilkan kisi kristal produk ZSM-5. Hasil XRD pada proses sintesis dengan variasi suhu kristalisasi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.8.



Gambar 4.8 Hasil difraktogram pengaruh suhu kristalisasi terhadap produk akhir reaksi

Secara kualitatif, kristal ZSM-5 yang disintesis pada suhu 120°C tidak menunjukkan peak khas ZSM-5 pada  $2\text{-theta}$  area 8, peak dengan intensitas tinggi pada  $2\text{-theta}$  area 16 dan peak intensitas sedang pada area 23. Sedangkan ZSM-5 yang disintesis pada suhu kristalisasi 140°C menghasilkan peak dengan intensitas rendah pada area  $2\text{-theta}$  8, peak intensitas sedang pada  $2\text{-theta}$  16 dan 23. Sedangkan ZSM-5 yang dikalsinasi pada suhu 160°C menghasilkan peak dengan intensitas tinggi pada  $2\text{-theta}$  8 dan intensitas sedang pada area  $2\text{-theta}$  16 dan 23. Berdasarkan data tersebut, suhu yang terbaik pada sintesis ZSM-5 pada variasi tersebut adalah suhu kristalisasi pada suhu 160°C. Sehingga secara kualitatif menunjukkan bahwa suhu kristalisasi mempengaruhi intensitas dan kemurnian produk ZSM-5. Hal ini dikarenakan suhu yang terlalu rendah mungkin tidak menyediakan energi yang cukup untuk memfasilitasi penataan ulang ikatan, difusi atom dan reaksi dengan *template* organik untuk menghasilkan kerangka ZSM-5 dengan struktur yang baik (Nada dkk, 2019). Selain analisis struktur menggunakan XRD, produk sintesis juga dianalisis morfologinya menggunakan SEM yang dapat dilihat pada Gambar 4.9.

Berdasarkan hasil citra SEM, padatan ZSM-5 dengan variasi suhu 120°C masih berupa gumpalan-gumpalan dan masih belum menampakkan wujud dan ukuran kristal dengan jelas. Sedangkan padatan ZSM-5 dengan variasi suhu 140°C sudah mulai terlihat morfologi berupa permukaan yang tidak rata dan berpori. Sedangkan secara topografi bongkahan tersebut berukuran yang besar dan tidak beraturan. Hasil yang lebih baik ditunjukkan pada suhu 160°C dimana secara morfologi, permukaan lebih terlihat dengan kondisi yang tidak rata. Secara topografi, bongkahan tersebut berukuran lebih kecil dengan antar padatan tidak beragam.



Gambar 4.9 Hasil citra SEM produk dengan variasi suhu

#### 4.2 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS

Sintesis ZSM-5 juga dapat dilakukan dengan sumber silika dari *tetraethylortosilicate* secara langsung tanpa melalui proses preparasi TEOS untuk membentuk silica gel. Sehingga dalam prosesnya bahan-bahan melalui beberapa tahap seperti pengadukan bahan dengan *magnetic stirrer*, pengeringan, penggerusan, kristalisasi dan kalsinasi. Tahap pengadukan bahan bertujuan untuk mencampurkan bahan agar terjadinya kontak fisik yang bertujuan untuk menghasilkan produk baru dengan hasil yang optimal.

Produk hasil pencampuran tersebut selanjutnya melalui proses pengeringan yang bertujuan menguapkan zat cair yang tidak bereaksi membentuk zeolit.



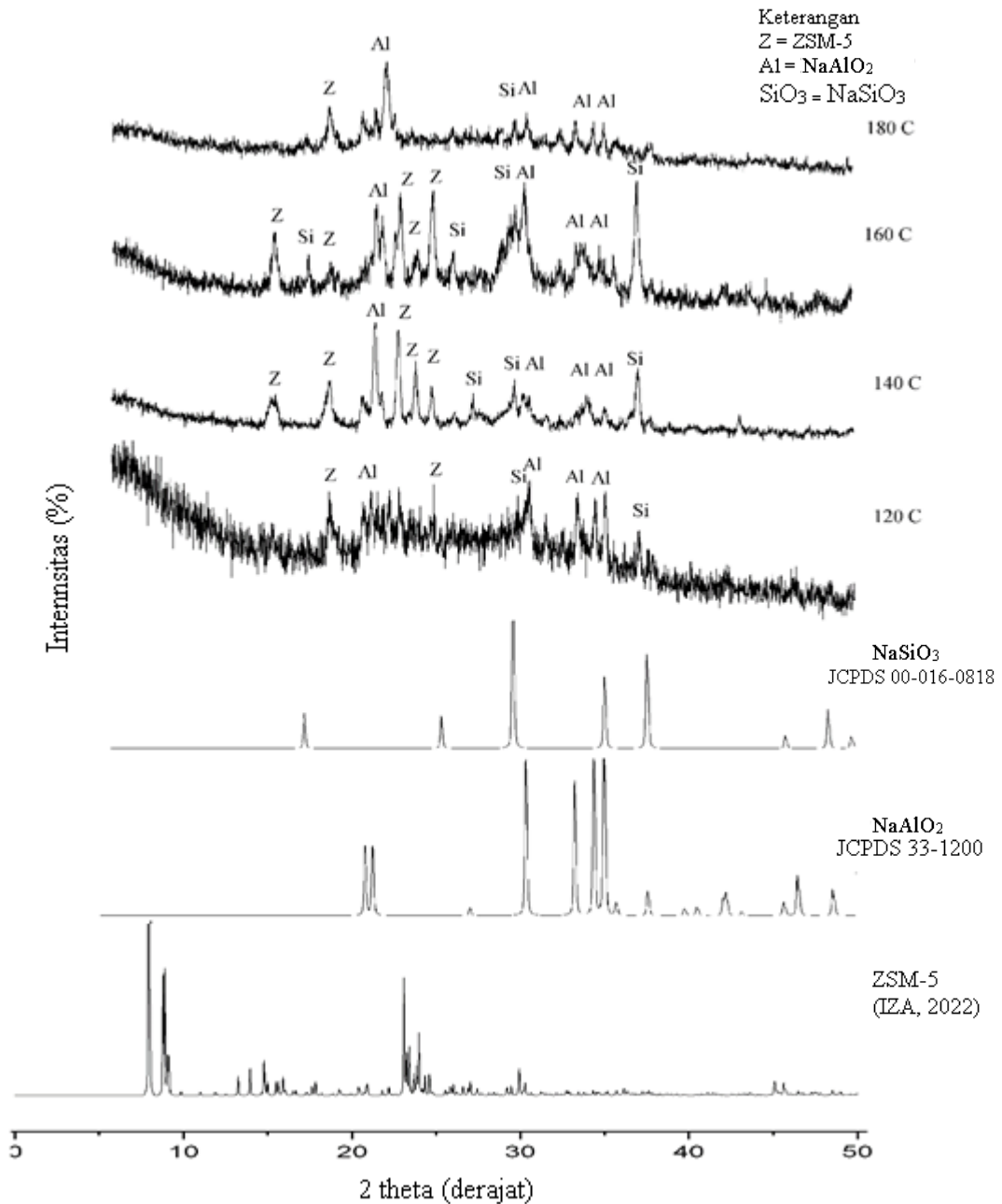
Sehingga produk tersebut akan mengalami pemadatan akibat berkurangnya kadar air dalam produk itu sendiri. Produk pekat masuk ke tahap penggerusan yang bertujuan untuk memberikan energi agar terjadinya kontak fisik sehingga terbentuknya produk dengan fasa amorf. ZSM-5 dengan fasa amorf tersebut dikristalisasi untuk membentuk fasa kristal ZSM-5. Setelah melalui proses kristalisasi, proses terakhir adalah kalsinasi dengan menggunakan suhu 530 °C selama 5 jam untuk menghilangkan *template* organik yang masih tersisa dalam produk ZSM-5. Sehingga diharapkan hasil sintesis murni ZSM-5 tanpa adanya *template* organik yang masih tertinggal.

#### **4.2.1. Pengaruh Suhu Kristalisasi**

Berdasarkan hasil pengaruh variasi suhu kristalisasi produk zeolit yang disintesis dengan prekursor silika gel, hasil terbaik ditunjukkan dengan variasi suhu 160 °C. Hasil tersebut mungkin saja berbeda apabila prekursor sumber silika yang digunakan berupa TEOS cair. Rentang suhu yang digunakan diperluas yaitu 120; 140; 160 dan 180°C untuk mengetahui suhu optimal dalam proses kristalisasi ZSM-5. Semakin optimal suhu yang diberikan kepada padatan ZSM-5, maka proses kristalisasi akan berjalan semakin baik. Sehingga produk yang dihasilkan akan menghasilkan produk yang lebih kristalin. Hasil analisa struktur dengan *X-ray Diffraction* dapat dilihat pada Gambar 4.10.

Hasil XRD pada variasi suhu kristalisasi ZSM-5 dengan menggunakan sumber silika dari TEOS menunjukkan hal yang hampir sama dengan variasi suhu kristalisasi dengan menggunakan silika gel, dimana pada umumnya penambahan suhu kristalisasi dapat meningkatkan hasil produk menjadi yang lebih baik. Analisis

secara kualitatif menunjukkan pada suhu 120°C menunjukkan peak ZSM-5 intensitas rendah pada  $2\text{-theta}$  18 dan 24.



Gambar 4.10 Hasil difraktogram pengaruh suhu kristalisasi terhadap produk akhir reaksi

ZSM-5 yang disintesis dengan suhu kristalisasi 140 °C menghasilkan peak khas ZSM-5 pada area 16 dan 18 dengan intensitas sedang dan area 23-24 dengan intensitas sedang hingga tinggi. Sedangkan ZSM-5 yang disintesis pada suhu kristalisasi 160 °C menghasilkan peak khas ZSM-5 pada area *2-theta* 16 dengan intensitas sedang, intensitas rendah pada area *2-theta* 18 dan intensitas sedang hingga tinggi pada *2-theta* 23-24. Sedangkan ZSM-5 yang disintesis pada suhu kristalisasi 180°C menghasilkan puncak khas zeolit dengan intensitas sedang pada *2-theta* 18. Sehingga secara kualitatif, intensitas puncak khas ZSM-5 terus meningkat seiring dengan penambahan suhu yakni pada suhu 140 dan 160°C. Sedangkan produk dengan karakterisasi pada suhu 180°C menunjukkan hasil yang sedikit berbeda dimana sepertinya membentuk produk lain akibat suhu kristalisasi yang terlalu tinggi.

Berdasarkan data hasil XRD pada variasi suhu tersebut menunjukkan sintesis ZSM-5 menunjukkan hasil terbaik pada suhu kristalisasi berkisar 140-160°C. Pada kristalisasi suhu 120°C menunjukkan puncak ZSM-5 yang lebih rendah dan masih didominasi oleh puncak reaktan. Hal ini dikarenakan suhu yang terlalu rendah mungkin tidak menyediakan energi yang cukup untuk memfasilitasi penataan ulang ikatan, difusi atom dan reaksi dengan *template* organik untuk menghasilkan kerangka ZSM-5 dengan struktur yang baik (Nada dkk., 2019). Sedangkan kristalisasi pada suhu yang lebih tinggi (180°C) mengakibatkan kerusakan struktur dan penurunan keasaman zeolit. Hal ini mungkin dikarenakan suhu tersebut memiliki ambang batas ketahanan kerangka maupun struktur padatan (Anggoro dkk. 2018)

Perubahan struktur akibat adanya suatu energi berupa panas secara implisit terdapat dalam surat An-Nisa' [4] ayat 56 yang berbunyi:

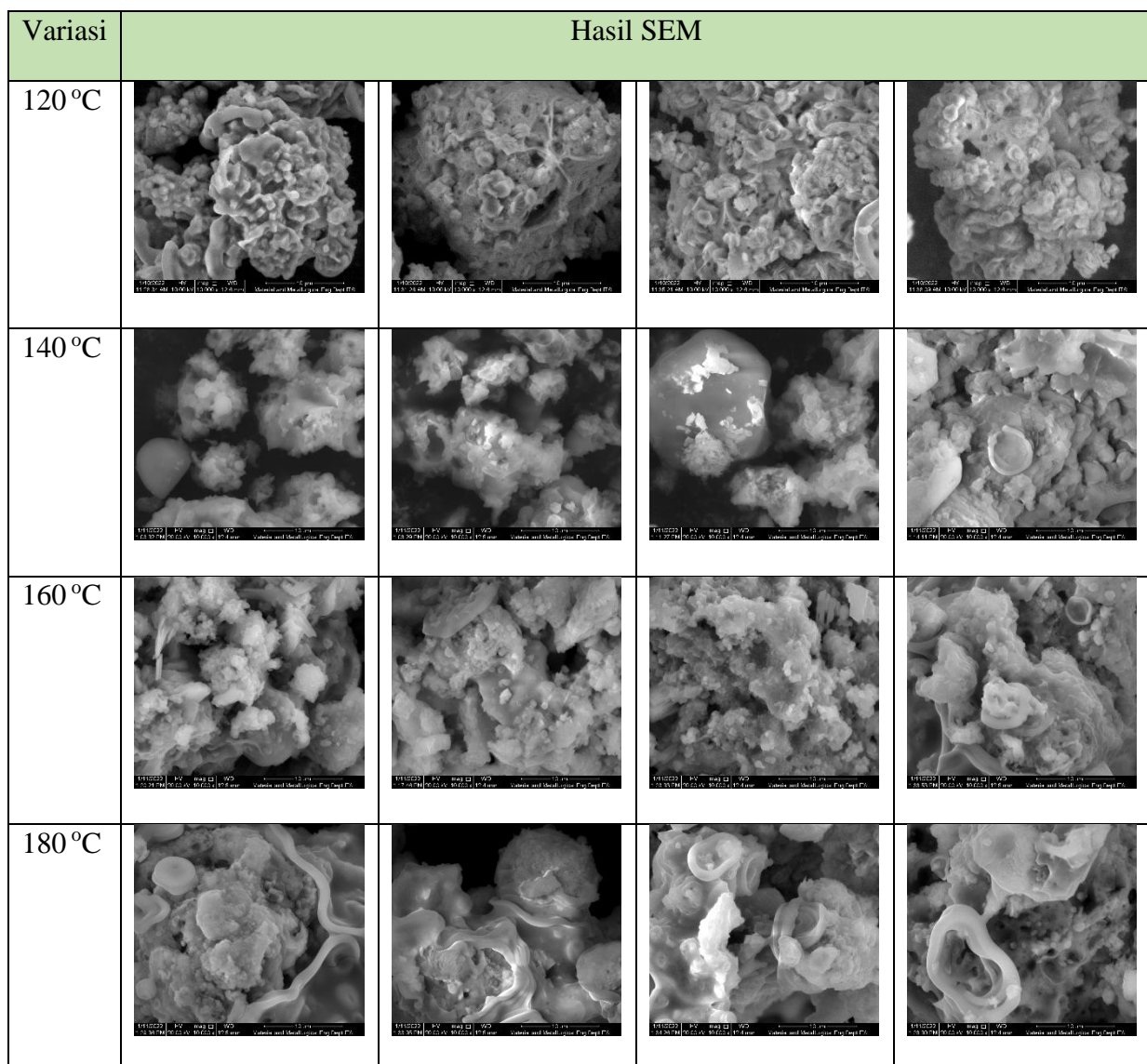
إِنَّ الَّذِينَ كَفَرُوا بِآيَاتِنَا سَوْفَ نُصَلِّيهِمْ نَارًا كَلَّمًا نَضِجَتْ جُلُودُهُمْ بَدَلْنَاهُمْ جُلُودًا غَيْرَهَا لِيَذُوقُوا  
الْعَذَابَ إِنَّ اللَّهَ كَانَ عَزِيزًا حَكِيمًا (56)

Artinya: “*Sungguh, orang-orang yang kafir kepada ayat-ayat Kami, kelak akan Kami masukkan ke dalam neraka. Setiap kali kulit mereka **hangus**, Kami ganti dengan kulit yang lain, agar mereka merasakan azab. Sungguh, Allah Maha-perkasa, Mahabijaksana*” (An-Nisa' [4]: 56)

Berdasarkan tafsir Ibnu Katsir, orang kafir yang dimaksud adalah kaum yahudi yang tidak beriman akan disiksa dalam api neraka yang akan melalap seluruh badan dan anggota tubuh mereka. AI-A'masy meriwayatkan dari Ibnu 'Umar: “Apabila kulit-kulit mereka telah terbakar, maka mereka akan digantikan dengan kulit lainnya yang putih seperti kertas.” Diriwayatkan oleh Ibnu Abi Hatim. Hal ini menunjukkan panas dapat mengubah struktur kulit menjadi rusak atau hangus. Sehingga terjadi perubahan bentuk, fasa maupun struktur dari sebuah zat akibat penambahan energi berupa panas tersebut (Ibnu Katsir, 2005). Sistem yang sama juga terjadi pada proses sintesis ZSM-5, dimana suhu kristalisasi yang terlalu tinggi mengakibatkan kerusakan pada struktur kerangka zeolit. Analisis morfologi dilakukan menggunakan instrumen SEM pada Gambar 4. 11,

Berdasarkan hasil citra SEM dengan perbesaran 10.000x, produk ZSM-5 yang disintesis pada suhu kristalisasi 120°C menghasilkan padatan yang masih berupa gumpalan-gumpalan dengan bentuk yang tidak beraturan dengan permukaan yang kasar. Sedangkan produk ZSM-5 yang disintesis pada suhu kristalisasi 140°C

menghasilkan produk berupa gumpalan-gumpalan yang lebih kecil dengan bentuk yang tidak seragam dengan permukaan berupa tonjolan-tonjolan. Produk ZSM-5 yang disintesis pada suhu kristalisasi 160°C menghasilkan ukuran kristal yang relatif lebih kecil namun dengan ukuran yang tidak seragam dengan permukaan yang tidak rata.

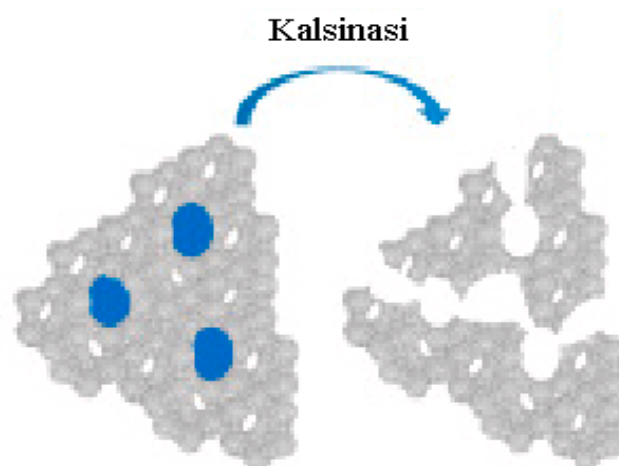


Gambar 4.11 Hasil citra SEM produk ZSM-5 dengan prekursor TEOS perbesaran 10000x pada daerah yang berbeda

Hasil berbeda ditunjukkan pada produk yang disintesis pada suhu kristalisasi 180°C dimana bentuk kristal hampir tidak menyerupai kristal ZSM-5 dimana bentuk dari padatan tersebut berupa padatan memanjang dengan adanya sebuah lubang seperti layaknya sebuah pori dengan permukaan yang halus. Hasil SEM sesuai dengan hasil XRD, dimana produk dengan suhu kristalisasi 180°C menghasilkan produk yang sedikit berbeda dengan produk yang dikristalisasi dengan suhu yang lebih rendah.

#### **4.2.2. Pengaruh Kalsinasi**

Kalsinasi merupakan salah satu proses pemurnian dimana suatu padatan dipanaskan dengan suhu yang tinggi dengan waktu tertentu dengan tujuan untuk menghilangkan suatu zat yang tidak diinginkan, mudah menguap, mengoksidasi sebagian massa maupun membuat kerangka utama rapuh. Pada bagian ini, tujuan utama kalsinasi adalah untuk menghilangkan *template* organik (TPABr) dari kerangka ZSM-5. *Template* organik seperti TPABr perlu dihilangkan dari zeolit hasil sintesis untuk menghasilkan produk sintesis ZSM-5 yang lebih murni. Suhu kalsinasi yang digunakan adalah 530°C dengan waktu 5 jam. Pemilihan suhu tersebut dikarenakan suhu tersebut melebihi suhu titik lebur dari TPABr yang memiliki titik lebur 260-270 °C. Selain menghilangkan TPABr, tujuan lain adalah menghilangkan garam-garam sisa yang mungkin saja terbentuk akibat proses sintesis. Dalam proses kalsinasi, zat-zat yang tidak diinginkan akan menguap dan meninggalkan kerangka utama ZSM-5. Sehingga produk yang dihasilkan akan lebih murni tanpa adanya *template* organik tersebut maupun garam-garam yang tidak diinginkan. Proses kalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.12.

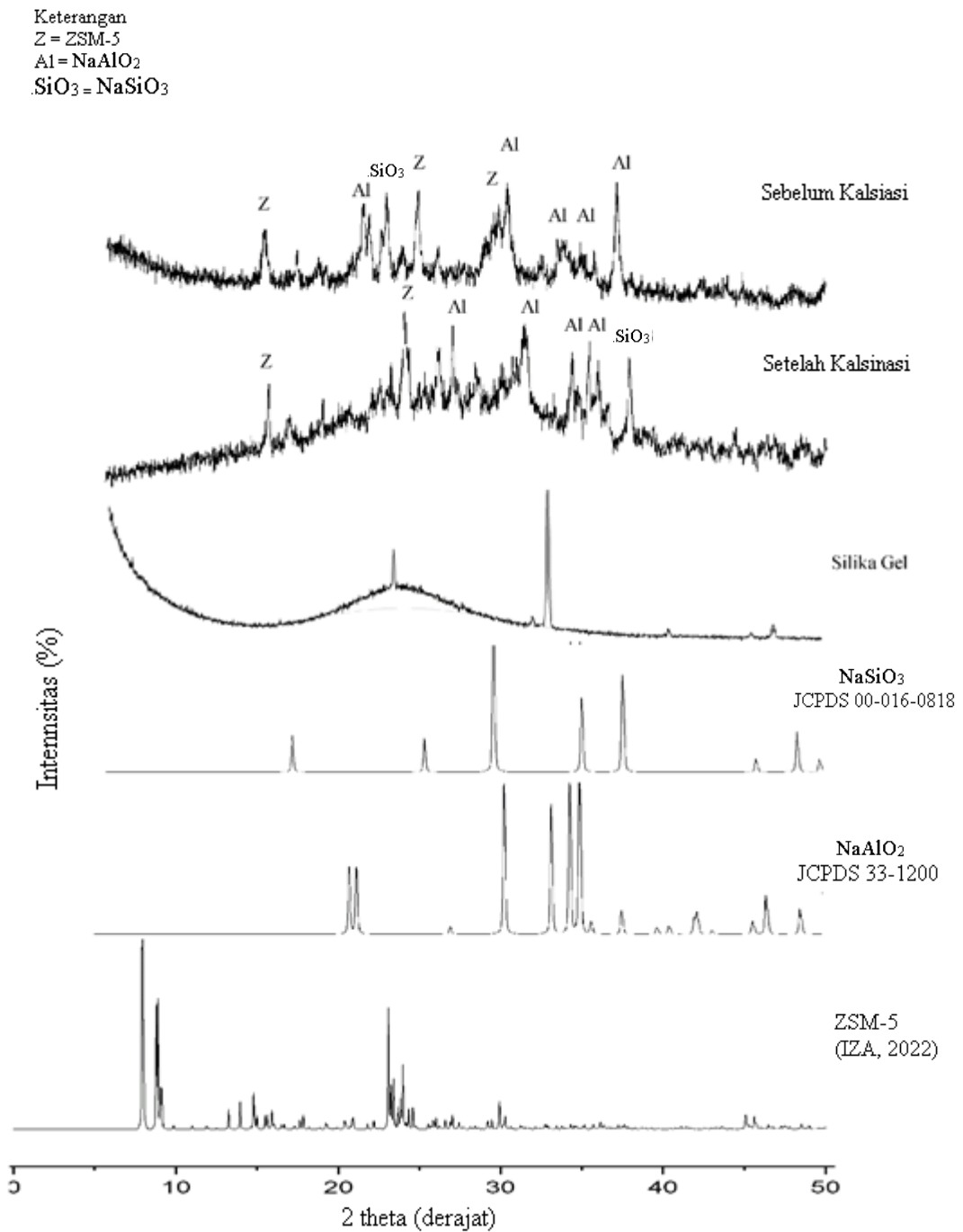


Gambar 4.12 Ilustrasi zeolit sebelum dan setelah kalsinasi (Gomez dkk, 2022)

Berdasarkan Gambar 4.12, dapat diketahui bahwa TPABr yang mengarahkan struktur zeolit dengan tipe MFI dengan ukuran pori berkisar antara 5-20 nm menempati pori-pori ZSM-5 itu sendiri. Pada saat proses kalsinasi, TPABr akan menguap dan menghilang meninggalkan struktur kerangka zeolit. Akan tetapi kerangka utama zeolit tidak berubah, hal ini dikarenakan produk zeolit telah mengalami proses kristalisasi dengan struktur kristal yang kokoh. Sehingga kerangka utama zeolit akan tetap sama dan tidak akan rusak walaupun dikalsinasi dengan suhu 530°C. Hasil karakterisasi struktur dengan XRD produk ZSM-5 sebelum dan setelah dikalsinasi dapat dilihat pada Gambar 4.13.

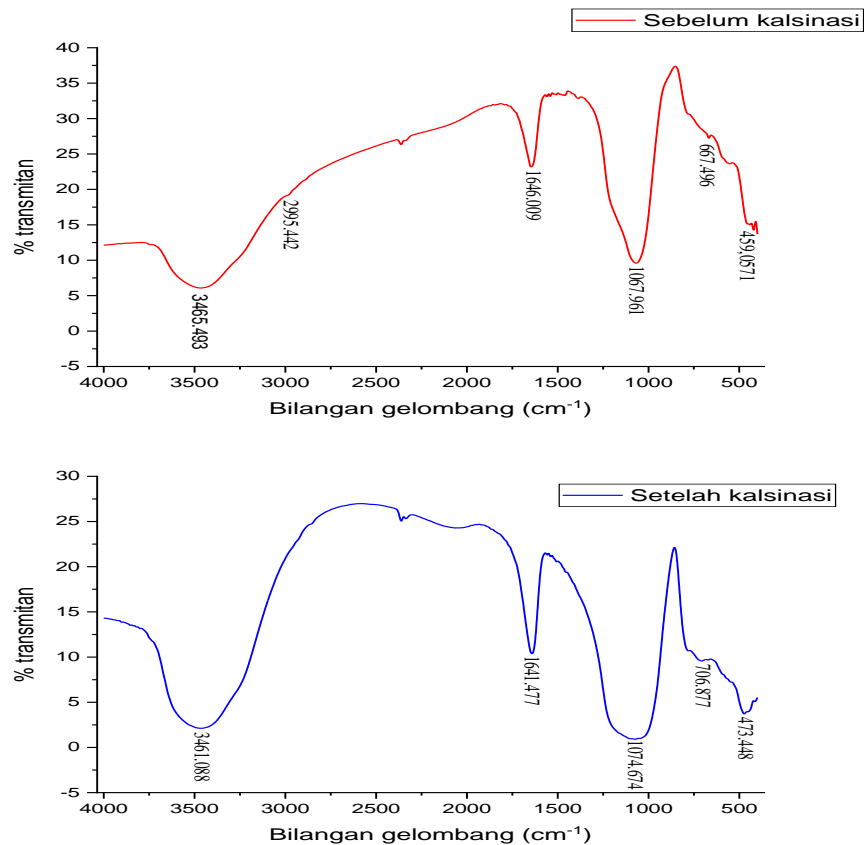
Berdasarkan hasil XRD sebelum dan setelah kalsinasi menunjukkan bahwa produk lebih murni dimana beberapa peak reaktan hilang maupun intensitas yang berkurang. Akan tetapi tidak muncul peak lain yang menunjukkan adanya struktur lain dengan adanya proses kalsinasi. Hal ini dikarenakan TPABr merupakan surfaktan organik yang tidak dapat muncul saat dikarakterisasi menggunakan XRD. Sehingga tidak ada puncak lain yang ada pada hasil XRD sebelum dikalsinasi.

Senyawa organik TPABr hanya dapat muncul dengan instrumen organik seperti FTIR. Hasil analisa secara FTIR dapat dilihat pada Gambar 4.14.



Gambar 4.13 Difraktogram pengaruh kalsinasi ZSM-5 yang disintesis dengan metode penggerusan menggunakan prekursor TEOS pada suhu kristalisasi  $160^\circ\text{C}$





Gambar 4.14 Hasil analisa FTIR sebelum dan setelah kalsinasi ZSM-5 yang disintesis dengan metode hidrotermal

Tabel 4.1 Analisis serapan panjang gelombang

No	Serapan pada bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )	Keterangan
<b>Sebelum kalsinasi</b>		
1	3465,493	Serapan $\text{H}_2\text{O}$ (-OH) ulur
2	2995,442	C-H ulur dan tekuk
3	1646,009	Serapan $\text{H}_2\text{O}$ (-OH) tekuk
4	1067,961	Regangan asimetri dari T-O Si-O-Si/Al
5	667,496	Regangan simetri dari T-O Si-O-Si/Al
6	551,346	Cincin ganda dari pentasil <i>framework composing</i> milik tipe zeolit MFI
<b>Setelah kalsinasi</b>		
1	3461,088	Serapan $\text{H}_2\text{O}$ (-OH) ulur
2	1641,477	Serapan $\text{H}_2\text{O}$ (-OH) tekuk
3	1074,674	Regangan asimetri dari Si-O-Si/Al
4	706,877	Regangan simetri dari Si-O-Si/Al
5	473,448	Cincin ganda dari pentasil <i>framework composing</i> milik tipe zeolit MFI

Sintesis ZSM-5 menggunakan TPABr sebagai *template* untuk mengarahkan struktur MFI. Berdasarkan hasil citra FTIR, ZSM-5 sebelum dikalsinasi menunjukkan serapan lemah pada panjang gelombang  $2995,442\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan C-H ulur dan tekuk yang merupakan gugus dalam TPABr. Selain itu, terdapat pula serapan khas ZSM-5 (tipe zeolit MFI) pada panjang gelombang  $551,346\text{ cm}^{-1}$ . Hasil citra FTIR pada sampel setelah dikalsinasi, serapan pada daerah C-H ulur dan tekuk menghilang, sedangkan serapan khas ZSM-5 pada panjang gelombang  $473,488\text{ cm}^{-1}$  menjadi semakin kuat. Serapan khas tersebut menunjukkan cincin ganda pentasil yang merupakan *secondary building unit* penyusun kerangka ZSM-5. Hilangnya serapan C-H ulur dan tekuk dikarenakan selama proses kalsinasi, TPABr menghilang atau terdekomposisi dari kerangka zeolit. Sehingga zeolit setelah kalsinasi menunjukkan kemurnian yang lebih tinggi tanpa adanya *template* organik (TPABr) tersebut. Terdapat pula serapan simetri dan asimetri T-O (Si-O-Si atau Si-O-Al) dimana panjang ikatan Si-O rata-rata berkisar  $0.1587\text{ nm}$  dan sudut tekuk Si-O-Si dan O-Si-O berkisar antara  $145,7$  hingga  $177,7^\circ$  dan dari  $107,1$  hingga  $111,5^\circ$  (Natalia dkk, 2010; Rohayati dkk, 2016; Byrappa dan Kumar, 2007).

#### **4.2.3 Pengaruh Prekursor Silika Terhadap Sintesis ZSM-5**

Sumber silika merupakan salah satu bahan utama dalam sintesis ZSM-5. Silika yang digunakan pada variasi ini adalah silika gel yang disintesis dari TEOS, sedangkan sumber silika lainnya adalah menggunakan TEOS cair itu sendiri. Baik TEOS maupun silika gel dapat dimanfaatkan sebagai prekursor silika dalam sintesis zeolit, khususnya ZSM-5. Silika merupakan salah satu bahan yang tersimpan dalam

perut bumi dan dapat keluar ke permukaan akibat aktivitas vulkanik. Sehingga dapat diambil dan dimanfaatkan oleh manusia. Semua ini baik yang ada di langit dan dalam bumi telah Allah persiapkan bagi para manusia sebagai rahmat agar manusia dapat memanfaatkannya, sesuai dengan firman Allah surah QS. Al-Jatsiyah: 13 yang berbunyi;

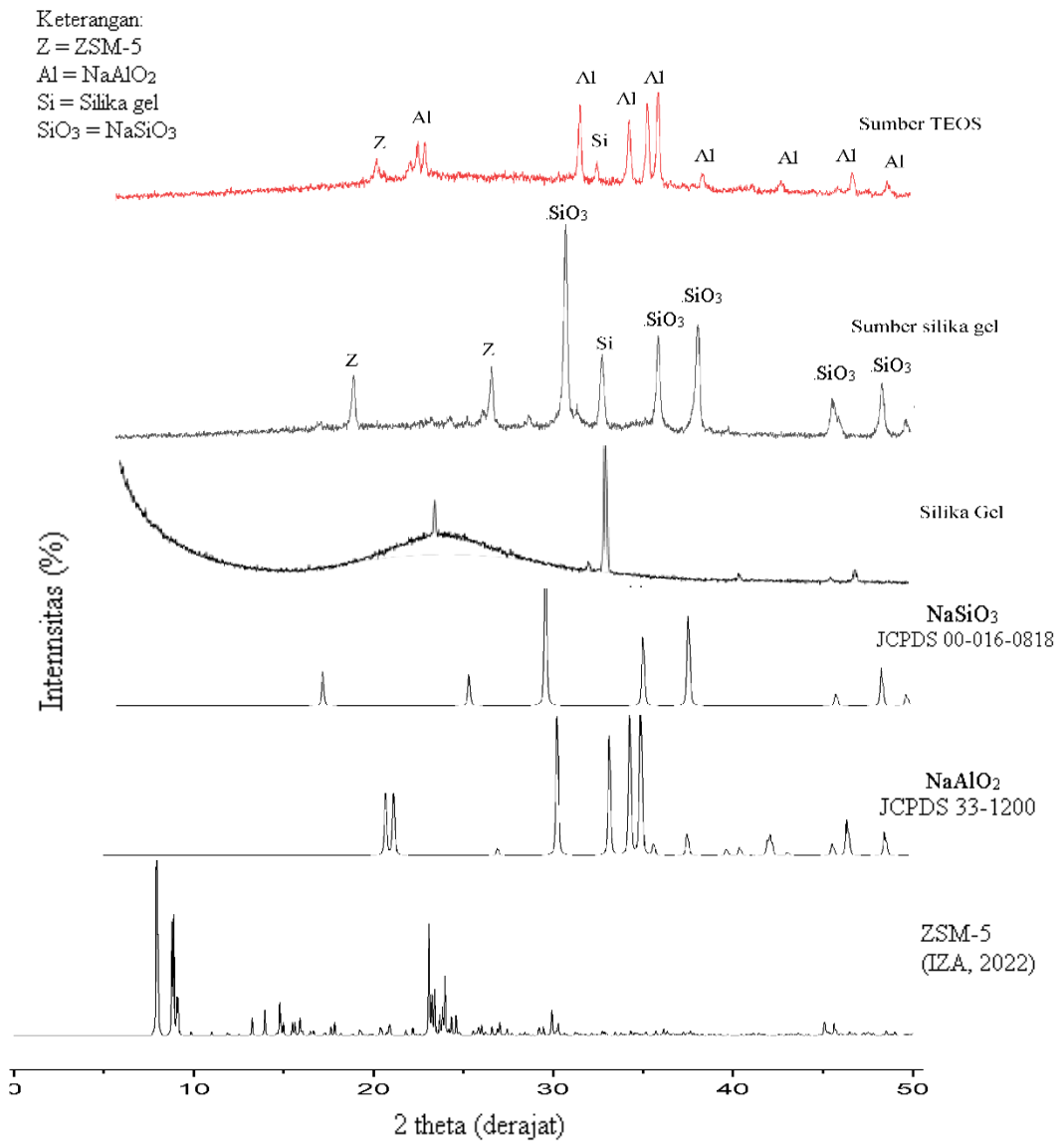
(13) وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَاوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِنْهُ ۗ إِنَّ فِي ذَٰلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

Artinya: **“Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.”** (Al-Jatsiyah [45]: 13)

Jalaluddin al-Mahalli dan muridnya, Jalaluddin as-Suyuthi dalam kitabnya Tafsir Jalalain menafsirkan bahwa semua yang ada di dunia ini, baik pepohonan, binatang dan lautan telah Allah persiapkan dan tundukkan agar dapat dimanfaatkan oleh manusia (Abu Bakar, 2013). Termasuk juga bahan-bahan yang berasal dari perut bumi seperti silika yang biasa bersumber dari pegunungan, telah Allah siapkan agar manusia dapat memanfaatkannya. Semua yang telah dipersiapkan oleh Allah tersebut hanya dapat dimanfaatkan bagi setiap orang yang berpikir. Seperti pada penelitian ini, silika digunakan sebagai salah satu precursor dalam sintesis ZSM-5. Hasil difraktogram XRD sintesis ZSM-5 dengan perbedaan prekursor silika dapat dilihat pada Gambar 4.15.

Berdasarkan hasil XRD, produk ZSM-5 yang disintesis dengan sumber silika gel menunjukkan puncak khas dengan intensitas pada *2-theta* 18 dan 28 dengan hasil produk secara umum berupa sodium silikat. Sedangkan ZSM-5 yang disintesis dengan TEOS cair menunjukkan puncak khas ZSM-5 intensitas rendah pada *2-theta*

antara 22-23 dengan produk umum berupa *sodium aluminate* yang merupakan reaktan dalam Sintesis ZSM-5.



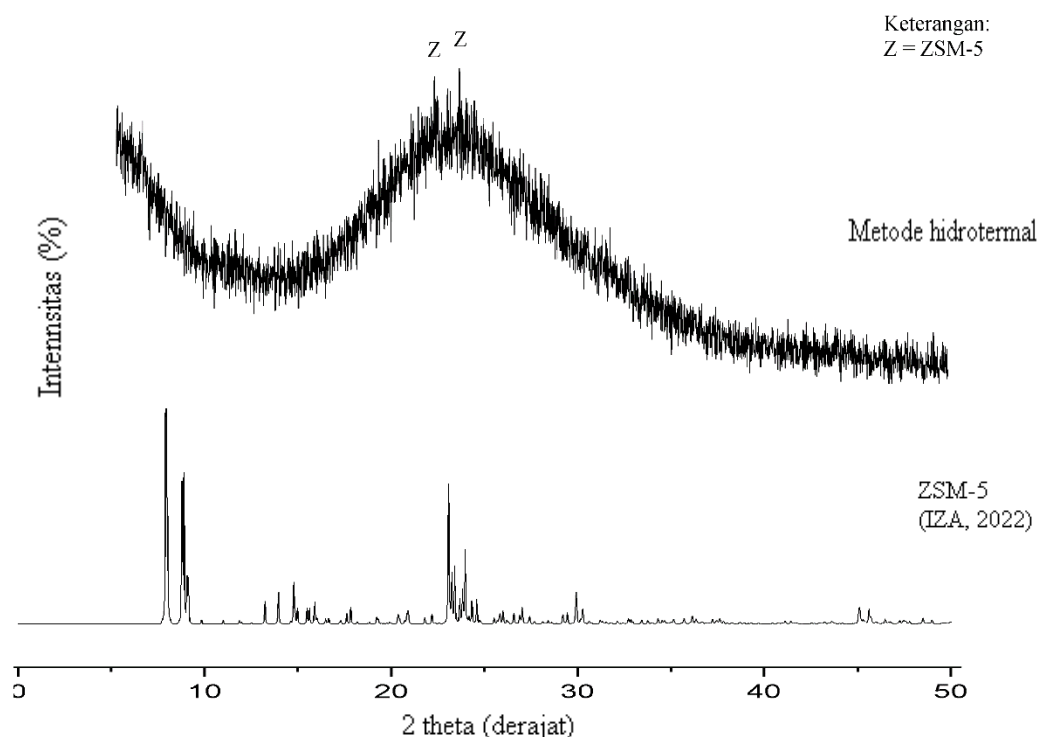
Gambar 4.15 Produk ZSM-5 dengan sumber silika TEOS dan silika gel

### 4.3 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal

Sintesis ZSM-5 dengan menggunakan sumber silica dari tetraethylortosilicat cair dapat dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal dimana dalam

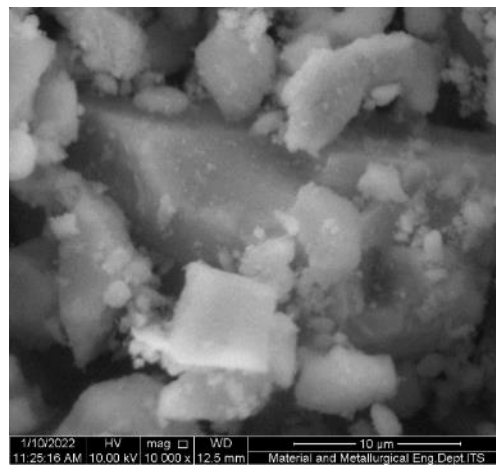
sintesisnya melalui proses pembentukan gel sebelum proses kristalisasi. Padatan hasil reaksi berupa serbuk berwarna putih. Hasil karakterisasi menggunakan XRD dapat dilihat pada Gambar 4.17.

Hasil karakterisasi XRD ZSM-5 yang disintesis melalui metode hidrotermal menunjukkan puncak khas yang muncul berupa puncak khas ZSM-5 walaupun hanya dengan intensitas yang rendah. Akan tetapi tidak muncul puncak lain seperti puncak reaktan ataupun pengotor. Derajat kristalinitas yang diperoleh juga cukup kecil yakni berkisar 15%. Sedangkan ukuran kristal yang dihitung berdasarkan perhitungan *Debye-Scherrer* mendapatkan hasil ukuran Kristal  $90.167\text{\AA}$  atau  $9,0167\text{ nm}$ . Hasil tersebut hampir sama dengan penelitian Agustin (2018) yang menghasilkan ukuran kristal ZSM-5 sebesar  $9,61\text{ nm}$ .



Gambar 4.16 Hasil difraktogram ZSM-5 yang disintesis melalui metode hidrotermal

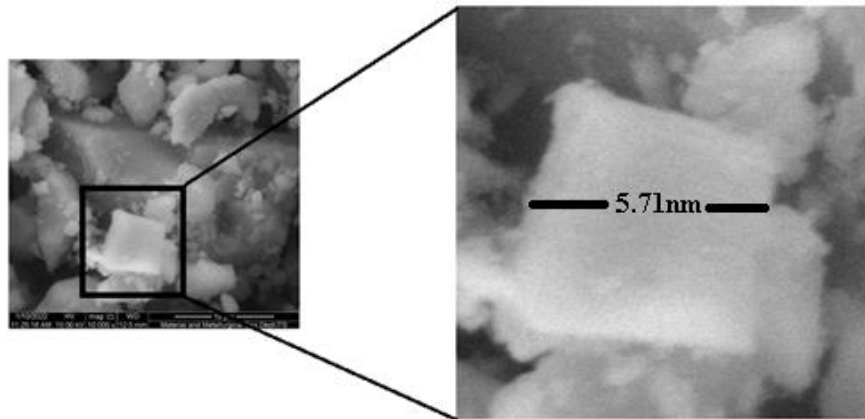
Berdasarkan hasil difraktogram ZSM-5 yang disintesis melalui metode hidrotermal menghasilkan hasil yang murni, dimana hasil difraktogram menunjukkan hanya puncak khas ZSM-5 tanpa adanya puncak lain, sehingga seluruh reaktan telah bereaksi untuk menghasilkan produk berupa ZSM-5. Keberhasilan tersebut mungkin saja diakibatkan karena adanya pelarut yang menyatukan seluruh reaktan menjadi gel dan waktu *aging* yang lebih lama. Sehingga proses pencampuran antar reaktan menjadi sebuah produk baru berjalan lebih maksimal walaupun membutuhkan waktu yang lebih lama. Selain analisa struktur, hasil produk ZSM-5 dengan metode hidrotermal juga dianalisa morfologinya dengan SEM. Hasil citra SEM dapat dilihat pada Gambar 4.18.



Gambar 4.17 Hasil citra SEM produk ZSM-5 dengan metode hidrotermal dengan perbesaran 10.000x

Hasil citra SEM dengan perbesaran 10.000x menunjukkan kristal zeolit telah terbentuk walaupun dengan ukuran yang tidak seragam. Kristal-kristal zeolit tampak memiliki permukaan yang halus dengan bentuk seperti bangun ruang yang tak beraturan. Ukuran partikel produk yang dihasilkan lebih mikro dan bisa diamati

lebih jelas mungkin mungkin dipengaruhi oleh pembentukan gel saat proses aging. Pembentukan gel membuat seluruh reaktan bercampur dan menetap pada bidang yang sama pada waktu tertentu, sehingga menghasilkan ukuran partikel produk yang lebih mikro. Ukuran salah satu partikel ZSM-5 apabila diperbesar didapat 5,71 nm dengan bentuk berupa kubus yang tidak homogen.



Gambar 4.18 Ukuran salah satu partikel ZSM-5

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan uraian diatas, dapat disimpulkan bahwa:

1. Sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan menggunakan prekursor silika gel dengan variasi lama penggerusan 15 dan 60 menit tidak menghasilkan perbedaan yang signifikan dan produk masih mengandung natrium aluminat dan natrium silikat. Penambahan waktu aging dari 15 menit ke 60 menit menghasilkan produk ZSM-5 yang lebih banyak. Suhu kristalisasi terbaik untuk menghasilkan produk ZSM-5 adalah pada suhu 160°C dengan menghasilkan produk ZSM-5 yang lebih banyak dan morfologi kasar dengan bentuk dan ukuran yang tidak beraturan.
2. Sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan menggunakan prekursor TEOS menunjukkan hasil terbaik pada suhu kristalisasi 160°C yang ditandai dengan terbentuknya lebih banyak produk ZSM-5 yang lebih banyak dengan karakteristik morfologi halus dengan bentuk dan ukuran tidak beraturan dan tidak seragam. Sedangkan penggunaan prekursor silika gel lebih disarankan daripada TEOS cair yang ditandai dengan banyaknya produk ZSM-5 yang terbentuk.
3. Metode hidrotermal menghasilkan hasil XRD berfasa amorf dengan morfologi yang lebih tampak dan ukuran yang dapat diukur. Ukuran kristal ZSM-5 berdasarkan hasil XRD adalah 9,61 nm dan ukuran salah satu sisi partikel pada hasil SEM adalah 5,71 nm.



## 5.2 Saran

1. Dilakukan penelitian mendalam mengenai pembuatan atau sintesis silika gel sebagai prekursor silika pada sintesis ZSM-5 untuk membentuk silika gel amorf murni yang dapat mempermudah reaksi. Sehingga tidak lagi terbentuk fasa *mullite* yang membuat proses reaksi lebih panjang. Seperti pengeringan padatan silika gel dengan suhu yang lebih rendah untuk mencegah terbentuknya silika gel keras yang sulit untuk direaksikan.
2. Perlu dilakukan penelitian lebih mendalam dalam pada sintesis ZSM-5 dengan prinsip *green chemistry*. Seperti percobaan penambahan *seed* (benih) ZSM-5 maupun pemilihan prekursor silika dan alumina yang lebih sesuai.
3. Memastikan semua alat dan bahan yang digunakan berjalan dengan baik dan sebagaimana mestinya. Seperti penggunaan hidrotermal yang layak dan tempat kalsinasi yang perlu dibersihkan terlebih dahulu, sehingga tidak terdapat banyak residu pada sampel.

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullahi, T., Harun, Z., Othman, M.H.D. 2017. A review on sustainable synthesis of zeolit from kaolinite resources via hydrothermal process. *Adv. Powder Technol.* Vol. 28, 1827–1840.
- Abu Bakar, Bahrun. 2013. *Terjemahan Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzul Jilid 2*. Bandung: Penerbit Sinar Baru Algensindo.
- Afkhamia, A., Mohammad S.T., Hasan B. 2010. “Simultaneous Removal of Heavy-Metal Ions in Wastewater Samples Using Nano-Alumina Modified With 2,4-Dinitrophenylhydrazine”. *Journal of Hazardous Materials*. 181. 836–844.
- Agustin, Annisa Putri., Sari, Enggar Fachrina. 2018. Perbandingan Pengaruh Sintesis ZSM-5 dengan Template dan Tanpa Template. *Review Journal ITS*.
- Alfaruqi, M. 2008. Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap Kristinitas Material Mesopori Silika SBA-15. *Skripsi*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Alhoussein, O. Y., Elgorashi, E. A. M., & Bayahia, H. 2016. A novel method for synthesis of ethylsilicates and its applications. *Asian Journal of Chemistry*, 28(12), 2741–2744.
- Al-Maraghi, Ahmad Mustafa. 2003 . Tafsir Al-Maraghi. Vol. 1. Juz 1, Hal. 125-127
- Anggoro, Didi Dwi., Riko, Rikardo Putra., Herawati, Oktaviany., Lutfi, Af'idatul Kamilah, dan Fatma Tsaniya Chamdani. 2018. Dealumination and Characterization of ZSM-5 as Catalyst for Glycerol Conversion to Glycerol Monolaurate. *Jurnal Reaktor*. Vol. 18 No.2
- Baile, Paola., Fernández, Elena., Vidal, Lorena., and Canals, Antonio. 2019. Zeolites and zeolit-based materials in extraction and microextraction techniques. *The Royal Society of Chemistry*. Vol. 144, h. 367
- Baradaran, Soroush., Morteza, Sohrabi., Parisa, Moghimpour Bijani., Sayed, Javid Royae. 2015. Effect of pH on the synthesis of ZSM-5 zeolit using TEOS and performance of H-ZSM-5 catalyst in propane aromatization. *The 15th Iranian National Congress of Chemical Engineering (IChEC 2015)*. University of Tehran, Tehran, Iran.
- Blaaderen, Van, A., Van Geest, J., & Vrij, A. 1992. *Monodisperse colloidal silica spheres from tetraalkoxysilanes: Particle formation and growth mechanism*. *Journal of Colloid and Interface Science*. 154(2)
- Bogush, G., & Zukoski, C. 1991. *Studies of the kinetics of the precipitation of uniform silica particles through the hydrolysis and condensation of silicon alkoxides*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 142(1),
- Byrappa, K. and B.V. Suresh Kumar. 2007. Characterization of Zeolites by Infrared Spectroscopy. *Asian Journal of Chemistry*. Vol 19. No. 6

- Byrappa, K, T. Adschiri. 2007. *Hydrothermal Technology for Nanotechnology. Progress in Crystal Growth and Characterization of Material* 53. 117-166.
- Byrappa, K., Yoshimura, M. 2001. “*Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*”. Noyes Publications, New Jersey, USA.
- Cejka, J, H, Van Bekkum. 2005. ‘Zeolit and Ordered Mesoporous Materials: Progress and Prospect’, Czech republic: *The 1<sup>st</sup> FEZA School on Zeolits, Pague Studies in Surface Science and Catalysis* Volume 157.
- Cao, Maojong., Youyong, Su., Bing, Xue., Yuxiang, Yang., dan Xiangnong, Liu. 2018. Effect of Crystallization on the Catalytic Cracking Performance of Zeolit Socony Mobil-5. *American Scientific Publisher*. Vol. 18 1-10
- Chen, Yanguang., Shuli, Cong., Qiqi, Wang., Hongjing, Han., Jia, Lu., Yue, Kang., Wei, Kang., Haiying, Wang., Shuyu, Han., Hua, Song., Jiaojing, Zhang. 2018. Optimization of Crystal Growth of Sub-Micron ZSM-5 Zeolit Prepared by Using Al(OH)<sub>3</sub> Extracted From Fly Ash as an Aluminum Source. *Journal of Hazardous Materials*. 18-26
- Cheng, Y., Wang, L., Li, J., Yang, Y., dan Sun, X. 2005. Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolit in the Absence of Organic Template. *Materials Letters*. Volume 59: 3427-3430
- Cundy, C. S., & Cox, P. A. 2005. The hydrothermal synthesis of zeolits: Precursors, intermediates and reaction mechanism. *Microporous and Mesoporous Materials*, 82(1-2), 1-78
- Da Silva, Alan dos Santos., Da Rocha, Zenis Novais., Mignoni, Marcelo Luis., Dos Santos, João Henrique Z. 2019. Solvent-free synthesis of modified zeolits using hybrid silicas as raw material. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol 290
- Fu, T., Zhang, Y., Wu, D., Zhu, W., Gao, X., Han, C., Luo, Y., Ma, W., & Dionysiou, D. D. 2020. Solvent-free synthesis of MFI-type zeolits and their degradation properties of gas-phase styrene. *Journal of Hazardous Materials*, 397(January)
- Ghanizadeh, S., Xujin B., Bala V. dan Jon Binner. 2013. Synthesis of nano  $\alpha$ alumina powder susing hydrothermal and precipitation routes: a comparative study. *Ceramics International*. 40. 1311–1319.
- Giraldo, Liliana., Tirano, Joaquin., Camargo, Gabriel dan Carlos, Juan., 2010. Synthesis of Fatty Alcohols from Oil Palm Using a Catalyst of Ni-Cu Supported onto Zeolit. *Coden Ecjhao E-Journal Chemistry*. Vol 7 No 4.
- Gomez ´, Jos´e María., Ignacio, Montes., Eduardo, Díez., Araceli, Rodríguez. 2022. Mesoporous low silica X (MLSX) zeolit: Mesoporosity in loewenstein limit?. *Microporous and Mesoporous Materials*.
- Goncalves, M. L., Dimitrov, L. D., Jordao, M. H., Wallau, M., & Urquieta Gonzalez, E. A. 2008. Synthesis of mesoporous ZSM-5 by crystallization of

aged gels in the presence of cetyltrimethylammonium cations. *Catalysis Today*, 133, 69-79.

- Hamka, Abdul Malik Karim. 2007. *Tafsir Al-Azhar*. Vol. 1, Hal. 200
- Harjono., Yogo, Setiawan dan Widhi, Mahatmanti F. 2018. Preparasi dan Karakterisasi Nanozeolit dari Zeolit Alam Gunungkidul dengan Metode *Top-Down*. *Indonesian Journal of Chemical Science*. Vol. 7 No. 1
- Hartanto, D., Yuan, L.S., Sari, S. M., Sugiarto, D., Murwani, I. K., Ersam, T., Prasetyoko, D. and Nur, H. 2016. "Can kaolin function as source of alumina in the synthesis of ZSM-5 without an organic template using a seeding technique?," *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*. vol. 12. pp. 85-90.
- Hartati., Alfa, A. Widiati., Khulailatul, Lutfiah. 2019. Sintesis Zeolit ZSM-5 dari Metakaolin Terdealuminasi Tanpa Cetakan Organik dengan Metode Desilikasi. *Jurnal Akta Kimia Indonesia*. Vol. 4(1), h. 63
- Ibnu Katsir, Abi Fida Ismail bin Umar. 2002. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir. Juz 1*, Bandung: Sinar Baru al-Gensindo.
- Ibnu Katsir, Abi Fida Ismail bin Umar. 2002. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir. Juz 1*, Bandung: Sinar Baru al-Gensindo.
- Ibnu Katsir, Abi Fida Ismail bin Umar. 2010. *Tafsir Ibnu Katsir Juz 4 Terjemah Bahasa Indonesia*. Bandung: Penerbit Sinar Baru Algesindo
- Ilić S., S. Zec, M. Miljković, D. Poletić, M. Pošarac – Marković, Dj. Jančković, B. Matrović. 2014. Sol-Gel Synthesis and Characterization of Iron Doped Mullite. *Journal of Alloys and Compounds*.
- Kokotailo, G. T., Lawton, S. L., Olson, D. H., dan Meier, W. M. (1978). Structure of synthetic zeolit ZSM-5. *Nature*, 272 (5652), 437.
- Kurniawati, Dania. 2010. Sintesis Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Hidrotermal Melalui Proses Pelabuhan dan Aplikasinya Untuk Penurunan Logam Cr (Krom) Dalam Limbah Industry Penyamakan Kulit. *Skripsi S-1*. Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Semarang
- Lehman, S.E.; Larsen, S.C. 2014. Zeolit and mesoporous silica nanomaterials: Greener syntheses, environmental applications and biological toxicity. *Environ. Sci. Nano*. Vol. 1, 200–213.
- Mansouri, Nabiollah., Panahi, Homayon Ahmad., Reikhtegar, Navid., Atabi, Farideh. 2013. Porosity, characterization and structural properties of natural zeolit - Clinoptilolite - As a sorbent. *Environment Protection Engineering*. Vol. 39 No. 1 Hal. 139
- Masruroh., Algefari, Bakti manggara., Titus, Papilaka dan Rachmat, Triandi T. 2018. Penentuan ukuran Kristal (crystallite size) lapisan tipis PZT dengan metode XRD melalui pendekatan persamaan Debye Scherrer. Review Artikel. Pasca Sarjana Universitas Brawijaya.

- Masters, A. F., & Maschmeyer, T. 2011. Zeolites—From curiosity to cornerstone. *Microporous and Mesoporous Materials*, 142(2-3), 423-438.
- Meng, X.J.; Xiao, F.S. 2014. Green Routes for Synthesis of Zeolites. *Chem. Rev.*, 114, 1521–1543.
- Mishra, S., R. Ranjana, K. Balasubramanian. 2012. Development of Nano Alumina Based Ceramic Components for High Heat Flux Insulation Applications Under Dynamic Load”, *Journal of Alloys and Compounds*. 524. 83– 86.
- Mochizuki, Hiroshi., Yokoi, Toshiyuki., Imai, Hiroyuki., Watanabe, Ryota., Namba, Seitaro., Kondo, Junko N., Tatsumi, Takashi. 2011. Facile control of crystallite size of ZSM-5 catalyst for cracking of hexane. *Microporous and Mesoporous Materials*. Vol. 145, Issues 1–3
- Mohd Nazir, L. S., Yeong, Y. F., & Chew, T. L. 2020. Controlled growth of Faujasite zeolit with NaX topology by manipulating solution *aging* and Na<sub>2</sub>O/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ratios. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 600, 124803.
- Mujiyanti, D. R., Nisa, H., Rosyidah, K., Ariyani, D., & Abdullah. 2020. Pengaruh Waktu Reaksi Terhadap Viskositas Dan Densitas Tetraetil Ortosilikat Dari Silika Abu Sekam Padi. *Indonesian Journal of Chemical Research*, 8(1), 72–78.
- Mukaromah, A.H. 2016. The surface to volume ratio of reactor governing the low temperatur crystallization of ZSM-5. *Journal of Mathematical and Fundamental Sciences. Institut Teknologi* 60, E-ISSN: 2338-5510.
- Mukaromah, Ana Hidayati., Azizah, Inas Hasna., Ariyadi, Tulus dan Mifbakhuddin. 2018. Karakterisasi Membran Zeolit ZSM-5 Berdasarkan Variasi Jenis Dan Ukuran Kasa Dengan Pre-Treatment Direndam Dalam NaOH, HCl, Dan elektro-oksidasi Dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Prosiding Seminar Nasional Unimus* (Volume 1, 2018). ISSN: 2654-3257
- Mukti, Priyadi Iskandar Suwardi., Rino R. 2015. Adsorpsi Logam Berat Cu, Pb dan Cd Pada Zeolit Sintetik ZSM-5 yang Disintesis dengan Suhu Rendah. *Scientific Repository IPB University*
- Nada, Majid H., Sarah C. Larsen dan Edward G. Gillan. 2019. Solvent-Free Synthesis of Crystalline ZSM-5 Zeolit: Investigation of Mechanochemical PreReaction Impact on Growth of Thermally Stable Zeolit Structures. *Solid State Sciences*. Vol. 94(2019), h. 16
- Nada, Majid H., Sarah C. Larsen dan Edward G. Gillan. 2019. Mechanochemically-assisted solvent-free and template-free synthesis of zeolites ZSM-5 and mordenite. *The Royal Society of Chemistry*.
- Nandanwar, Ruchi., Singh, Purnima dan Fozia Z. Haque. 2015. Synthesis and Characterization of SiO<sub>2</sub> Nanoparticles by Sol-Gel Process and Its Degradation of Methylene Blue. *American Chemical Science Journal*. Vol. 5 No. 1

- Narayanan, S., Vijaya, J. J., Sivasanker, S., Yang, S., & Kennedy, L. J. 2014. Hierarchical ZSM-5 catalyst synthesized by a Triton X-100 assisted hydrothermal method. *Chinese Journal of Catalysis*, 35(11), 1892-1899.
- Natalia, Zvereva-Loëte., Anthony, Ballandras., Guy, Weber., Maud, Rotger., Vincent, Boudon. 2010. Experimental IR study and ab initio modelling of ethylene adsorption in a MFI - type host zeolit. *Journal Molecular Physic*. Vol. 2 No.7
- Noertjahyani dan Sondari, Nunung. 2009. Efek Takaran Zeolit Terhadap Pertumbuhan Kadar Kadmium Pupus Dan Hasil Tanaman Selada (*Lactuca Sativa L.*) Pada Cekaman Logam Berat Kadmium. *Jurnal Zeolit Indonesia*. Vol. 2 No.8
- Noor, Muhammad dan Saleh, Muhammad. 2021. *Inovasi Teknologi Lahan Rawa Mendukung Kedaulatan Rawa*. Depok: PT. RAJAGRAFINDO PERSADA
- Nurdin, Ali. 2018. Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Zeolit ZSM-5 Untuk Konversi Bioetanol Menjadi Bioetilena. *Majalah Ilmiah Pengkajian Industri BPPT*. Vol. 12(2), h. 12
- Nurropiah, P., Mukaromah, A.H., Sitomurti D.H. 2015. Penurunan kadar krom (VI) dalam ir menggunakan zeolit ZSM-5 dengan variasi konsentrasi dan lama waktu perendaman. *Seminar Nasional Bidang MIPA dan Kesehatan The 2<sup>nd</sup> University Research Colloquium 2015*. ISSN 2407-9189, 445- 450
- Nurlaela, A., Sriatun, S., & Pardoyo, P. 2011. Pengaruh Penambahan Surfaktan pada Sintesis Zeolit Y Menggunakan Tetraethyl Orthosilicate (TEOS) sebagai Sumber Silika. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 14(2), 32–36.
- Prabawati, Susy Yunita., Afifah, Mufidati., Titis, Ratna Djuwiti., Siti Nur Ngaini. 2020. Grinding Technique on Synthesis of Calixarene and Its Derivatives. *EKSAKTA (Journal of Science and Data Analysis)*. Vol. 1, Issue 2
- Quthb, Sayyid. 2003. *Fii Zilal Al-Qur'an*. Jilid 1, Hal. 74
- Ramsay, J.D.F., Kallus, S. 2000. Zeolit Membranes. *Membranes Science and Technology*. Vol. 6. Hal 375
- Rasyida, K., Kuswandi , B., & Kristiningrum, N. 2014. Deteksi Kemurnian Air Zamzam menggunakan Metode Spektrofotometri Fourier Transform Infrared (FTIR) dan Kemometrik. *e-Jurnal pustaka kesehatan*, vol 2, No.2 hal. 321
- Rohayati., Krisnandi, Y. K. dan R. Sihombing. 2016. Synthesis of ZSM-5 Zeolit Using Bayat Natural Zeolit as Silica and Alumina Source. *International Symposium on Current Progress in Mathematics and Sciences 2016 (ISCPMS 2016)* AIP Conf. Proc. 1862, 030094-1–030094-4
- Saadat, Atefeh., Zare, Abdolkarim., Jamadi, Fatemeh., Abdolalipour-Saretoli, Maasoomeh. 2018. Highly Efficient Synthesis of 1-Thioamidoalkyl-2-naphthols and 14-Aryl-14H-dibenzo[a,j]xanthenes using a Novel Ionic Liquid: Catalyst Preparation, Characterization and Performing the Reactions.

*Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. Vol. 13 (2), h. 204-205

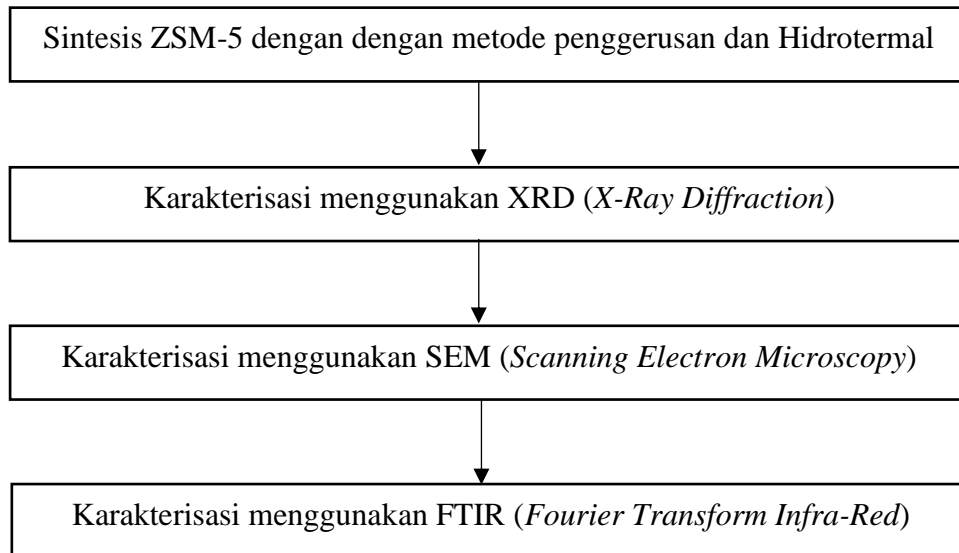
- Sachse, Alexander dan Javier Garcia-Martinez. 2017. Surfactant-Templating of Zeolits: From Design to Application. *Chemistry of Material*.
- Santoso, Jose Senaresta dan Al-Hafiz, Muhammad Rizal. 2019. Sintesis dan karakterisasi ZSM-5 dan MCM-22 sebagai adsorben pada Adsorpsi Limbah Pewarna Rhodamin-B. *Review Artikel*
- Saryanto, Hendi., 2013. Teori Dasar X-Ray Diffraction. Fathul Ilmi. <http://fathulilmi.blogspot.com/2013/09/teori-dasar-x-ray-diffraction-xrd.html>
- Setianingsih, T. (2017). *Mikroskop Elektron Transmisi: Teori dan Aplikasinya untuk Karakterisasi Material*. Universitas Brawijaya Press.
- Shihab, M. Quraish,. 2002. *Tafsir Al-Misbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati
- Sibilia, P. 1996. Guide to material Characterization and Chemical analysis. *second, John Willey-VHC*, New York.
- Smail, Heman A., Rehan, Mohammad., Shareef, Kafia M., Ramli, Zainab., Abdul-Sattar Nizami dan Jabbar Gardy. 2019. Synthesis of Uniform Mesoporous Zeolit ZSM-5 Catalyst for Friedel-Crafts Acylation. *Chem Engineering*. Vol 3 No. 35
- Stöber, W., Fink, A., & Bohn, E. 1968. *Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 26(1), 62–69. doi:10.1016/0021-9797(68)90272-5
- Thommes, M., Kaneko, K., Neimark, A.V., Olivier, J.P., Rodriguez-Reinoso, F., Rouquerol, J., Sing, K.S.W. 2015. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). *Journal of Pure Applied Chemistry*. Vol. 87,1051- 1069.
- Utomo, Hadi Priyo. 2011. Pengaruh Lama Penggerusan terhadap Konstanta Dielektrik, Kekerasan, dan Mikrostruktur Keramik Oksida SiO<sub>2</sub>-MgO. Fisika FMIPA Universitas Negeri Malang
- Wang, Q., Xu, S., Chen, J., Wei, Y., Li, J., Fan, D., et al. (2014). Synthesis of mesoporous ZSM-5 catalysts using different mesogenous templates and their application in methanol conversion for enhanced catalyst lifespan. *RSC Advances*, 4(41), 21479-21491.
- Widayat, W., Annisa A. N., 2016. Synthesis and Characterization of ZSM-5 Catalyst at Different Temperatures. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.
- Wu, Q., Meng, X., Gao, X., & Xiao, F.-S. (2018). Solvent-Free Synthesis of Zeolit : Mekanism and Utility. *ACCOUNTS of Chemical Research : American Chemical Society*.

- Xu, Dongdong., Ji, Fen., dan Shunai, Che. 2014. An insight into the role of the surfactant CTAB in the formation of microporous molecular sieves. *Royal Society of Chemistry*. 43, 3612
- Xue, S., Zhu, F., Kong, X., Wu, C., Huang, L., Huang, N., et al. 2016. A Review of the Characterization and Revegetation of Bauxite Residues (Red mud). *Environmental Science and Pollution Research*, 23(2), 1120-1132
- Yu, D. K., Fu, M. L., Yuan, Y. H., Song, Y. B., Chen, J. Y., & Fang, Y. W. 2016. One-step synthesis of hierarchical-structured ZSM-5 zeolit. *Journal of Fuel Chemistry and Technology*, 44(11), 1363-1369
- Zahrina, Ida., Yelmida., Akbar, Fajril. 2012. Sintesis ZSM-5 dari Fly Ash Sawit sebagai sumber silica dengan variasi nisbah molar Si/Al dan Temperatur Sintesis. *Jurnal Rekayasa dan Lingkungan*. Vol 9 No. 2
- Zaki, T., Nermen H.M., Maher I.N., H. A. El Salam. 2012. Characterization And Application Of Nano-Alumina Sorbents For Desulfurization And Dearomatization Of Suez Crude Petrolatum. *Fuel Processing Technology*. 106. 625–630
- Zhang, X., Tang, D., Zhang, M., & Yang, R. 2013. Synthesis of NaX zeolit: Influence of crystallization time, temperature and batch molar ratio SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the particulate properties of zeolit crystals. *Powder Technology*, 235, 322–328
- Zhang, Yicheng., Kake, Zhu., Xuezhi, Duan., Ping, Li., Xingui, Zhou dan Weikang, Yuan. 2014. Synthesis of hierarchical ZSM-5 zeolit using CTAB interacting with carboxyl-ended organosilane as a mesotemplate. *Royal Society of Chemistry*. 4, 14471
- Zhang, Changsheng., Kai, Fan., Ge, Ma., Chi, Lei., Wei, Xu., Jie, Jiang., Bing, Sun., Hongxing, Zhang., Yunfeng, Zhu and Song Wen. 2021. Efficient Synthesis of Mesoporous Nano ZSM-5 Zeolit Crystals without a Mesoscale Template. *Crystal*. Vol. 11.
- Zhu, Y., Hua, Z., Song, Y., Wu, W., Zhou, X., Zhou, J., et al. (2013). Highly chemoselective esterification for the synthesis of monobutyl itaconate catalyzed by hierarchical porous zeolites. *Journal of catalysis*, 299, 20-29.
- Zhdanov, S., & Samulevich, N. 1980. International Conference Zeolit. London: L.V.C. Rees.



## LAMPIRAN

### Lampiran 1: Tahapan Penelitian



## Lampiran 2: Diagram Alir Percobaan

### L.2.1 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel

#### 1 Preparasi TEOS

Sebanyak 0,3 mL asam klorida 37%

- Dicampur dengan 9 mL TEOS
- Diaduk selama 1 jam 30 menit
- Ditambahkan sebanyak 0,3 mL amonium hidroksida
- Diaduk sampai terjadi gelifikasi sempurna pada suhu kamar
- Dikeringkan bahan tersebut
- Digiling hingga menjadi bubuk

Silika gel

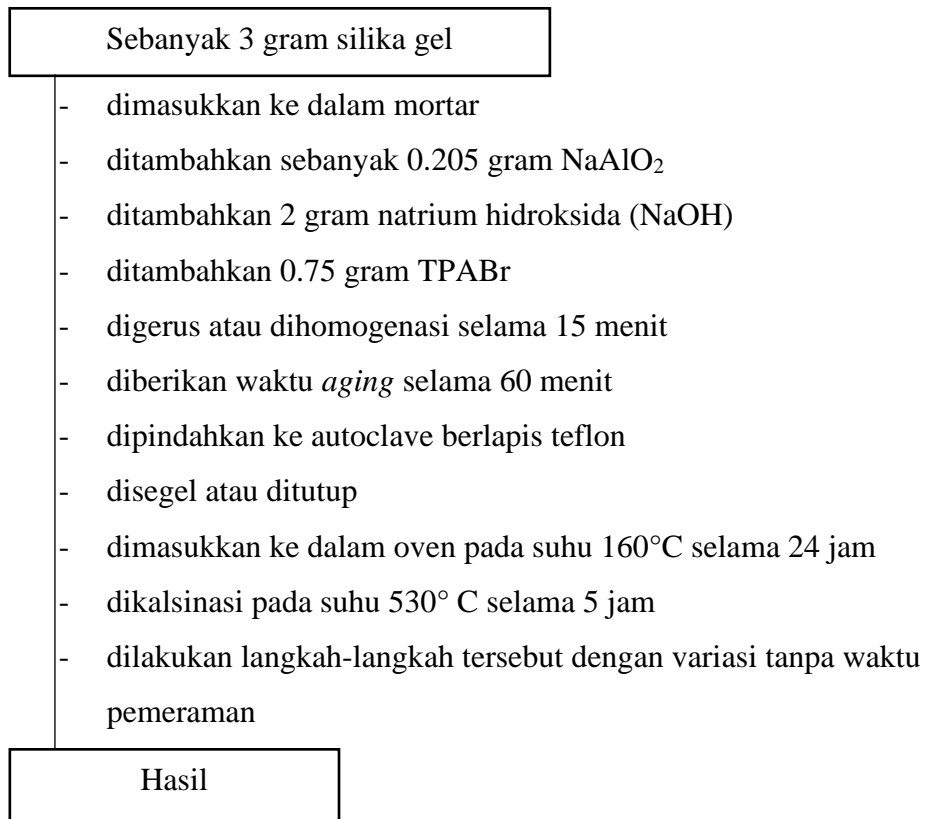
#### 2 Sintesis ZSM-5 dengan variasi suhu kristalisasi

Sebanyak 3 gram silika gel

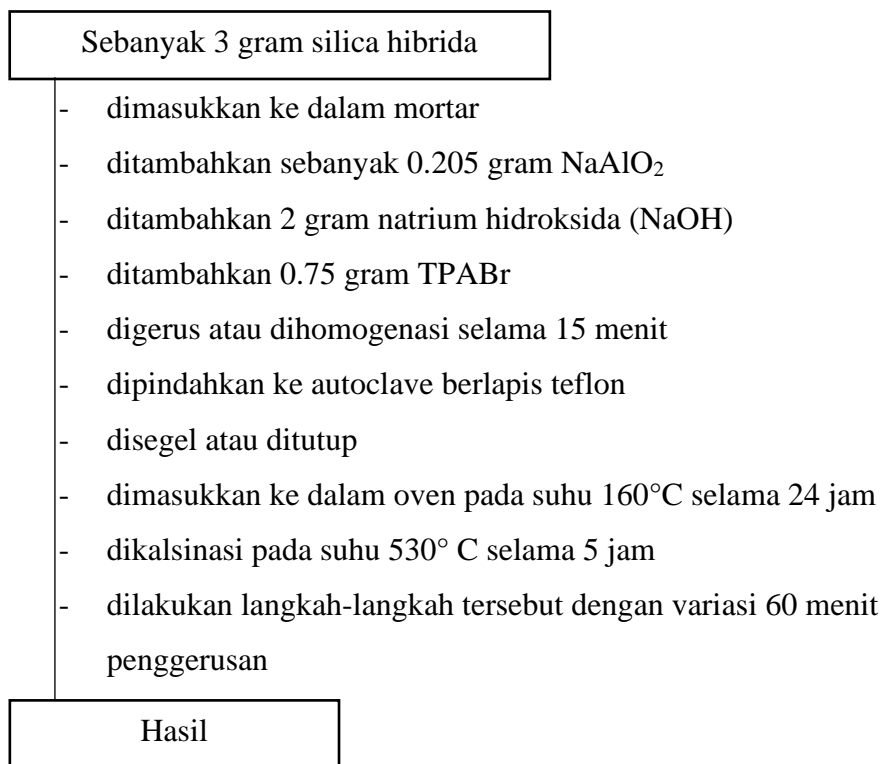
- dimasukkan ke dalam mortar
- ditambahkan sebanyak 0.205 gram  $\text{NaAlO}_2$
- ditambahkan 2 gram natrium hidroksida ( $\text{NaOH}$ )
- ditambahkan 0.75 gram TPABr
- digerus atau dihomogenasi selama 15 menit
- diberikan waktu pemeraman selama 60 menit
- dipindahkan ke autoclave berlapis teflon
- disegel atau ditutup
- dimasukkan ke dalam oven pada suhu  $120^\circ\text{C}$  selama 24 jam
- dikalsinasi pada suhu  $530^\circ\text{C}$  selama 5 jam
- dilakukan langkah-langkah tersebut dengan variasi suhu kristalisasi  $140$  dan  $160^\circ\text{C}$

Hasil

### 3 Sintesis ZSM-5 dengan variasi waktu pemeraman



### 4 Sintesis ZSM-5 dengan variasi lama penggerusan



## L.2.2 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS

### 1. Sintesis ZSM-5 dengan variasi suhu kristalisasi

Sebanyak 9 mL TEOS
<ul style="list-style-type: none"> <li>- dimasukkan ke beaker glass 100 mL</li> <li>- ditambahkan sebanyak 0.205 gram <math>\text{NaAlO}_2</math></li> <li>- ditambahkan 2 gram natrium hidroksida (<math>\text{NaOH}</math>)</li> <li>- ditambahkan 0.75 gram TPABr</li> <li>- diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam</li> <li>- diupkan pada suhu <math>100^\circ\text{C}</math> selama 60 menit</li> <li>- digerus dengan mortar agate selama 15 menit hingga terbentuk serbuk</li> <li>- dimasukkan dalam autoclave berlapis teflon</li> <li>- dimasukkan ke dalam oven pada suhu <math>160^\circ\text{C}</math> selama 24 jam</li> <li>- dikalsinasi pada suhu <math>530^\circ\text{C}</math> selama 5 jam</li> <li>- dilakukan langkah-langkah tersebut dengan variasi suhu kristalisasi 140; 160 dan <math>180^\circ\text{C}</math></li> </ul>
Hasil

### 2. Sintesis ZSM-5 dengan variasi pemberian kalsinasi

Sebanyak 9 mL TEOS
<ul style="list-style-type: none"> <li>- dimasukkan ke beaker glass 100 mL</li> <li>- ditambahkan sebanyak 0.205 gram <math>\text{NaAlO}_2</math></li> <li>- ditambahkan 2 gram natrium hidroksida dan 0.75 gram TPABr</li> <li>- diaduk dengan magnetic stirrer selama 2 jam</li> <li>- diupkan pada suhu <math>100^\circ\text{C}</math> selama 60 menit</li> <li>- digerus dengan mortar agate selama 15 menit hingga terbentuk serbuk</li> <li>- dimasukkan dalam autoclave berlapis teflon</li> <li>- dimasukkan ke dalam oven pada suhu <math>160^\circ\text{C}</math> selama 24 jam</li> <li>- dikalsinasi pada suhu <math>530^\circ\text{C}</math> selama 5 jam</li> <li>- dilakukan langkah-langkah tersebut dengan variasi tanpa kalsinasi</li> </ul>
Hasil

### L.2.3 Sintesis ZSM-5 dengan Metode Hidrotermal

Sebanyak 7.05 mL TEOS

- dimasukkan ke beaker glass 100 mL
- ditambahkan sebanyak 0.32 gram NaAlO<sub>2</sub>
- ditambahkan 17.515 mL aquades
- ditambahkan 1.26 gram TPABr
- diaduk dengan magnetic stirrer selama 60 menit
- diberikan waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu 60°C

Terbentuk Gel

- dikristalisasi pada suhu 150°C selama 48 jam hingga terbentuk padatan
- dikalsinasi pada suhu 530°C selama 5 jam

Hasil

### L.2.4 Kristalisasi

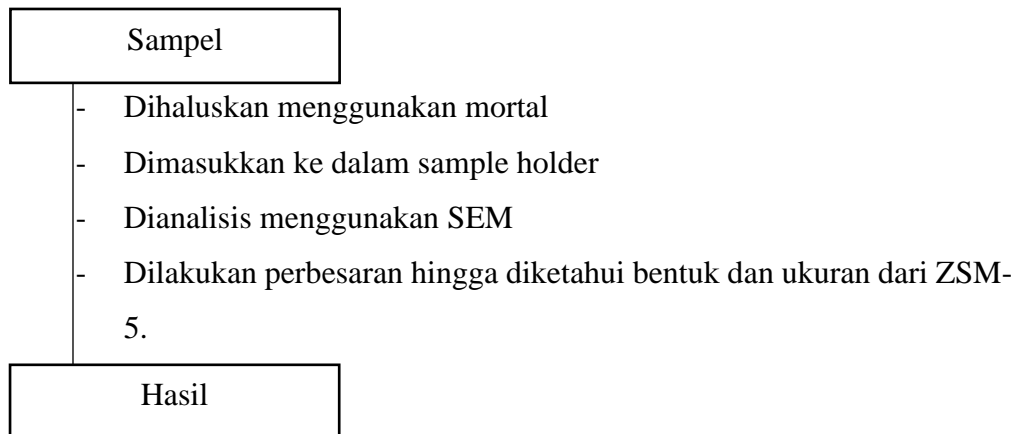
#### 1. Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Sampel

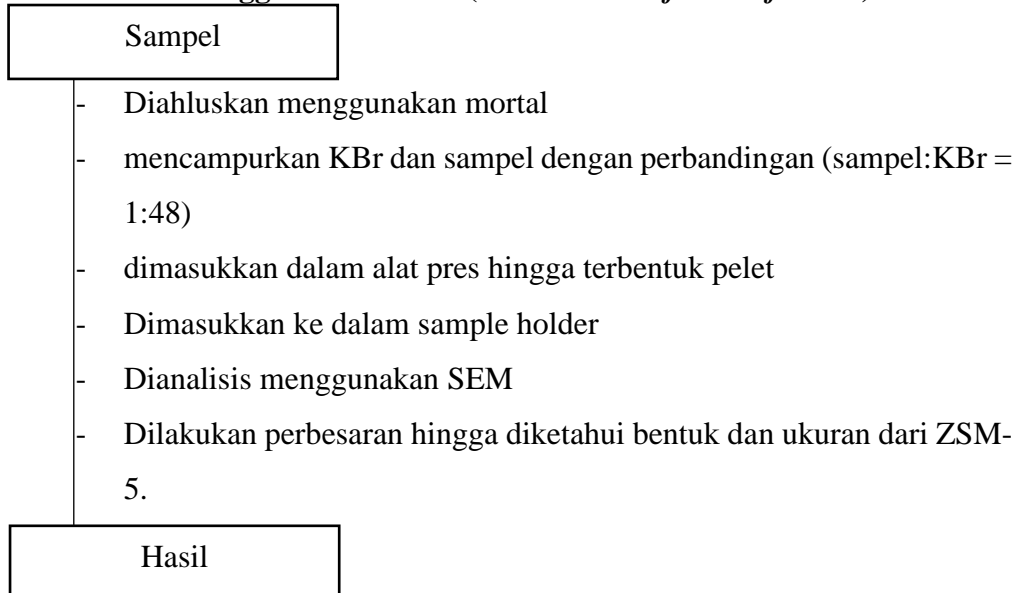
- dihaluskan hingga menjadi serbuk halus
- dipress dengan alat press
- ditempatkan pada *sampel holder*
- disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K $\alpha$  pada  $\lambda$  sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut  $2\theta$  sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

Hasil

## 2 Karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)



## 3. Karakterisasi menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra-red*)



### Lampiran 3: Perhitungan Kimia

#### 1. mol silika gel

Diketahui:

- Massa silika gel = 3 gram
- Mr silika gel = 60 gram/mol

Ditanya: mol silika gel

Jawab: mol = massa / Mr

$$\text{Mol} = 3 \text{ gram} / 60 \text{ gram/mol}$$

$$\text{Mol} = 0.05 \text{ mol}$$

#### 2. Massa aluminium yang dibutuhkan

Rasio Si/Al yang diperlukan adalah 20, maka;

$$\text{Mol Si/Mol Al} = 20$$

$$0.05 \text{ mol/Mol Al} = 20$$

$$\text{Mol Al} = 0.05 \text{ mol} : 20$$

$$\text{Mol Al} = 0.0025 \text{ mol}$$

#### 3. Massa $\text{NaAlO}_2$ yang dibutuhkan

$$\text{Mol} = \text{massa} / \text{Mr}$$

$$0.0025 \text{ mol} = \text{massa} / 82 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa NaAlO}_2 = 0.0025 \text{ mol} \times 82 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa NaAlO}_2 = 0.205 \text{ gram}$$

#### 4. Massa NaOH yang dibutuhkan

$$\text{Mol NaOH} : \text{mol Silika gel} = 1:1$$

$$\text{Mol NaOH} = 0.05 \text{ mol}$$

$$0.05 \text{ mol} = \text{massa (gr)} / \text{Mr NaOH}$$

$$\text{Massa NaOH} = 0.05 \text{ mol} \times 40 \text{ gr/mol}$$

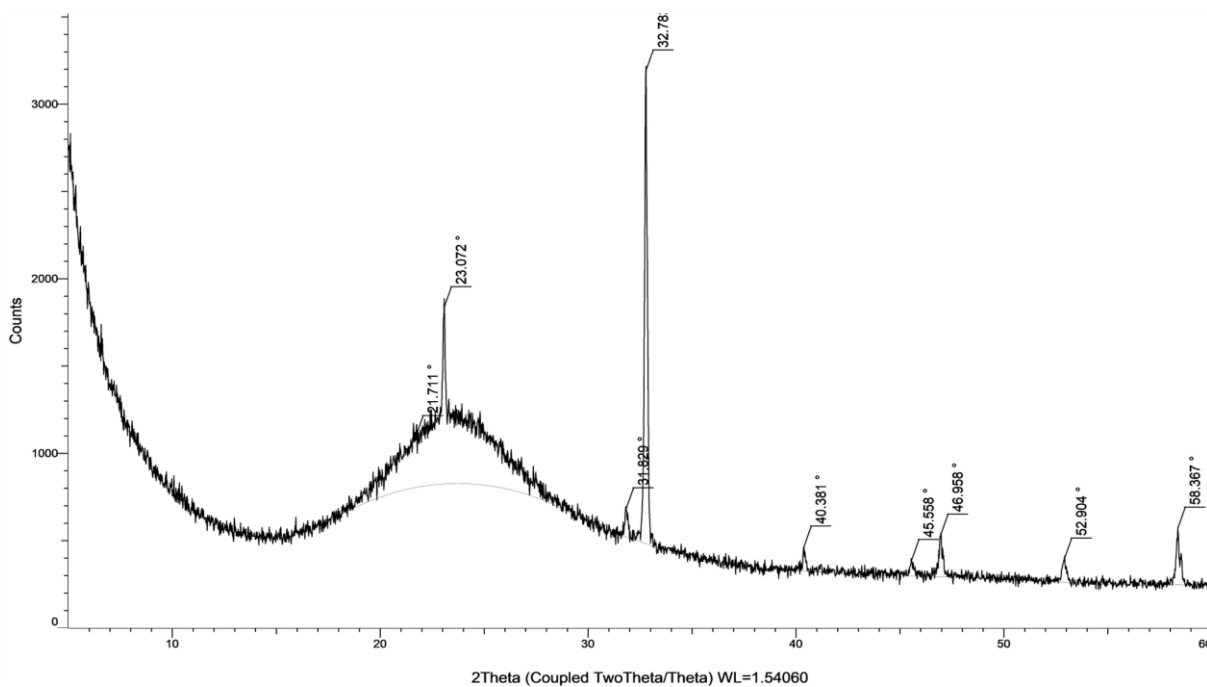
$$\text{Massa NaOH} = 2 \text{ gram}$$

## Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD

### 1. Silika Gel

15290921-1 SILICA GEL.raw, 10/11/2021 9:49:36 AM

(Coupled TwoTheta/Theta)



Visible	Icon	Color	Index	Name	Parent	Caption (display)	Scan	Angle
Yes	█	█	1	Peak #1	Peak List #1	21.711 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	21.711 °
Yes	█	█	2	Peak #2	Peak List #1	23.072 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	23.072 °
Yes	█	█	3	Peak #3	Peak List #1	31.829 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	31.829 °
Yes	█	█	4	Peak #4	Peak List #1	32.783 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	32.783 °
Yes	█	█	5	Peak #5	Peak List #1	40.381 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	40.381 °
Yes	█	█	6	Peak #6	Peak List #1	45.558 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	45.558 °
Yes	█	█	7	Peak #7	Peak List #1	46.958 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	46.958 °
Yes	█	█	8	Peak #8	Peak List #1	52.904 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	52.904 °
Yes	█	█	9	Peak #9	Peak List #1	58.367 °	15290921-1 SILICA GEL.raw #1	58.367 °
d Value		Net Intensity	Gross Intensity	Rel. Intensity	h,k,l	Match		
4.09011 Å		292	1096	10.8%	n.a.	No		
3.85188 Å		1010	1835	37.3%	n.a.	No		
2.80926 Å		160	682	5.9%	n.a.	No		
2.72962 Å		2708	3190	100.0%	n.a.	No		
2.23182 Å		138	463	5.1%	n.a.	No		
1.98951 Å		88.1	386	3.3%	n.a.	No		
1.93342 Å		238	531	8.8%	n.a.	No		
1.72926 Å		133	394	4.9%	n.a.	No		
1.57975 Å		322	570	11.9%	n.a.	No		



## 2. Hasil Karakterisasi Sintesis ZSM-5

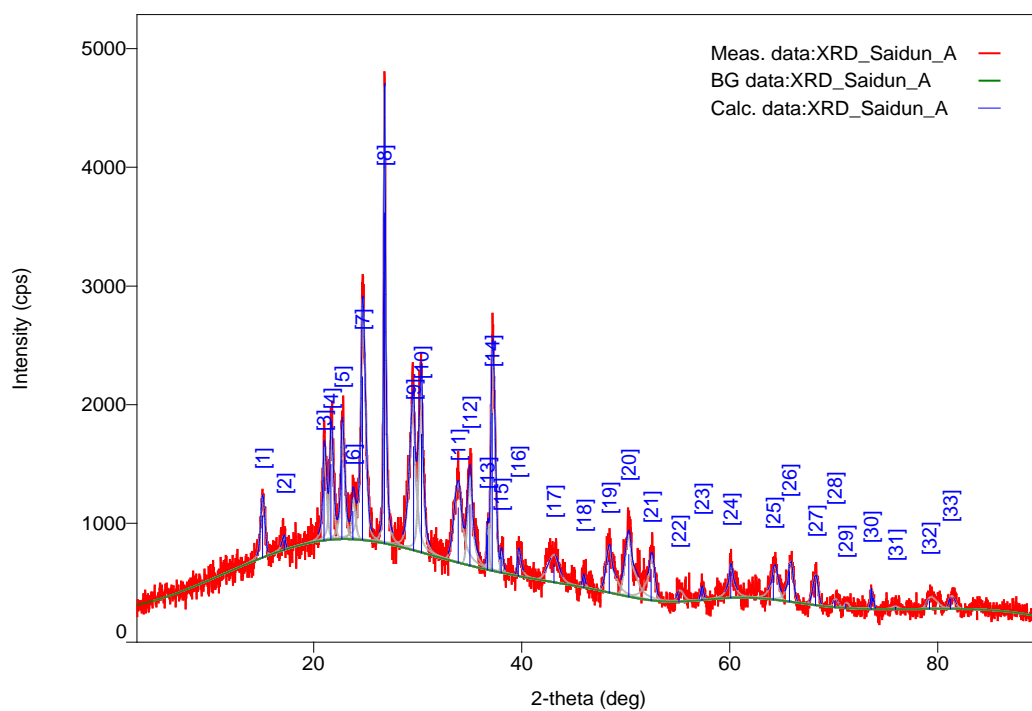
### Sampel A: Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan Tanpa Aging

# Peak List

## General information

Analysis date	2021/11/16 11:49:02	Measurement date	2021/11/16 10:14:39
Sample name		Operator	administrator
File name	XRD_Saidun_A.ras		
Comment			

## Measurement profile



## Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	15.08(3)	5.869(13)	354(54)	0.47(3)	196(13)	0.55(12)	0.8(3)
2	17.17(4)	5.160(11)	82(26)	0.38(12)	41(12)	0.5(3)	2(3)
3	20.999(9)	4.2272(18)	533(67)	0.40(3)	278(17)	0.52(10)	0.52(8)
4	21.664(9)	4.0989(17)	636(73)	0.39(2)	325(16)	0.51(8)	0.52(8)

5	22.730(8)	3.9090(13)	669(75)	0.43(2)	375(14)	0.56(8)	0.52(8)
6	23.77(2)	3.741(3)	236(44)	0.41(7)	128(16)	0.54(17)	0.52(8)
7	24.692(5)	3.6027(7)	1377(107)	0.502(14)	909(22)	0.66(7)	0.52(8)
8	26.826(6)	3.3207(8)	2787(152)	0.192(10)	814(15)	0.29(2)	1.5(3)
9	29.607(16)	3.0148(16)	875(85)	0.61(3)	782(45)	0.89(14)	2.7(4)
10	30.383(11)	2.9396(10)	999(91)	0.39(4)	570(42)	0.57(9)	2.7(4)
11	33.90(3)	2.6425(19)	462(62)	0.89(5)	552(25)	1.2(2)	1.21(15)
12	35.046(18)	2.5583(13)	515(65)	0.53(3)	365(21)	0.71(13)	1.21(15)
13	36.701(12)	2.4467(8)	289(49)	0.23(5)	71(14)	0.25(9)	0.52(10)
14	37.166(5)	2.4172(3)	1327(105)	0.461(13)	664(24)	0.50(6)	0.52(10)
15	38.03(2)	2.3640(12)	135(34)	0.25(6)	37(8)	0.28(13)	0.52(10)
16	39.69(2)	2.2693(12)	165(37)	0.37(8)	82(12)	0.50(19)	0.5(6)
17	43.13(12)	2.096(5)	157(36)	1.24(11)	227(21)	1.4(5)	1.4(6)
18	45.99(7)	1.972(3)	82(26)	0.23(11)	25(10)	0.3(2)	2(3)
19	48.44(3)	1.8775(10)	275(48)	0.70(6)	292(18)	1.1(3)	1.33(17)
20	50.31(3)	1.8122(10)	358(55)	0.78(4)	423(22)	1.2(2)	1.33(17)
21	52.46(2)	1.7429(7)	264(47)	0.63(6)	255(15)	1.0(2)	0.9(4)
22	55.14(5)	1.6643(15)	66(23)	0.73(15)	51(14)	0.8(5)	0.5(6)
23	57.34(4)	1.6056(9)	90(27)	0.26(11)	25(9)	0.27(18)	1(3)
24	60.11(6)	1.5380(14)	220(43)	0.39(15)	171(14)	0.8(2)	1.1(9)
25	64.22(3)	1.4492(5)	206(41)	0.63(7)	184(14)	0.9(2)	0.50(19)
26	65.76(2)	1.4188(4)	256(46)	0.49(5)	177(10)	0.69(16)	0.50(19)
27	68.25(7)	1.3731(12)	183(39)	0.56(5)	109(11)	0.60(19)	1.4(7)
28	70.10(19)	1.341(3)	52(21)	0.53(16)	30(9)	0.6(4)	0.7(10)
29	71.18(15)	1.324(2)	37(18)	0.4(2)	16(5)	0.4(3)	0.7(10)
30	73.625(15)	1.2855(2)	167(37)	0.14(4)	33(6)	0.20(8)	0.5(6)
31	76.0(7)	1.252(10)	16(12)	0.8(5)	13(11)	0.8(13)	2(8)
32	79.23(5)	1.2081(6)	68(24)	1.13(16)	83(11)	1.2(6)	0.5(3)
33	81.24(4)	1.1832(4)	81(26)	0.61(11)	53(7)	0.6(3)	0.5(3)

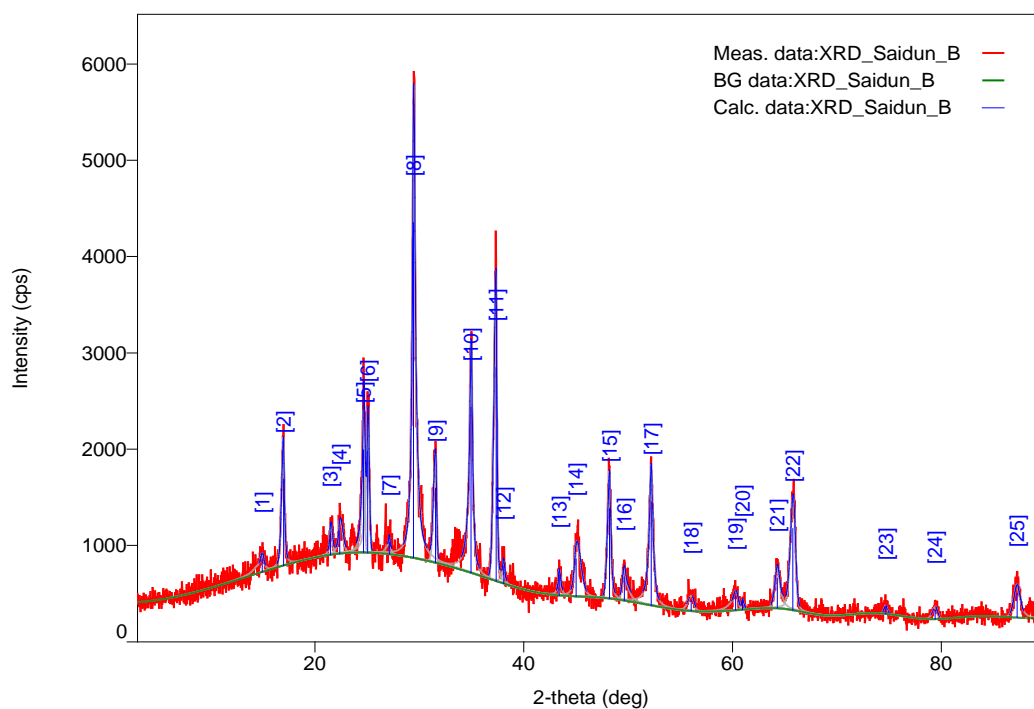
## Sampel B: Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan 15 Menit dan Aging 60 Menit

### Peak List

#### General information

Analysis date	2021/11/16 11:50:01	Measurement date	2021/11/16 10:25:01
Sample name		Operator	administrator
File name	XRD_Saidun_B.ras		
Comment			

#### Measurement profile



#### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	14.97(10)	5.92(4)	135(33)	0.51(15)	131(19)	1.0(4)	1.7(18)
2	17.001(9)	5.211(3)	900(87)	0.286(15)	355(16)	0.39(6)	3.6(5)
3	21.511(18)	4.128(3)	220(43)	0.28(5)	78(12)	0.35(12)	0.5(4)

4	22.40(2)	3.965(4)	242(45)	0.47(6)	143(15)	0.59(17)	0.5(4)
5	24.656(9)	3.6079(14)	1071(94)	0.214(16)	352(26)	0.33(5)	0.83(12)
6	25.068(9)	3.5494(12)	1062(94)	0.27(2)	444(31)	0.42(7)	0.83(12)
7	27.13(4)	3.284(4)	127(33)	0.22(10)	59(15)	0.5(2)	2(5)
8	29.454(11)	3.0302(11)	3485(170)	0.305(14)	1834(23)	0.53(3)	0.81(15)
9	31.56(2)	2.8327(19)	776(80)	0.336(17)	277(19)	0.36(6)	2.6(8)
10	34.981(15)	2.5630(11)	1725(120)	0.30(3)	897(17)	0.52(5)	1.9(6)
11	37.362(10)	2.4049(6)	2220(136)	0.324(10)	825(19)	0.37(3)	4.6(12)
12	38.09(2)	2.3609(13)	185(39)	0.20(6)	63(12)	0.34(14)	1.9(6)
13	43.41(4)	2.0827(18)	218(43)	0.19(8)	76(10)	0.35(12)	1.3(16)
14	45.042(13)	2.0111(6)	392(57)	0.72(4)	350(20)	0.89(18)	0.50(17)
15	48.245(12)	1.8848(5)	936(88)	0.331(17)	392(17)	0.42(6)	3.8(11)
16	49.64(4)	1.8351(14)	245(45)	0.42(6)	162(17)	0.66(19)	1.1(4)
17	52.223(14)	1.7502(4)	1078(95)	0.34(3)	628(15)	0.58(6)	2.1(5)
18	56.06(3)	1.6392(8)	110(30)	0.66(8)	88(8)	0.8(3)	1.7(3)
19	60.30(3)	1.5336(7)	146(35)	0.58(11)	130(11)	0.9(3)	1.7(16)
20	60.98(3)	1.5181(6)	100(29)	0.19(7)	23(5)	0.23(11)	1.7(3)
21	64.31(6)	1.4473(13)	315(51)	0.51(9)	227(30)	0.7(2)	1.6(12)
22	65.81(2)	1.4180(4)	849(84)	0.53(2)	542(29)	0.64(10)	1.7(3)
23	74.69(4)	1.2699(6)	76(25)	0.28(11)	22(8)	0.3(2)	2(3)
24	79.43(12)	1.2055(16)	96(28)	0.51(10)	53(10)	0.5(3)	2(2)
25	87.27(7)	1.1162(7)	254(46)	0.63(9)	208(13)	0.8(2)	1.9(11)

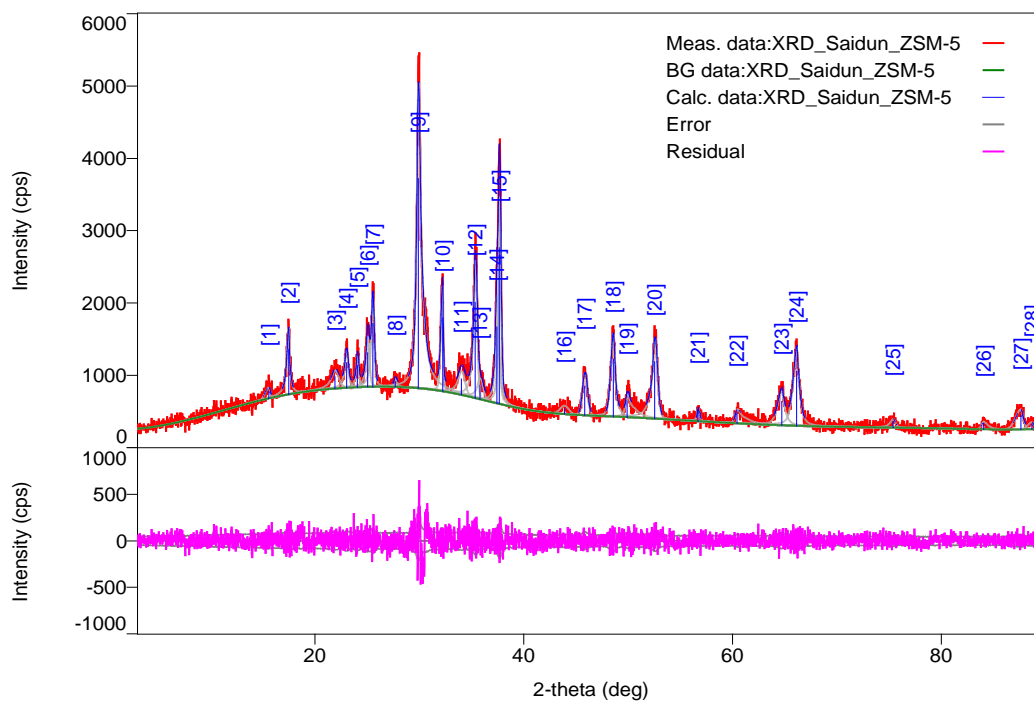
## Sampel C: Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan 60 Menit dan Aging 60 Menit

### Peak List

#### General information

Analysis date 2021/11/25 14:25:37  
 Sample name Measurement date 2021/11/25 13:39:04  
 File name XRD\_Saidun\_ZSM-5.ras Operator administrator  
 Comment

#### Measurement profile



#### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	15.58(5)	5.682(17)	101(29)	0.54(7)	58(9)	0.6(3)	2.4(10)
2	17.492(13)	5.066(4)	623(72)	0.32(3)	329(13)	0.53(8)	2.3(4)
3	21.94(5)	4.048(9)	172(38)	0.81(11)	199(20)	1.2(4)	1.1(3)
4	23.04(2)	3.858(4)	350(54)	0.40(4)	202(15)	0.58(13)	1.1(3)
5	24.084(18)	3.692(3)	303(50)	0.29(4)	126(10)	0.42(10)	1.1(3)

6	25.062(17)	3.550(2)	478(63)	0.35(4)	241(31)	0.51(13)	1.1(3)
7	25.549(15)	3.484(2)	881(86)	0.33(3)	422(37)	0.48(9)	1.1(3)
8	27.69(5)	3.219(5)	74(25)	0.30(14)	24(14)	0.3(3)	0.7(16)
9	29.904(15)	2.9855(14)	2904(156)	0.46(2)	2253(32)	0.78(5)	0.68(12)
10	32.25(2)	2.774(2)	1017(92)	0.25(2)	315(20)	0.31(5)	5(3)
11	34.03(5)	2.633(4)	225(43)	0.78(10)	236(28)	1.0(3)	1.0(3)
12	35.360(19)	2.5364(13)	1329(105)	0.39(3)	702(113)	0.53(13)	1.0(3)
13	35.83(17)	2.504(11)	199(41)	0.6(3)	174(128)	0.9(8)	1.0(3)
14	37.43(3)	2.400(2)	1057(94)	0.38(8)	573(191)	0.5(2)	0.7(3)
15	37.677(9)	2.3856(6)	2166(134)	0.24(2)	750(188)	0.35(11)	0.7(3)
16	43.90(8)	2.061(3)	80(26)	0.93(14)	82(10)	1.0(5)	1.1(2)
17	45.85(3)	1.9774(13)	405(58)	0.55(3)	247(13)	0.61(12)	1.1(2)
18	48.582(14)	1.8725(5)	799(82)	0.465(18)	513(14)	0.64(8)	1.8(2)
19	49.92(7)	1.826(2)	231(44)	0.56(10)	246(16)	1.1(3)	0.5(3)
20	52.54(3)	1.7403(8)	789(81)	0.54(4)	634(18)	0.80(11)	0.9(2)
21	56.73(3)	1.6215(8)	163(37)	0.17(7)	47(8)	0.29(11)	2.0(14)
22	60.44(8)	1.5303(17)	142(34)	0.66(11)	170(13)	1.2(4)	0.5(3)
23	64.75(2)	1.4387(4)	335(53)	0.68(6)	339(18)	1.0(2)	2.9(5)
24	66.170(15)	1.4111(3)	763(80)	0.59(3)	667(23)	0.87(12)	2.9(5)
25	75.41(15)	1.259(2)	88(27)	0.52(18)	66(10)	0.7(3)	2(4)
26	84.07(9)	1.1504(10)	86(27)	0.48(16)	64(10)	0.7(3)	1.1(10)
27	87.63(3)	1.1126(3)	195(40)	0.81(5)	168(11)	0.9(2)	3.6(8)
28	88.69(4)	1.1021(4)	73(25)	0.61(14)	47(7)	0.7(3)	3.6(8)

## Sampel D: Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Percursor Silika Gel

# Peak List

### General information

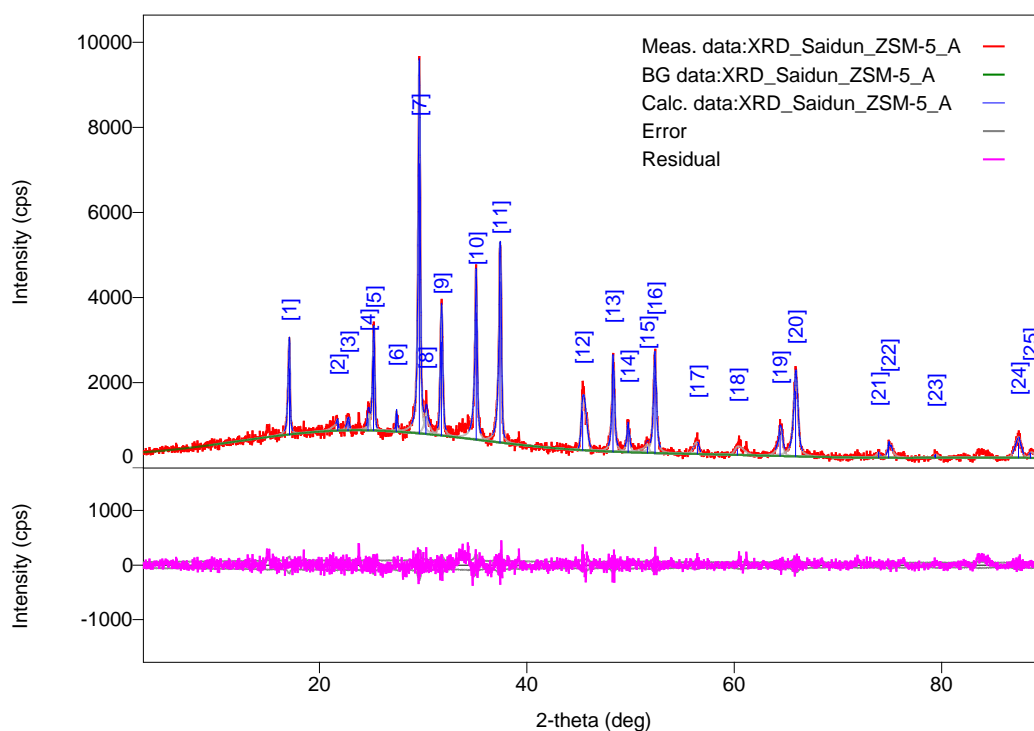
Analysis date 2021/12/09 15:21:01

Sample name Measurement date 2021/12/09 11:34:44

File name XRD\_Saidun\_ZSM-5\_A.ras Operator administrator

Comment

### Measurement profile



### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	17.098(15)	5.182(4)	1554(114)	0.213(13)	455(14)	0.29(3)	2.7(11)
2	21.74(2)	4.084(4)	184(39)	0.28(11)	105(15)	0.6(2)	5(12)
3	22.75(2)	3.905(4)	213(42)	0.27(5)	79(11)	0.37(12)	1.3(4)
4	24.678(15)	3.605(2)	285(49)	0.22(5)	75(17)	0.26(11)	0.7(9)
5	25.221(14)	3.5282(19)	1742(120)	0.222(14)	538(23)	0.31(3)	1.3(4)

6	27.416(10)	3.2506(12)	431(60)	0.08(2)	67(9)	0.15(4)	0.7(3)
7	29.615(8)	3.0140(8)	6339(230)	0.216(6)	1983(34)	0.313(17)	1.4(2)
8	30.27(3)	2.950(3)	414(59)	0.29(8)	243(35)	0.59(17)	0.7(3)
9	31.753(12)	2.8158(10)	2204(136)	0.250(9)	704(18)	0.32(3)	1.1(2)
10	35.103(9)	2.5544(6)	2984(158)	0.208(15)	1024(16)	0.34(2)	2.1(5)
11	37.396(5)	2.4028(3)	3778(177)	0.201(9)	1222(17)	0.32(2)	0.79(9)
12	45.372(6)	1.9972(2)	905(87)	0.534(15)	526(16)	0.58(7)	0.50(8)
13	48.282(7)	1.8834(3)	1907(126)	0.184(12)	600(13)	0.31(3)	0.67(14)
14	49.755(10)	1.8311(4)	513(65)	0.23(3)	185(11)	0.36(7)	2.2(4)
15	51.62(9)	1.769(3)	147(35)	0.47(17)	138(33)	0.9(4)	4(6)
16	52.342(9)	1.7465(3)	1823(123)	0.255(14)	724(33)	0.40(4)	2.2(4)
17	56.42(7)	1.6296(18)	200(41)	0.58(5)	124(13)	0.62(19)	2.8(17)
18	60.30(3)	1.5337(7)	141(34)	0.99(9)	156(17)	1.1(4)	0.5(2)
19	64.40(2)	1.4456(4)	576(69)	0.31(4)	296(18)	0.51(9)	0.8(2)
20	65.91(2)	1.4160(4)	1532(113)	0.40(2)	895(20)	0.58(6)	1.5(4)
21	73.90(2)	1.2815(3)	107(30)	0.24(11)	45(7)	0.42(18)	5(11)
22	74.884(12)	1.26702(18)	335(53)	0.24(4)	168(9)	0.50(11)	0.6(3)
23	79.38(4)	1.2062(5)	82(26)	0.24(7)	21(7)	0.26(17)	0.6(3)
24	87.40(5)	1.1149(5)	358(55)	0.60(5)	249(14)	0.69(14)	2.5(11)
25	88.54(3)	1.1035(3)	122(32)	0.40(8)	53(8)	0.43(18)	0.6(3)



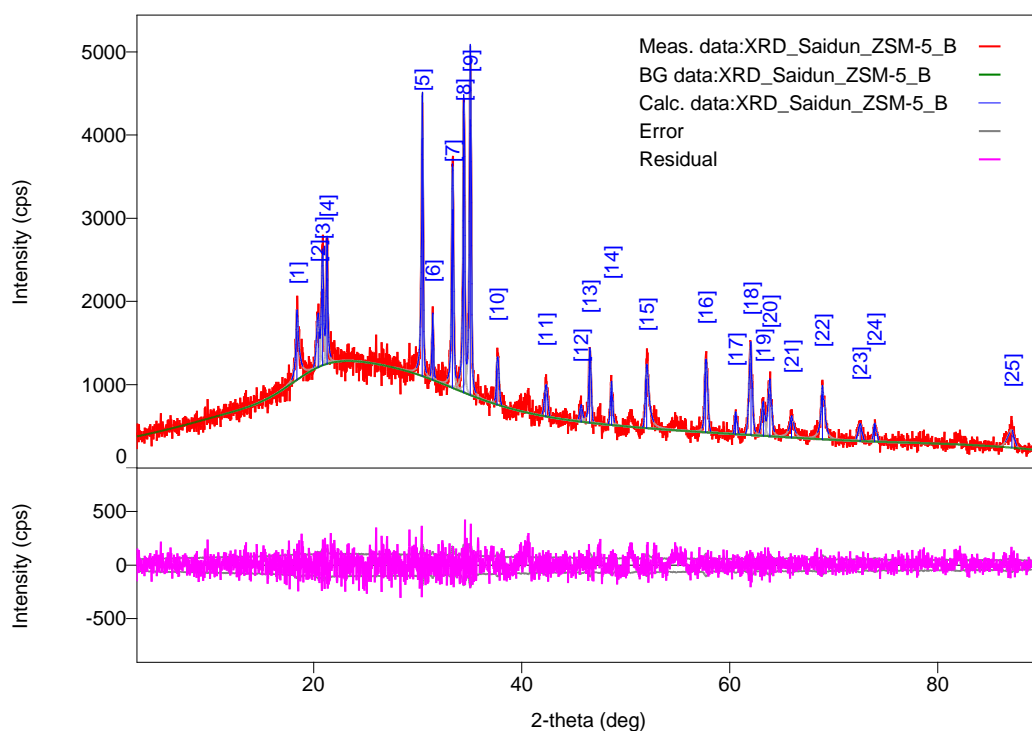
## Sampel E: Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Percursor TEOS

# Peak List

### General information

Analysis date 2021/12/09 15:21:45  
 Sample name Measurement date 2021/12/09 11:45:12  
 File name XRD\_Saidun\_ZSM-5\_B.ras Operator administrator  
 Comment

### Measurement profile



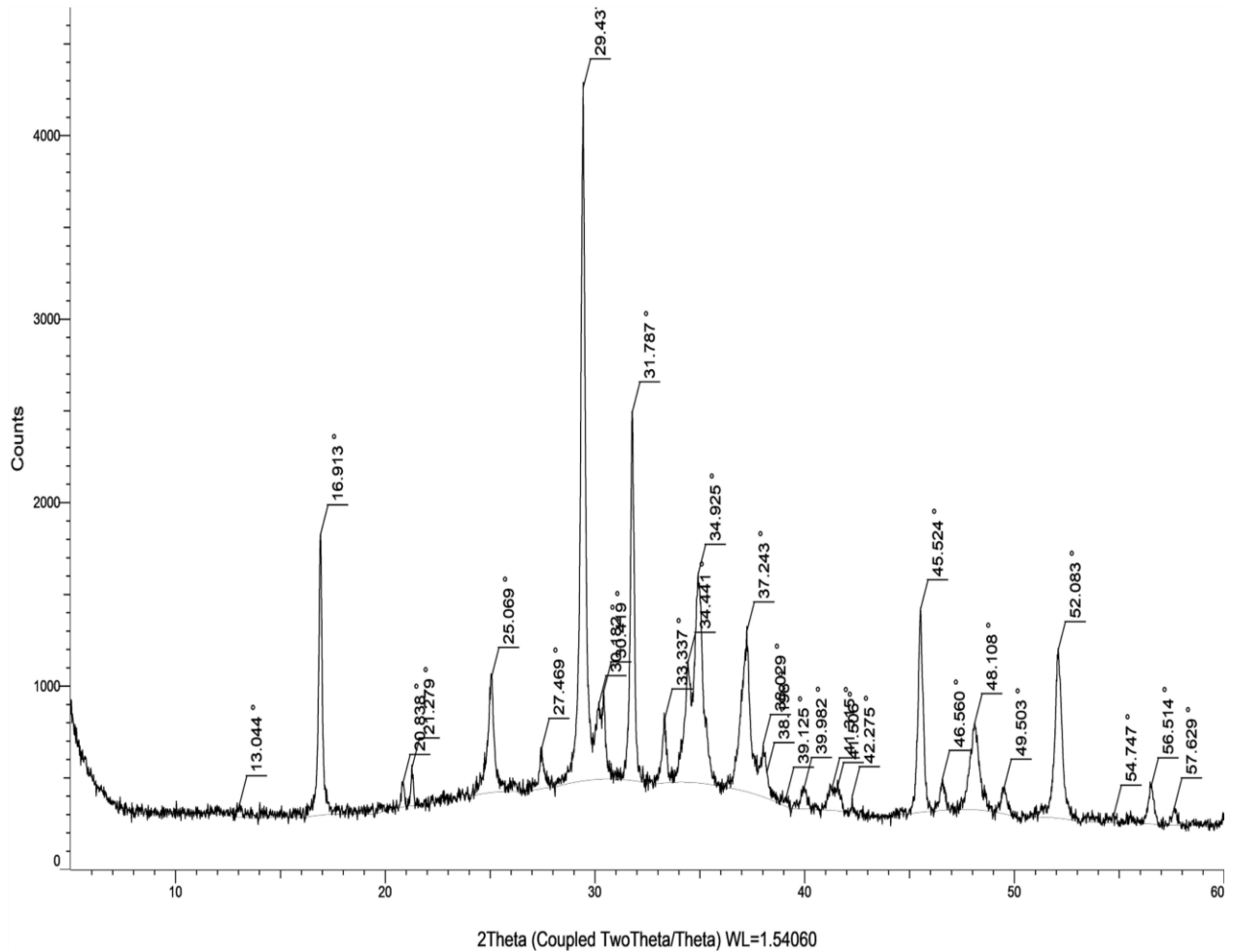
### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	18.39(3)	4.821(7)	580(70)	0.27(5)	288(17)	0.50(9)	0.6(4)
2	20.44(2)	4.342(5)	431(60)	0.30(4)	172(17)	0.40(10)	1.7(6)
3	20.873(16)	4.252(3)	921(88)	0.22(2)	261(16)	0.28(4)	1.7(6)
4	21.292(12)	4.170(2)	1030(93)	0.159(18)	216(16)	0.21(3)	1.7(6)
5	30.447(5)	2.9335(5)	2854(154)	0.118(8)	566(14)	0.198(16)	0.85(16)

6	31.471(15)	2.8403(13)	608(71)	0.14(2)	106(12)	0.17(4)	4(3)
7	33.338(11)	2.6854(8)	2147(134)	0.171(13)	509(15)	0.24(2)	0.7(2)
8	34.432(6)	2.6026(5)	2933(156)	0.140(9)	593(21)	0.202(18)	0.76(17)
9	35.068(9)	2.5568(6)	3312(166)	0.164(10)	776(21)	0.234(18)	1.3(3)
10	37.648(10)	2.3873(6)	437(60)	0.24(3)	125(12)	0.29(7)	0.5(4)
11	42.33(5)	2.133(2)	275(48)	0.33(4)	97(12)	0.35(11)	1.2(7)
12	45.74(8)	1.982(3)	146(35)	0.25(9)	43(12)	0.30(15)	2(4)
13	46.55(2)	1.9493(8)	748(79)	0.19(2)	187(11)	0.25(4)	1.1(5)
14	48.654(9)	1.8699(3)	413(59)	0.18(2)	96(9)	0.23(5)	3(3)
15	52.01(3)	1.7567(9)	592(70)	0.31(5)	271(13)	0.46(8)	0.9(4)
16	57.69(2)	1.5966(6)	727(78)	0.27(2)	228(11)	0.31(5)	0.8(3)
17	60.57(3)	1.5274(7)	247(45)	0.18(3)	48(9)	0.19(7)	1.2(8)
18	62.051(8)	1.49450(17)	866(85)	0.261(13)	280(12)	0.32(5)	4.2(6)
19	63.24(2)	1.4693(4)	312(51)	0.28(3)	108(9)	0.35(9)	2.8(12)
20	63.88(2)	1.4561(5)	508(65)	0.31(3)	194(9)	0.38(7)	2.8(12)
21	65.96(2)	1.4150(4)	204(41)	0.32(9)	118(10)	0.58(17)	1.8(15)
22	68.930(14)	1.3612(2)	540(67)	0.26(3)	258(10)	0.48(8)	1.5(3)
23	72.56(6)	1.3018(9)	162(37)	0.34(6)	59(10)	0.37(14)	2.3(18)
24	73.95(4)	1.2808(5)	200(41)	0.22(4)	53(8)	0.26(9)	1.3(9)
25	87.13(8)	1.1177(8)	154(36)	0.67(8)	113(11)	0.7(2)	3(2)

**Sampel F: Metode Penggerusan Prekursor Silika Gel Suhu 120°C**

15290921-5 SAMPEL C ZSM-S.raw, 10/11/2021 9:57:11 AM

**(Coupled TwoTheta/Theta)**

15290921-5 SAMPEL C ZSM-S.raw, 10/11/2021 9:57:11 AM

**Peak List #1**

15290921-5 SAMPEL C ZSM-S.raw, 10/11/2021 9:57:11 AM

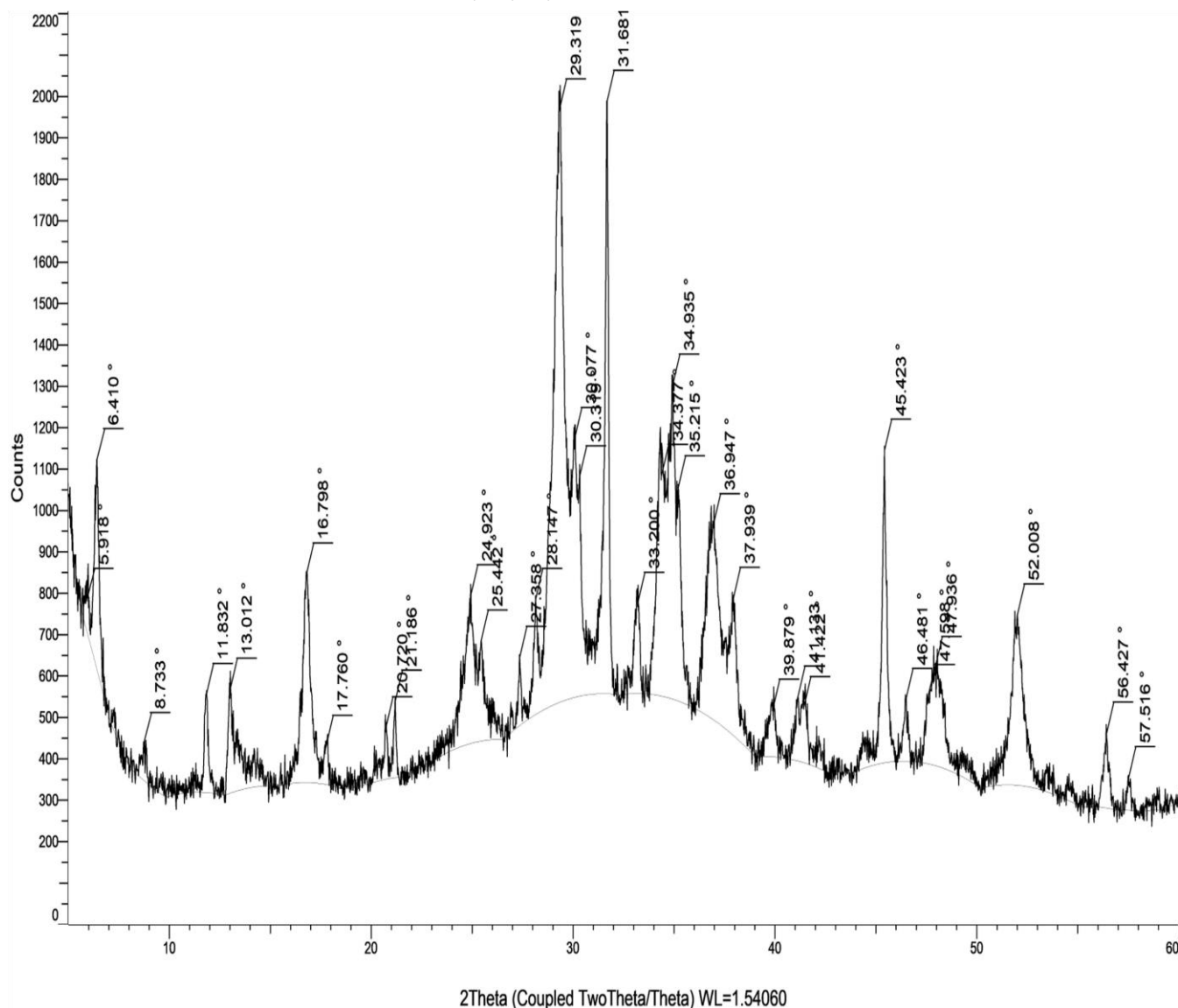
Angle	d Value	Net Intensity	Gross Intensity	Rel. Intensity	h,k,l	Match
13.044 °	6.78165 Å	63.6	349	1.7%	n.a.	No
16.913 °	5.23795 Å	1530	1826	40.5%	n.a.	No
20.838 °	4.25944 Å	126	466	3.3%	n.a.	No
21.279 °	4.17209 Å	208	556	5.5%	n.a.	No
25.069 °	3.54933 Å	629	1048	16.7%	n.a.	No
27.469 °	3.24436 Å	222	663	5.9%	n.a.	No
29.437 °	3.03185 Å	3774	4256	100.0%	n.a.	No
30.182 °	2.95865 Å	404	896	10.7%	n.a.	No
30.419 °	2.93619 Å	479	972	12.7%	n.a.	No
31.787 °	2.81288 Å	2011	2496	53.3%	n.a.	No
33.337 °	2.68556 Å	352	824	9.3%	n.a.	No
34.441 °	2.60196 Å	657	1132	17.4%	n.a.	No
34.925 °	2.56698 Å	1140	1611	30.2%	n.a.	No
38.198 °	2.35420 Å	142	530	3.8%	n.a.	No
37.243 °	2.41234 Å	874	1298	23.2%	n.a.	No
38.029 °	2.36430 Å	288	684	7.6%	n.a.	No
39.125 °	2.30053 Å	53.5	396	1.4%	n.a.	No
39.982 °	2.25319 Å	119	449	3.1%	n.a.	No
41.315 °	2.18353 Å	125	447	3.3%	n.a.	No
41.506 °	2.17391 Å	103	423	2.7%	n.a.	No
42.275 °	2.13613 Å	92.0	400	2.4%	n.a.	No
45.524 °	1.99091 Å	1107	1419	29.3%	n.a.	No
46.560 °	1.94900 Å	166	489	4.4%	n.a.	No
48.108 °	1.88987 Å	473	798	12.5%	n.a.	No
49.503 °	1.83982 Å	137	440	3.6%	n.a.	No
52.083 °	1.75458 Å	910	1190	24.1%	n.a.	No
54.747 °	1.67532 Å	45.7	299	1.2%	n.a.	No

## Sampel G: Metode Penggerusan Prekursor Silika Gel Suhu 140°C

15290921-7 SAMPEL B ZSM-S.raw, 10/11/2021 10:01:13 AM

(Coupled TwoTheta/Theta)

15290921-7 SAMPEL B ZSM-S.raw, 10/11/2021 10:01:13 AM



### Peak List #1

15290921-7 SAMPEL B ZSM-S.raw, 10/11/2021 10:01:13 AM

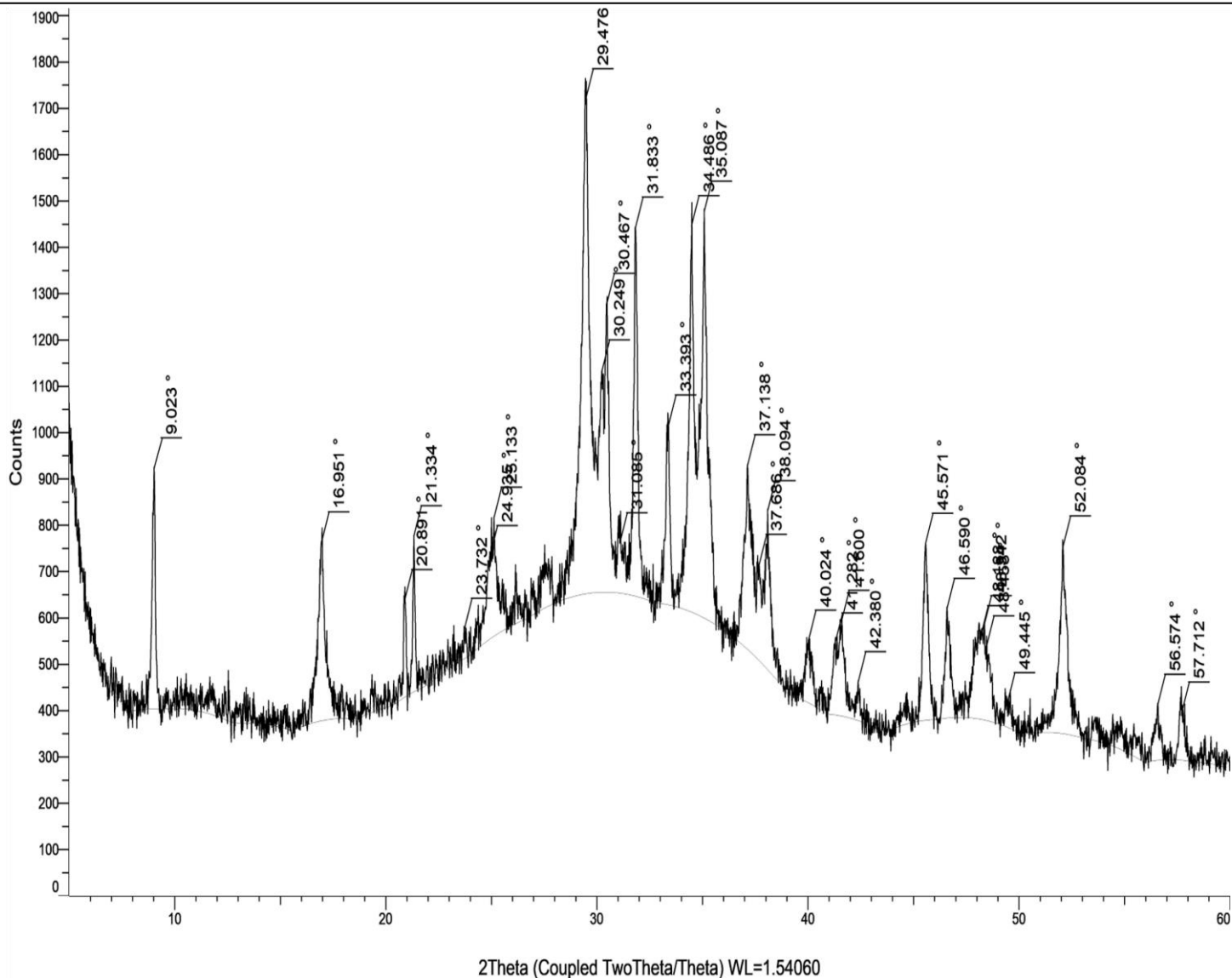
Angle	d Value	Net Intensity	Gross Intensity	Rel. Intensity	h,k,l	Match
5.918 °	14.92332 Å	76.5	784	5.3%	n.a.	No
6.410 °	13.77851 Å	505	1122	35.3%	n.a.	No
8.733 °	10.11790 Å	88.4	436	6.2%	n.a.	No
11.832 °	7.47364 Å	237	555	16.5%	n.a.	No
13.012 °	6.79821 Å	251	568	17.5%	n.a.	No
16.798 °	5.27378 Å	503	846	35.2%	n.a.	No
17.760 °	4.98999 Å	91.5	429	6.4%	n.a.	No

20.720 °	4.28342 Å	124	474	8.6%	n.a.	No
21.186 °	4.19018 Å	184	538	12.9%	n.a.	No
24.923 °	3.56975 Å	356	793	24.9%	n.a.	No
25.442 °	3.49808 Å	241	684	16.9%	n.a.	No
27.358 °	3.25732 Å	164	644	11.5%	n.a.	No
28.147 °	3.16784 Å	277	784	19.4%	n.a.	No
29.319 °	3.04377 Å	1431	1967	100.0%	n.a.	No
30.077 °	2.96874 Å	625	1173	43.7%	n.a.	No
30.319 °	2.94563 Å	530	1080	37.0%	n.a.	No
31.681 °	2.82202 Å	1431	1988	99.9%	n.a.	No
33.200 °	2.69632 Å	218	775	15.2%	n.a.	No
34.377 °	2.60661 Å	533	1084	37.2%	n.a.	No
34.935 °	2.56623 Å	758	1302	53.0%	n.a.	No
35.215 °	2.54647 Å	517	1056	36.1%	n.a.	No
36.947 °	2.43101 Å	471	965	32.9%	n.a.	No
37.939 °	2.36968 Å	331	787	23.1%	n.a.	No
39.879 °	2.25874 Å	112	517	7.8%	n.a.	No
41.133 °	2.19277 Å	154	548	10.7%	n.a.	No
41.422 °	2.17810 Å	132	523	9.2%	n.a.	No
45.423 °	1.99512 Å	755	1145	52.7%	n.a.	No
46.481 °	1.95215 Å	148	542	10.4%	n.a.	No
47.598 °	1.90890 Å	164	552	11.5%	n.a.	No
47.936 °	1.89621 Å	237	620	16.5%	n.a.	No
52.008 °	1.75692 Å	411	747	28.7%	n.a.	No
56.427 °	1.62936 Å	181	462	12.6%	n.a.	No
57.516 °	1.60107 Å	78.2	354	5.5%	n.a.	No

### Sampel H: Metode Penggerusan Prekursor Silika Gel Suhu 160°C

15290921-3 SAMPEL A ZSM-S.raw, 10/11/2021 9:53:35 AM

#### (Coupled TwoTheta/Theta)



15290921-3 SAMPEL A ZSM-S.raw, 10/11/2021 9:53:35 AM

#### Peak List #1

15290921-3 SAMPEL A ZSM-S.raw, 10/11/2021 9:53:35 AM

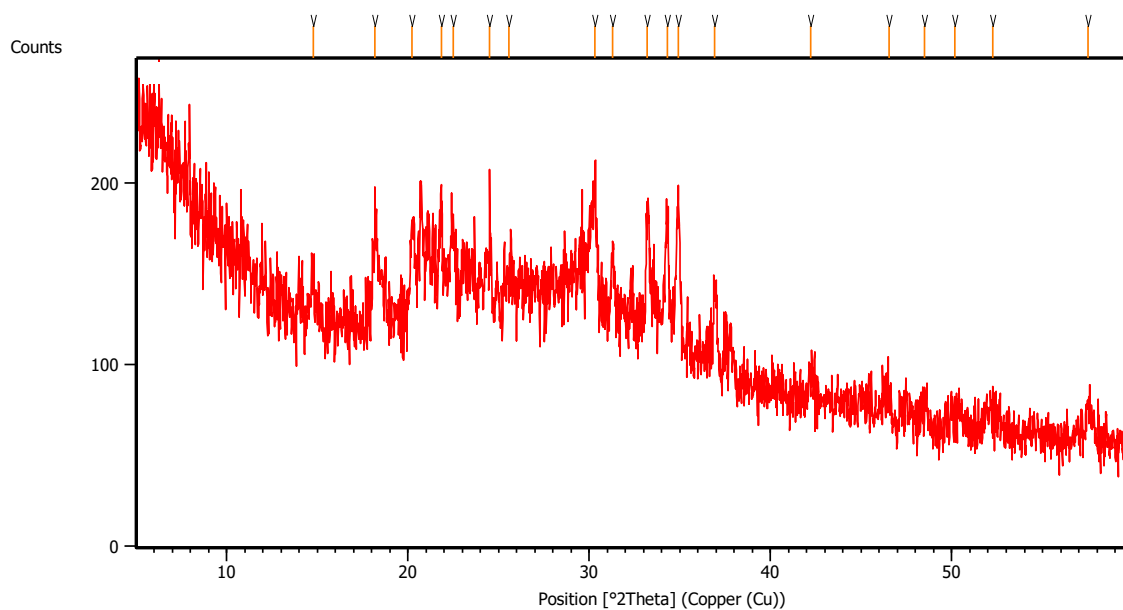
Angle	d Value	Net Intensity	Gross Intensity	Rel. Intensity	h,k,l	Match
9.023 °	9.79241 Å	520	923	48.7%	n.a.	No
16.951 °	5.22647 Å	385	763	36.1%	n.a.	No
20.891 °	4.24875 Å	211	639	19.7%	n.a.	No
21.334 °	4.16151 Å	337	777	31.5%	n.a.	No
23.732 °	3.74622 Å	65.1	577	6.1%	n.a.	No
24.935 °	3.56812 Å	180	734	16.8%	n.a.	No

25.133 °	3.54040 Å	256	817	24.0%	n.a.	No
29.476 °	3.02796 Å	1068	1720	100.0%	n.a.	No
30.249 °	2.95230 Å	479	1134	44.9%	n.a.	No
30.467 °	2.93164 Å	622	1278	58.3%	n.a.	No
31.085 °	2.87477 Å	108	761	10.1%	n.a.	No
31.833 °	2.80889 Å	796	1443	74.6%	n.a.	No
33.393 °	2.68113 Å	388	1016	36.3%	n.a.	No
34.486 °	2.59864 Å	834	1446	78.1%	n.a.	No
35.087 °	2.55547 Å	878	1477	82.2%	n.a.	No
37.138 °	2.41892 Å	398	930	37.3%	n.a.	No
37.686 °	2.38503 Å	207	715	19.4%	n.a.	No
38.094 °	2.36039 Å	342	830	32.1%	n.a.	No
40.024 °	2.25089 Å	135	551	12.6%	n.a.	No
41.282 °	2.18515 Å	154	545	14.5%	n.a.	No
41.600 °	2.16920 Å	206	594	19.3%	n.a.	No
42.380 °	2.13105 Å	83.3	461	7.8%	n.a.	No
45.571 °	1.98898 Å	381	760	35.7%	n.a.	No
46.590 °	1.94784 Å	236	619	22.1%	n.a.	No
48.188 °	1.88689 Å	180	561	16.9%	n.a.	No
48.342 °	1.88126 Å	203	582	19.0%	n.a.	No
48.458 °	1.87703 Å	160	539	15.0%	n.a.	No
49.445 °	1.84182 Å	52.3	416	4.9%	n.a.	No
52.084 °	1.75455 Å	404	754	37.9%	n.a.	No
56.574 °	1.62550 Å	120	412	11.2%	n.a.	No
57.712 °	1.59610 Å	103	396	9.7%	n.a.	No



## Sampel I: Metode Penggerusan Prekursor TEOS Suhu 120°C

### Main Graphics, Analyze View:

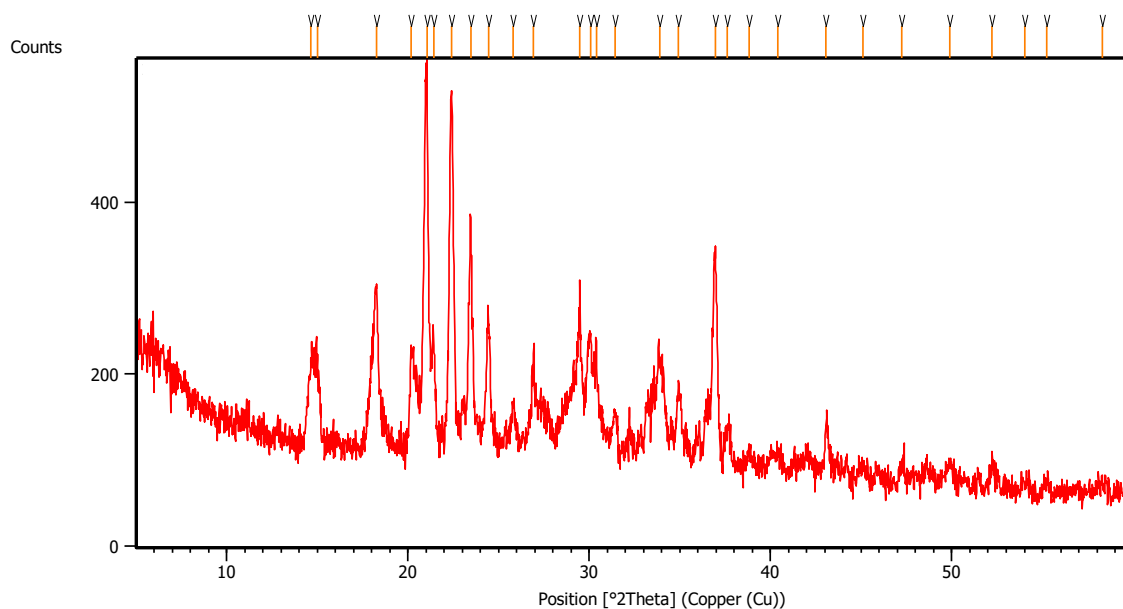


### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.7902	20.99	0.4015	5.98969	26.27
18.1564	49.67	0.2676	4.88609	62.16
20.2396	48.58	0.2007	4.38763	60.79
21.8214	64.12	0.1673	4.07303	80.24
22.4739	42.61	0.2007	3.95622	53.32
24.4937	33.94	0.2676	3.63437	42.47
25.5608	12.67	0.2676	3.48502	15.86
30.3073	60.83	0.3346	2.94917	76.13
31.2978	28.16	0.2007	2.85806	35.25
33.2024	58.06	0.1673	2.69833	72.66
34.3046	64.29	0.1338	2.61412	80.46
34.9129	79.91	0.2007	2.56995	100.00
36.9126	41.17	0.1673	2.43519	51.52
42.2245	13.39	0.3346	2.14032	16.76
46.5257	13.67	0.5353	1.95199	17.11
48.5107	15.28	0.4015	1.87665	19.13
50.1715	7.89	0.8029	1.81836	9.87
52.2448	12.54	0.8029	1.75097	15.69
57.5208	21.39	0.3346	1.60229	26.76

## Sampel J: Metode Penggerusan Prekursor TEOS Suhu 140°C

### Main Graphics, Analyze View:



### Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.6568	98.66	0.3346	6.04390	23.02
15.0219	90.04	0.2007	5.89782	21.01
18.2473	186.22	0.2007	4.86195	43.45
20.1531	104.10	0.1673	4.40627	24.29
21.0534	428.59	0.0836	4.21983	100.00
21.4105	133.78	0.1338	4.15024	31.21
22.3807	417.15	0.1673	3.97248	97.33
23.4578	263.63	0.2007	3.79247	61.51
24.4265	173.36	0.1171	3.64421	40.45
25.7964	65.21	0.1673	3.45371	15.21
26.9001	111.17	0.1338	3.31447	25.94

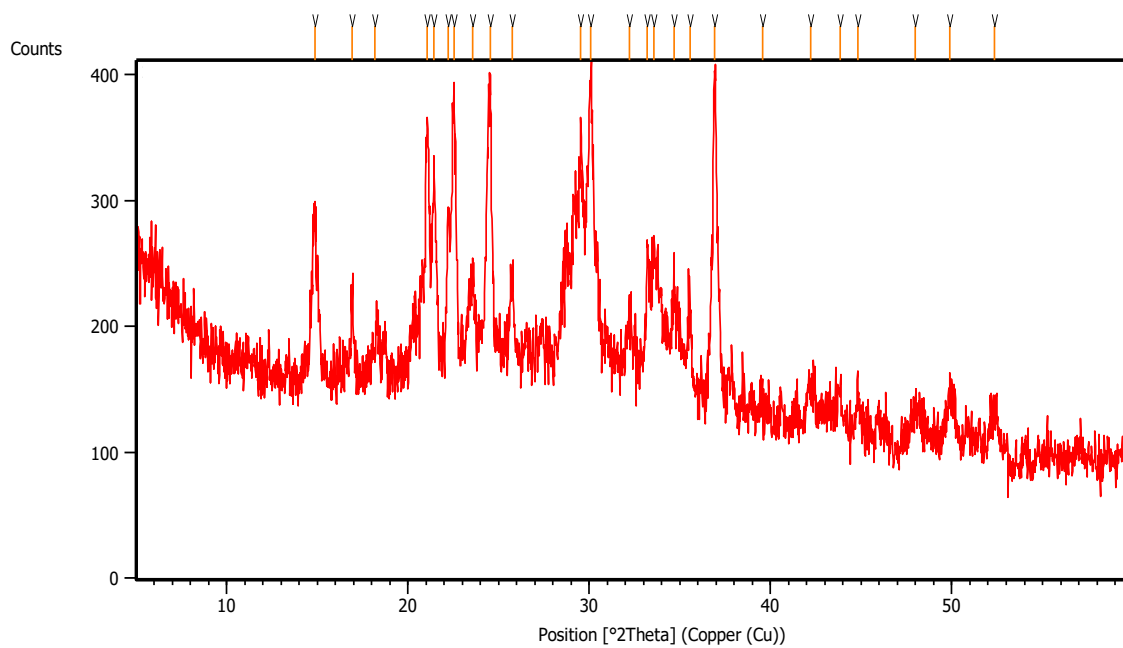
---

29.4608	186.64	0.1338	3.03195	43.55
30.0527	146.74	0.2007	2.97357	34.24
30.3888	136.63	0.1004	2.94144	31.88
31.4335	58.09	0.2007	2.84603	13.55
33.8785	126.79	0.2676	2.64602	29.58
34.9076	96.52	0.2342	2.57034	22.52
36.9347	253.46	0.2676	2.43379	59.14
37.6152	50.45	0.2676	2.39131	11.77
38.8216	24.35	0.4015	2.31973	5.68
40.3770	25.36	0.6691	2.23389	5.92
43.0676	64.62	0.1338	2.10036	15.08
45.0801	16.12	0.4015	2.01116	3.76
47.2344	18.30	0.2676	1.92434	4.27
49.8624	28.21	0.4015	1.82890	6.58
52.2300	32.37	0.2007	1.75144	7.55
54.0364	13.43	0.4015	1.69708	3.13
55.2130	14.21	0.2676	1.66367	3.32
58.2927	10.71	0.4015	1.58290	2.50

---

## Sampel K: Metode Penggerusan Prekursor TEOS Suhu 160°C

### Main Graphics, Analyze View:



### Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
14.8482	129.16	0.1338	5.96642	50.14
16.9276	66.15	0.1004	5.23788	25.68
18.1915	30.51	0.5353	4.87673	11.84
21.0441	187.03	0.1673	4.22168	72.60
21.4403	153.94	0.1673	4.14456	59.76
22.2183	123.43	0.1004	4.00116	47.92
22.5344	217.65	0.1004	3.94574	84.49
23.5557	68.17	0.3346	3.77693	26.46
24.5254	221.47	0.3011	3.62974	85.97
25.7349	64.99	0.2007	3.46183	25.23

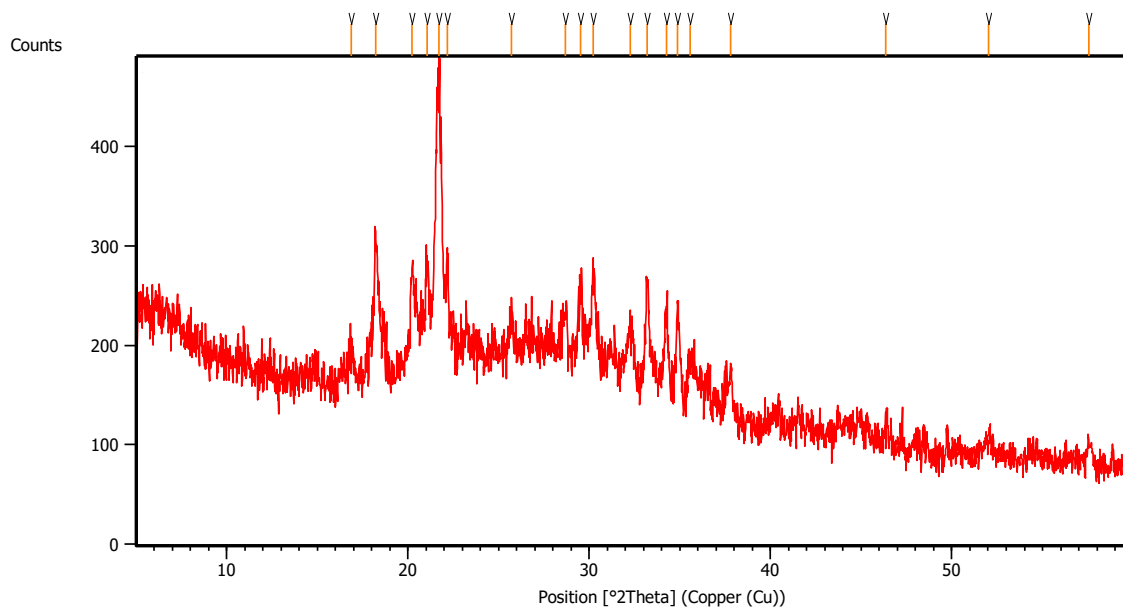
---

29.5325	171.33	0.1338	3.02475	66.51
30.0659	220.73	0.1338	2.97230	85.69
32.2024	35.80	0.3346	2.77981	13.90
33.2116	103.33	0.1004	2.69760	40.11
33.5507	91.09	0.5353	2.67112	35.36
34.6805	76.41	0.1673	2.58664	29.66
35.5478	64.74	0.2007	2.52549	25.13
36.9084	257.60	0.1673	2.43546	100.00
39.5459	18.43	0.2007	2.27890	7.16
42.2177	33.15	0.4015	2.14065	12.87
43.8391	26.17	0.4015	2.06517	10.16
44.8107	30.58	0.2007	2.02262	11.87
47.9959	32.81	0.5353	1.89557	12.74
49.9045	53.24	0.3346	1.82746	20.67
52.3295	39.89	0.4015	1.74834	15.49

---

## Sampel L: Metode Penggerusan Prekursor TEOS Suhu 180°C

### Main Graphics, Analyze View:



### Peak List:

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
16.8517	32.92	0.2007	5.26133	11.61
18.2207	136.94	0.2007	4.86898	48.27
20.2102	92.27	0.1338	4.39394	32.53
21.0364	96.33	0.1673	4.22320	33.96
21.6875	283.68	0.3011	4.09786	100.00
22.1902	102.83	0.1004	4.00616	36.25
25.6862	32.67	0.2007	3.46828	11.52
28.6731	43.34	0.2676	3.11343	15.28
29.5256	64.79	0.1673	3.02544	22.84
30.2230	90.79	0.1673	2.95720	32.00
32.2784	49.14	0.2676	2.77343	17.32
33.1981	103.08	0.1673	2.69867	36.34
34.2449	75.06	0.1673	2.61854	26.46
34.8782	97.48	0.1673	2.57243	34.36
35.5723	41.64	0.3346	2.52382	14.68
37.8136	46.54	0.2676	2.37921	16.41
46.3682	21.73	0.2007	1.95825	7.66
52.0145	16.18	0.6691	1.75818	5.71
57.5790	20.50	0.2676	1.60080	7.23

## Sampel M: Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan Tanpa Kalsinasi

# Peak List

### General information

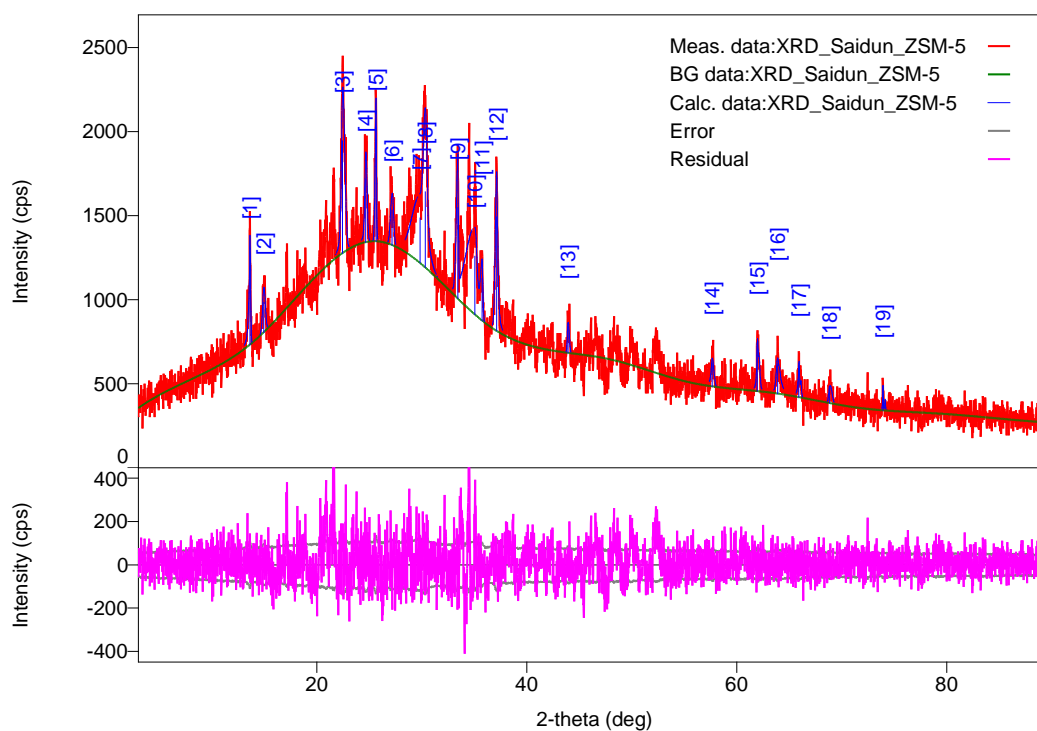
Analysis date 2021/12/21 17:28:09

Sample name Measurement date 2021/12/21 16:48:03

File name XRD\_Saidun\_ZSM-5.ras Operator administrator

Comment

### Measurement profile

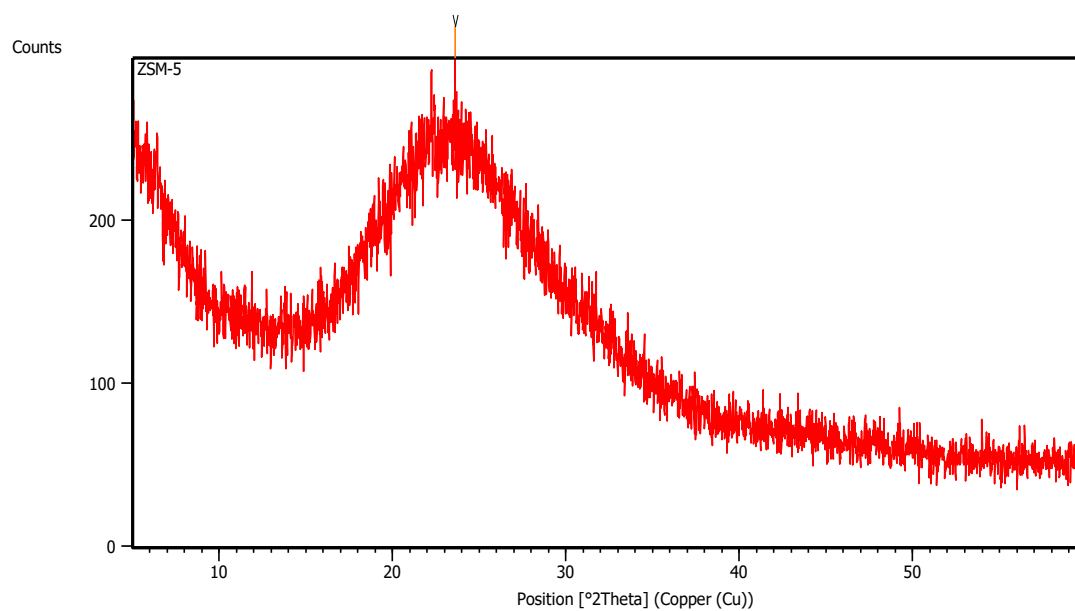


### Peak list

No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. I(cps deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	13.635(6)	6.489(3)	465(62)	0.134(13)	99(6)	0.21(4)	1.00(18)
2	14.96(6)	5.92(2)	180(39)	0.30(5)	60(13)	0.33(14)	0.9(7)
3	22.447(10)	3.9577(18)	671(75)	0.36(3)	286(23)	0.43(8)	0.5(3)
4	24.66(4)	3.607(6)	376(56)	0.25(3)	108(14)	0.29(8)	0.8(6)
5	25.656(5)	3.4694(7)	613(71)	0.138(15)	93(10)	0.15(3)	5(4)
6	27.18(4)	3.279(4)	210(42)	0.33(6)	74(12)	0.35(13)	1.3(4)

7	29.84(18)	2.992(18)	268(47)	1.64(14)	467(42)	1.7(5)	1.3(4)
8	30.34(4)	2.943(4)	451(61)	0.38(5)	180(46)	0.40(16)	1.3(4)
9	33.439(8)	2.6776(6)	543(67)	0.21(2)	124(12)	0.23(5)	5(2)
10	35.07(3)	2.5569(19)	347(54)	1.23(8)	456(31)	1.3(3)	5(2)
11	35.762(15)	2.5088(10)	252(46)	0.29(7)	79(16)	0.31(12)	5(2)
12	37.13(3)	2.4192(17)	679(75)	0.24(3)	211(12)	0.31(5)	2.0(9)
13	43.93(7)	2.060(3)	159(36)	0.17(6)	29(9)	0.18(10)	0.8(12)
14	57.67(8)	1.597(2)	140(34)	0.23(12)	43(10)	0.31(15)	1.2(18)
15	61.976(11)	1.4961(2)	290(49)	0.17(3)	67(8)	0.23(7)	0.5(5)
16	63.90(5)	1.4557(10)	173(38)	0.29(8)	80(10)	0.46(16)	1.2(10)
17	65.938(15)	1.4155(3)	194(40)	0.14(4)	38(8)	0.20(8)	1.1(17)
18	68.87(9)	1.3622(15)	96(28)	0.26(9)	26(8)	0.27(16)	0.9(11)
19	73.939(11)	1.28086(16)	147(35)	0.05(3)	12(3)	0.08(4)	2(5)



**Sampel N: Sintesis ZSM-5 Metode Hidrotermal****Main Graphics, Analyze View:****Peak List:**

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23.6197	66.68	0.0900	3.76372	100.00

## Lampiran 5: Data XRD Standar

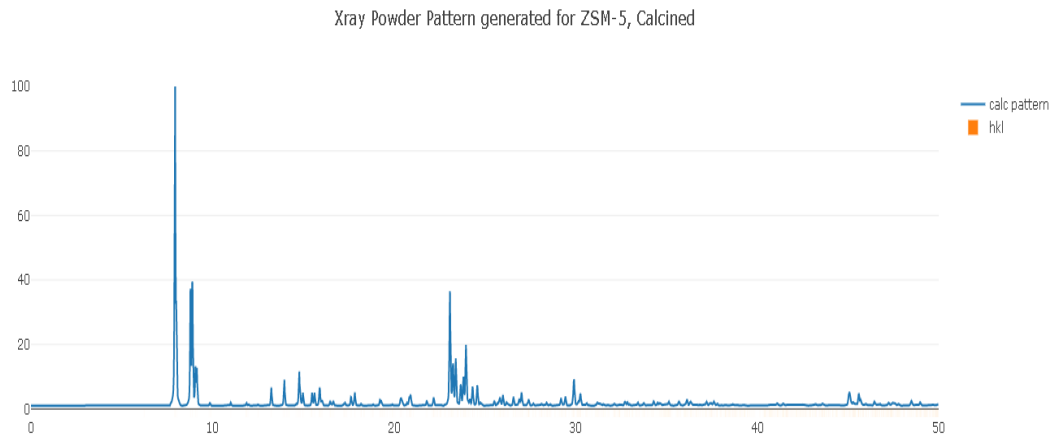
### 1. ZSM-5

<b>Space Group:</b>	P 1 2 <sub>1</sub> /n 1					
<b>Cell parameters:</b>	$a = 19.879 \text{ \AA}$	$b = 20.107 \text{ \AA}$	$c = 13.369 \text{ \AA}$	$\alpha = 90^\circ$	$\beta = 90.67^\circ$	$\gamma = 90^\circ$
<b>Chemical Formula</b>	[Si <sub>95.68</sub> Al <sub>0.32</sub> H <sub>0.32</sub> O <sub>192</sub> ]-MFI					
<b>Refinement:</b>	X-ray single crystal refinement, R <sub>w</sub> =0.045					
<b>Comment:</b>	unique axis b, cell choice 2					
<b>Reference:</b>	van Koningsveld, H., Jansen, J.C. and van Bekkum, H. <i>Zeolites</i> , <b>10</b> , 235-242 (1990)					

#### Atomic Coordinates:

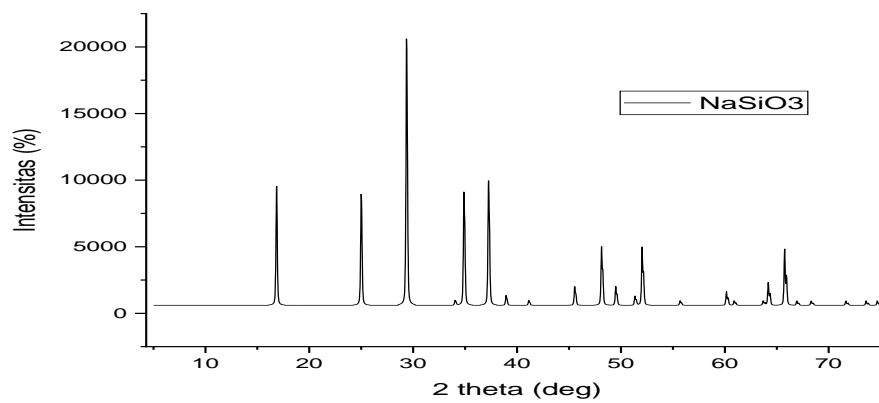
Atom	Form Factor	x	y	z	PP	B(iso)
Si1	Si	0.05546	0.42056	-0.3199	1	0.26
Si2	Si	0.0309	0.31368	-0.16358	1	0.29
Si3	Si	0.06249	0.2796	0.05346	1	0.29
Si4	Si	0.06233	0.12395	0.03674	1	0.29
Si5	Si	0.02804	0.07678	-0.15797	1	0.26
Si6	Si	0.05585	0.19556	-0.31331	1	0.26
Si7	Si	-0.17148	0.42542	-0.3193	1	0.29
Si8	Si	-0.12653	0.31225	-0.17388	1	0.29
Si9	Si	-0.1759	0.27325	0.03597	1	0.26
Si10	Si	-0.17634	0.11895	0.03436	1	0.29
Si11	Si	-0.12939	0.07156	-0.17516	1	0.29
Si12	Si	-0.16528	0.19079	-0.31408	1	0.29
Si13	Si	0.44297	0.42837	-0.33456	1	0.26
Si14	Si	0.47305	0.31237	-0.18814	1	0.29
Si15	Si	0.43889	0.27704	0.0294	1	0.29
Si16	Si	0.43563	0.12155	0.0338	1	0.29
Si17	Si	0.47315	0.07096	-0.17844	1	0.26
Si18	Si	0.43778	0.18737	-0.31743	1	0.29
Si19	Si	0.67204	0.42389	-0.31417	1	0.26
Si20	Si	0.6313	0.31278	-0.16836	1	0.32
Si21	Si	0.66892	0.27312	0.04608	1	0.29
Si22	Si	0.67007	0.11867	0.03868	1	0.29
Si23	Si	0.63082	0.07268	-0.17757	1	0.32
Si24	Si	0.6807	0.19446	-0.29789	1	0.26
O1	O	0.0588	0.3779	-0.2194	1	0.79
O2	O	0.0662	0.3106	-0.0564	1	0.63
O3	O	0.0472	0.2018	0.0465	1	0.92
O4	O	0.0671	0.1032	-0.0784	1	0.63
O5	O	0.0443	0.123	-0.2693	1	0.66
O6	O	0.0477	0.2483	-0.2248	1	0.89
O7	O	-0.1533	0.3769	-0.2289	1	0.89

O8	O	-0.1669	0.305	-0.0725	1	0.79
O9	O	-0.1558	0.196	0.0316	1	0.76
O10	O	-0.1689	0.0885	-0.0753	1	0.89
O11	O	-0.1511	0.1208	-0.263	1	0.87
O12	O	-0.1376	0.2483	-0.2424	1	0.95
O13	O	-0.0485	0.3189	-0.149	1	1.03
O14	O	-0.0509	0.0781	-0.1529	1	0.74
O15	O	0.1253	0.4145	-0.3771	1	0.82
O16	O	-0.0041	0.3923	-0.3892	1	0.87
O17	O	-0.134	0.4022	-0.4186	1	0.71
O18	O	0.1298	0.2003	-0.3583	1	0.63
O19	O	0.0026	0.2099	-0.4008	1	0.82
O20	O	-0.1275	0.1948	-0.4188	1	0.68
O21	O	0.0515	0.0032	-0.2041	1	0.58
O22	O	-0.1475	-0.0023	-0.2098	1	0.68
O23	O	-0.2501	0.4239	-0.3413	1	0.82
O24	O	-0.2435	0.1987	-0.3356	1	0.68
O25	O	-0.2525	0.2822	0.0676	1	0.61
O26	O	-0.2526	0.1101	0.0697	1	0.53
O27	O	0.4503	0.3799	-0.2408	1	0.92
O28	O	0.448	0.3143	-0.0754	1	0.68
O29	O	0.4318	0.1991	0.0094	1	0.82
O30	O	0.4478	0.0812	-0.0669	1	0.84
O31	O	0.4351	0.1206	-0.2527	1	0.63
O32	O	0.4401	0.2505	-0.2451	1	0.79
O33	O	0.659	0.3797	-0.2169	1	0.74
O34	O	0.6459	0.3148	-0.0508	1	0.58
O35	O	0.6513	0.1961	0.027	1	0.68
O36	O	0.6559	0.0822	-0.0653	1	0.92
O37	O	0.6678	0.1232	-0.2504	1	0.92
O38	O	0.6694	0.2497	-0.2144	1	0.84
O39	O	0.553	0.3054	-0.1913	1	1.05
O40	O	0.5519	0.0851	-0.1834	1	0.84
O41	O	0.3714	0.4186	-0.3885	1	0.89
O42	O	0.5015	0.4154	-0.4135	1	0.76
O43	O	0.632	0.3938	-0.4087	1	0.74
O44	O	0.3711	0.19	-0.3847	1	0.66
O45	O	0.5032	0.1862	-0.3863	1	0.74
O46	O	0.6326	0.2074	-0.3914	1	0.92
O47	O	0.4576	-0.0039	-0.2104	1	0.66
O48	O	0.6481	-0.0013	-0.212	1	0.71

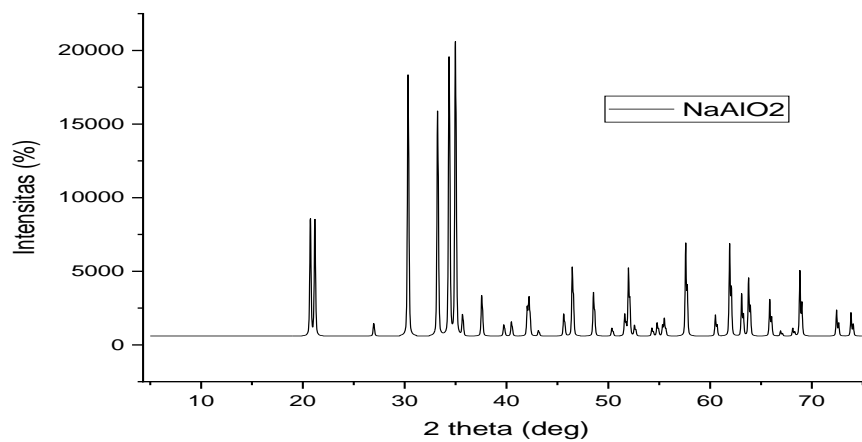


Gambar L.5.1 XRD standar ZSM-5

## 2. $\text{NaSiO}_3$

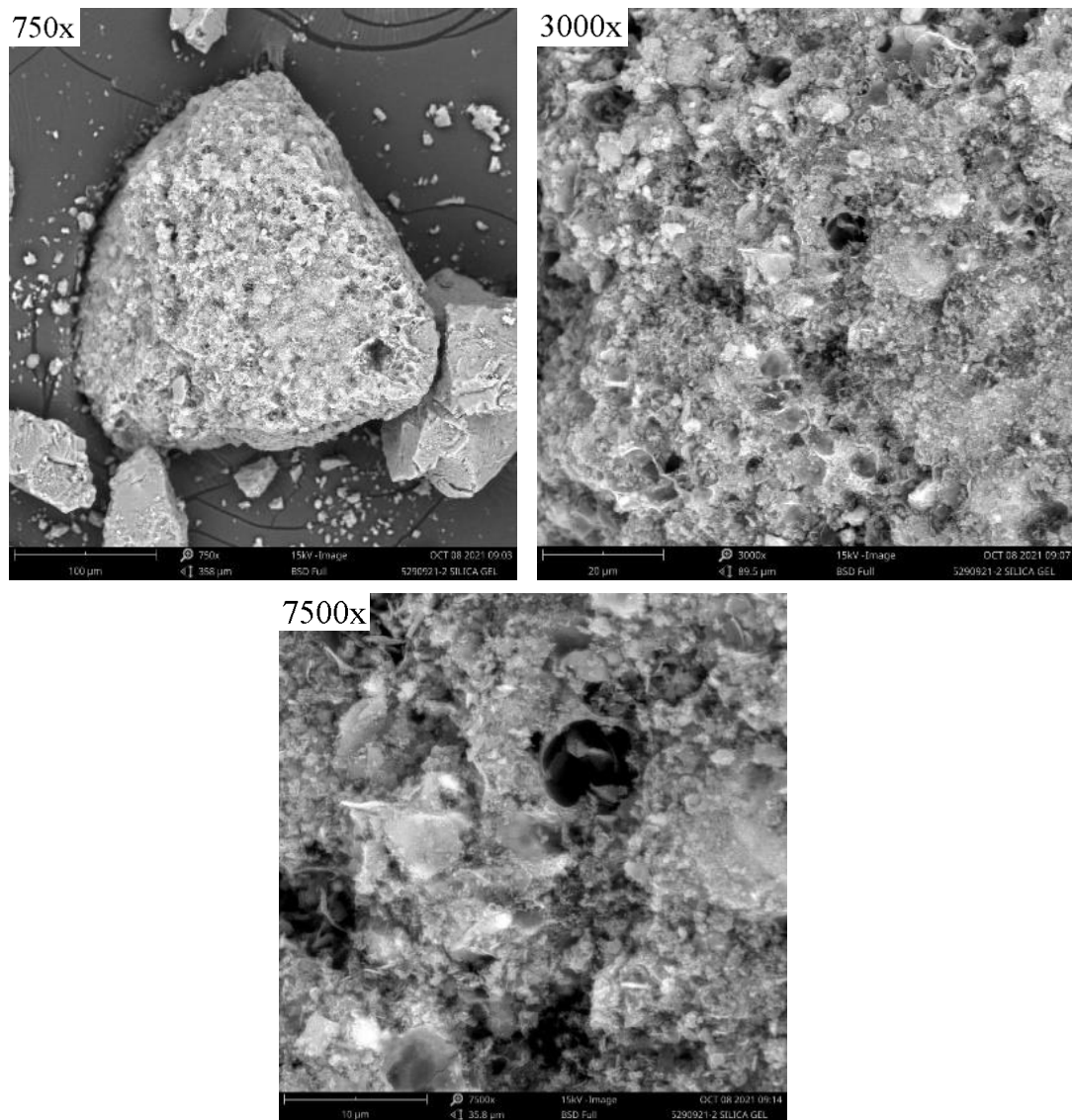
Gambar L.5.2 XRD standar  $\text{NaSiO}_3$ 

## 3. $\text{NaAlO}_2$

Gambar L.5.2 XRD standar  $\text{NaAlO}_2$

## Lampiran 6. Hasil Karakterisasi SEM

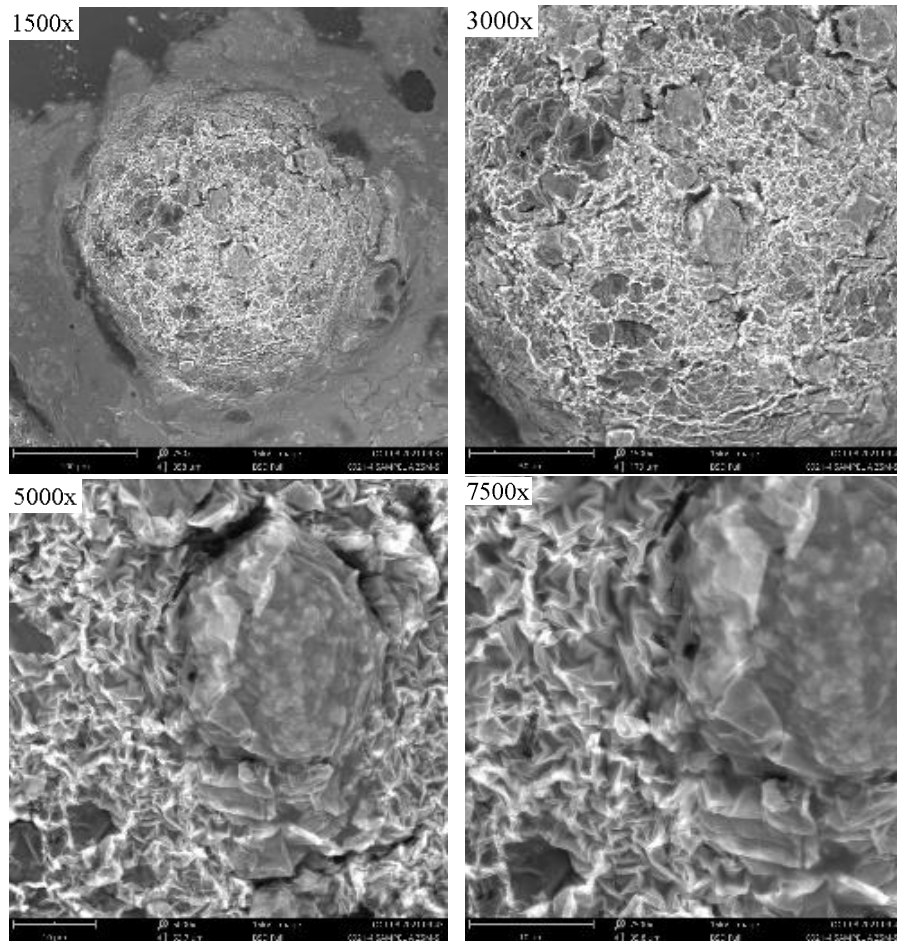
### 1. Silika Gel



Gambar L.6.1 Hasil karakterisasi silika gel menggunakan SEM

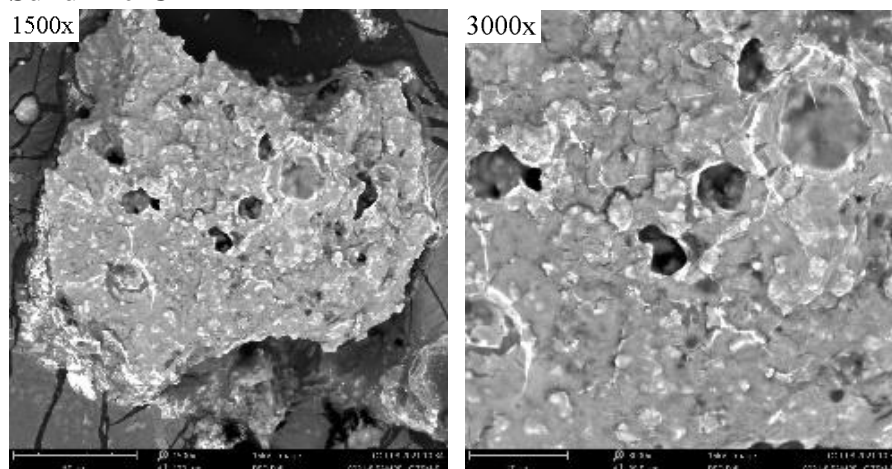
## 2. Sintesis ZSM-5 Variasi Suhu Kristalisasi Metode Penggerusan dengan Prekursor Silika Gel

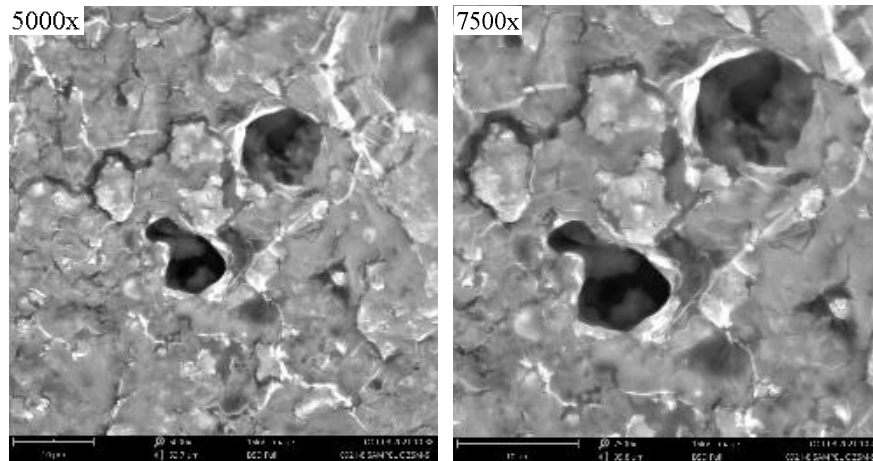
### a. Suhu 120°C



Gambar L.6.2.a karakterisasi ZSM-5 prekursor silika gel suhu 120°C

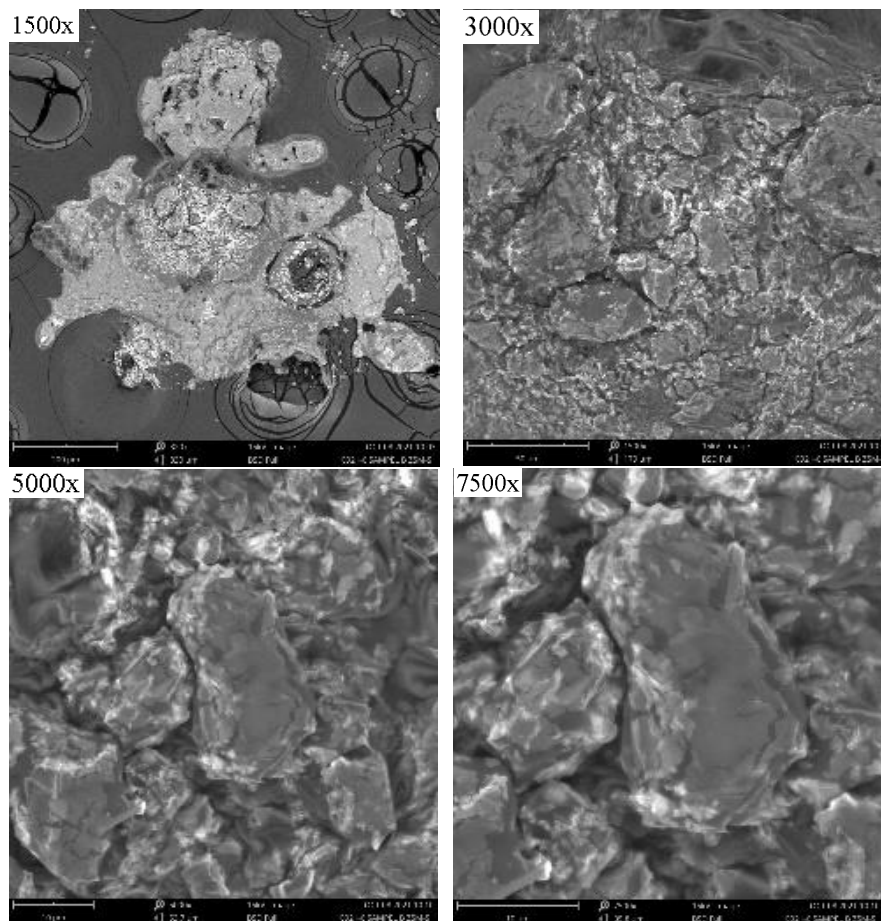
### b. Suhu 140°C





Gambar L.6.2.b Karakterisasi ZSM-5 prekursor silika gel suhu 140°C

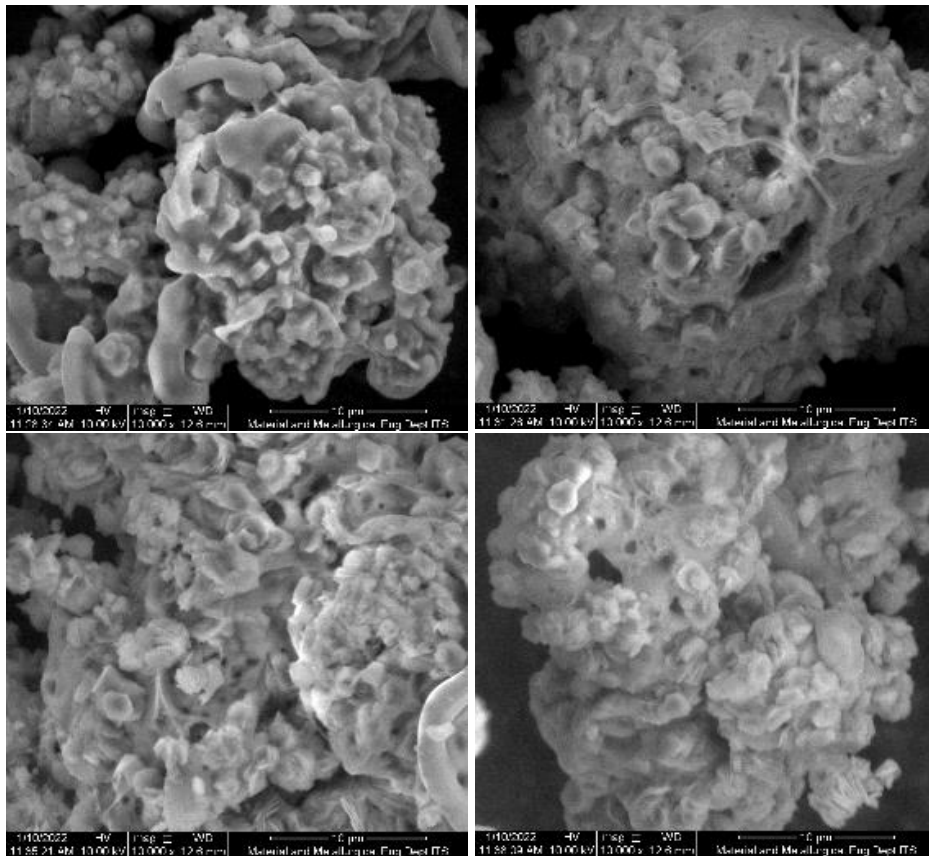
**c. Suhu 160**



Gambar L.6.2.c Karakterisasi ZSM-5 prekursor silika gel suhu 160°C

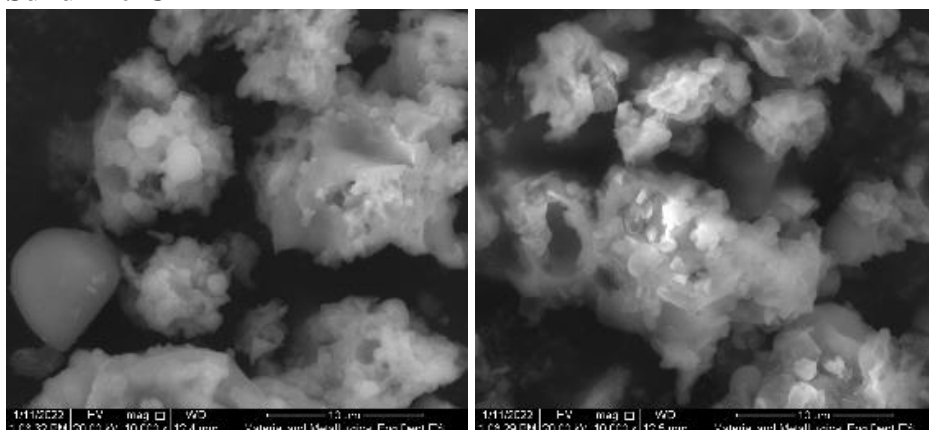
### 3. Sintesis ZSM-5 Variasi Suhu Kristalisasi Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS

#### a. Suhu 120°C

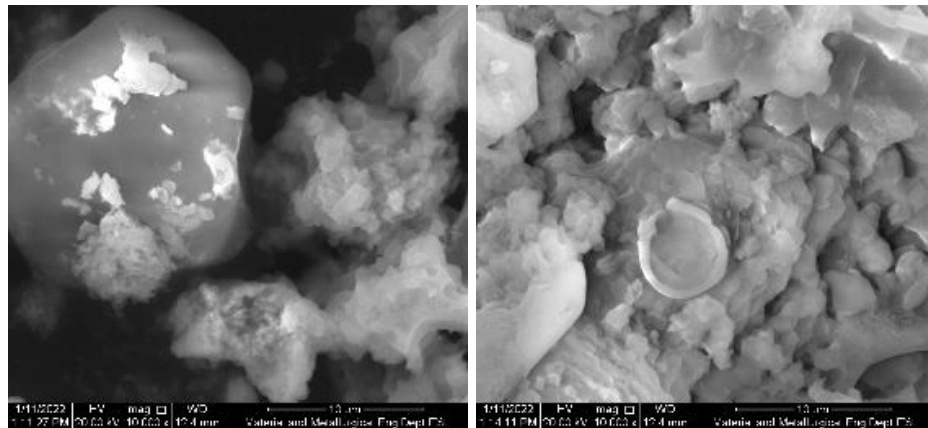


Gambar L.6.3.a Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 120°C

#### b. Suhu 140°C

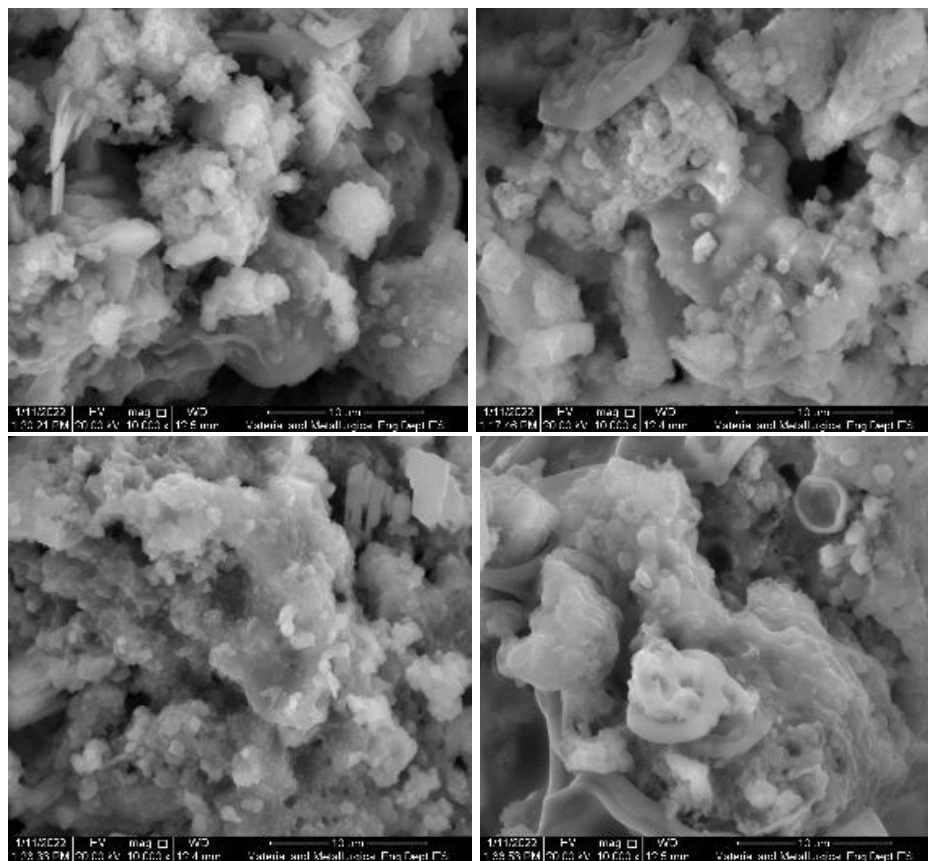




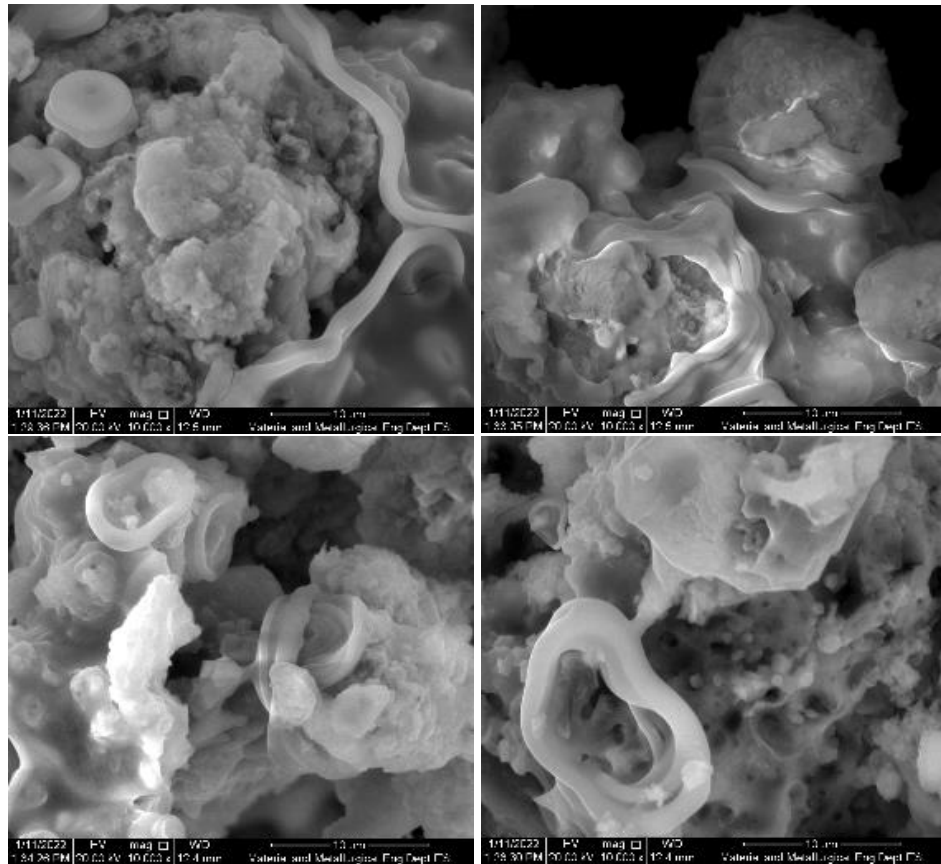


Gambar L.6.3.b Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 140°C

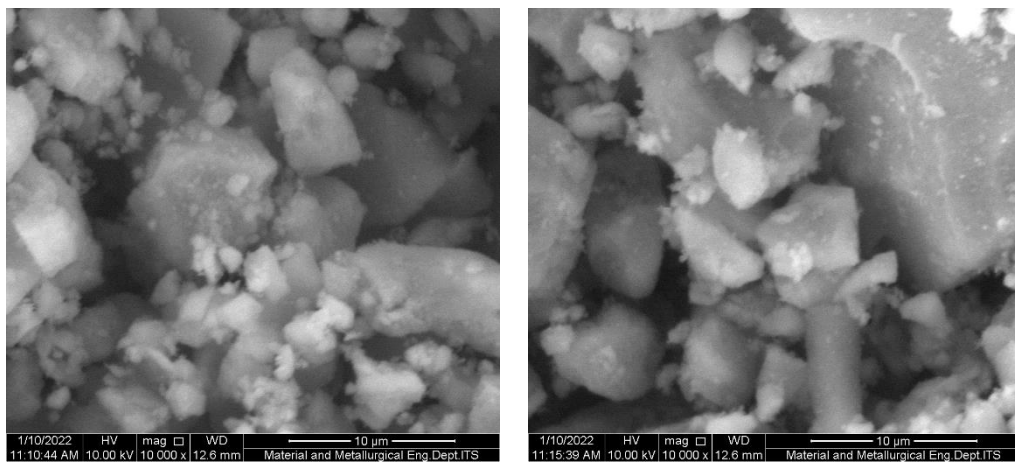
**c. Suhu 160°C**

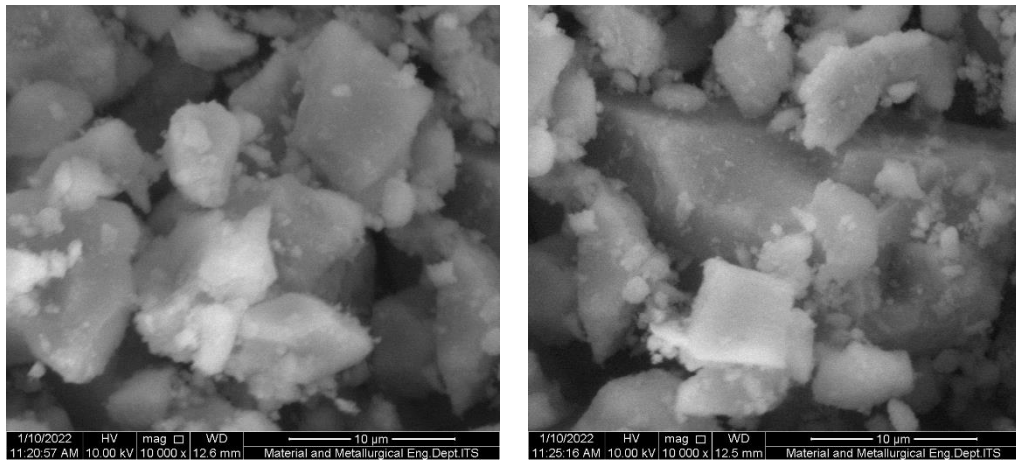


Gambar L.6.3.c Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 160°C

**d. Suhu 180°C**

Gambar L.6.3.d Hasil karakterisasi ZSM-5 prekursor TEOS suhu 180°C

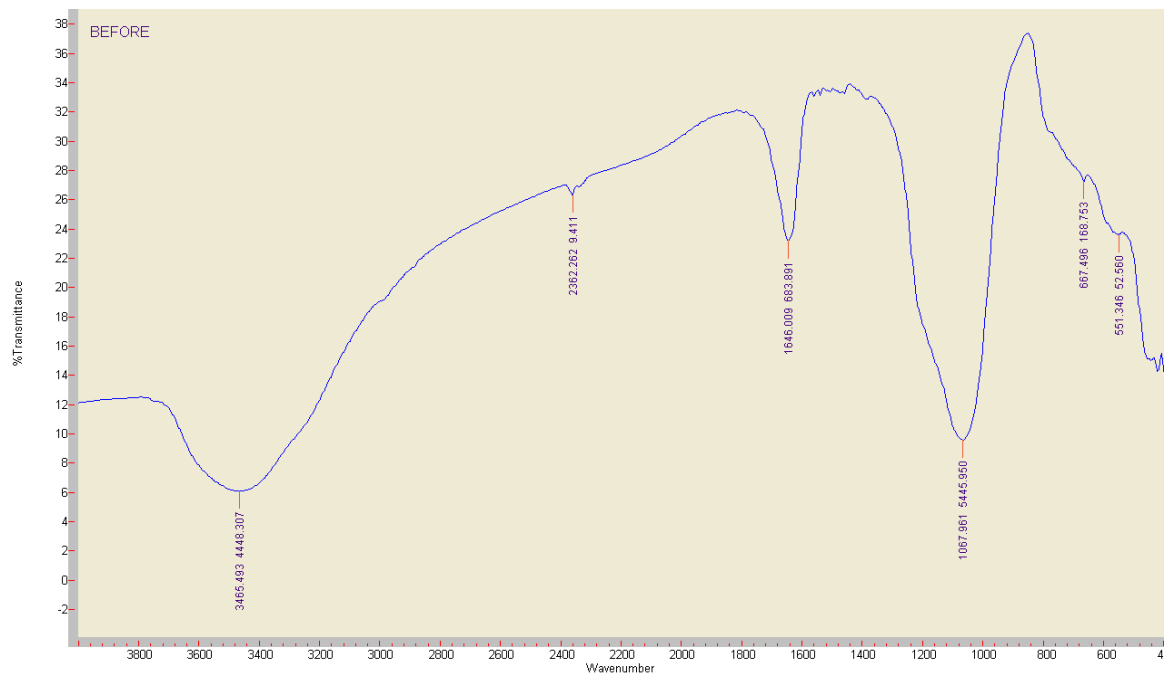
**4. Sintesis ZSM-5 dengan Metode hidrotermal**



Gambar L.6.4 Hasil citra SEM produk ZSM-5 dengan metode hidrotermal

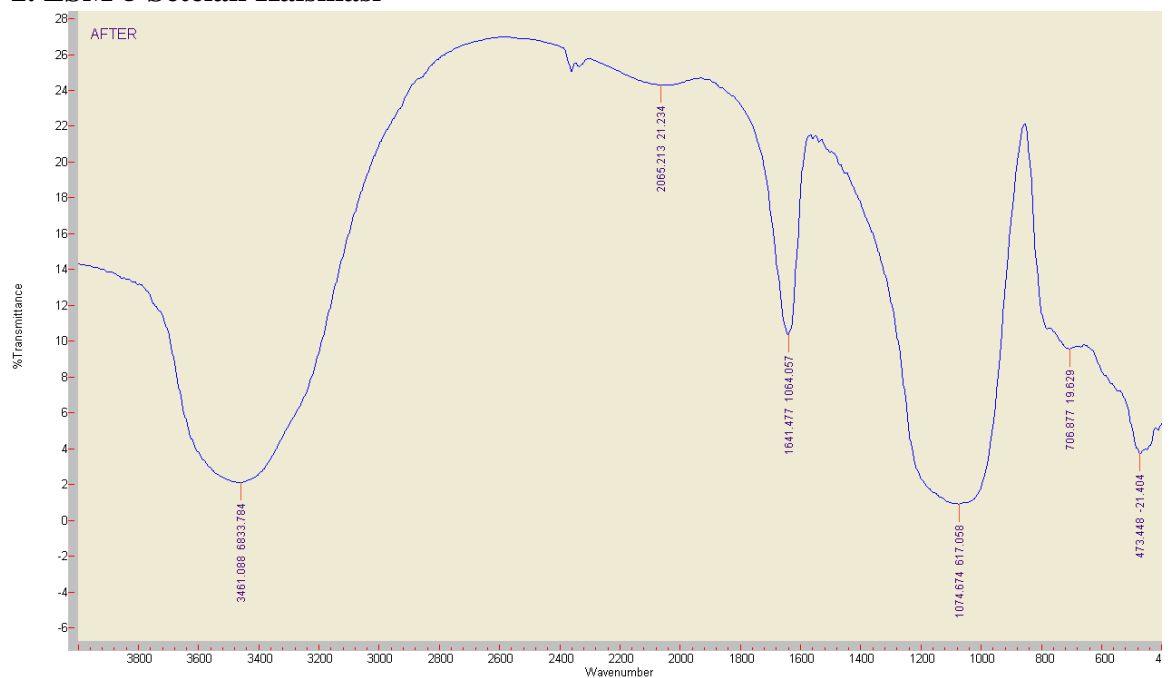
## Lampiran 7: Hasil Karakterisasi FTIR

### 1. ZSM-5 Sebelum Kalsinasi



Gambar L.7.1 FTIR ZSM-5 sebelum kalsinasi

### 2. ZSM-5 Setelah Kalsinasi



Gambar L.7.2 FTIR ZSM-5 setelah kalsinasi

## Lampiran 8: Perhitungan dan Analisis Data

### L.8.1. Analisis Ukuran Kristal ZSM-5 Metode Hidrotermal Berdasarkan data XRD

Ukuran Kristal ZSM-5 dapat dihitung melalui Persamaan *Debye-Scherrer* sebagai Berikut

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

Diketahui:

D = Ukuran Kristal

K = Konstanta (0.9)

$\lambda$  = Panjang gelombang radiasi (0.154060nm)

$\beta$  = integrasi luas puncak refleksi (FWHM) = 0.09

$\theta$  = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi = ( $2\theta = 23.6197$ ,  $\theta = 11.80985$ )

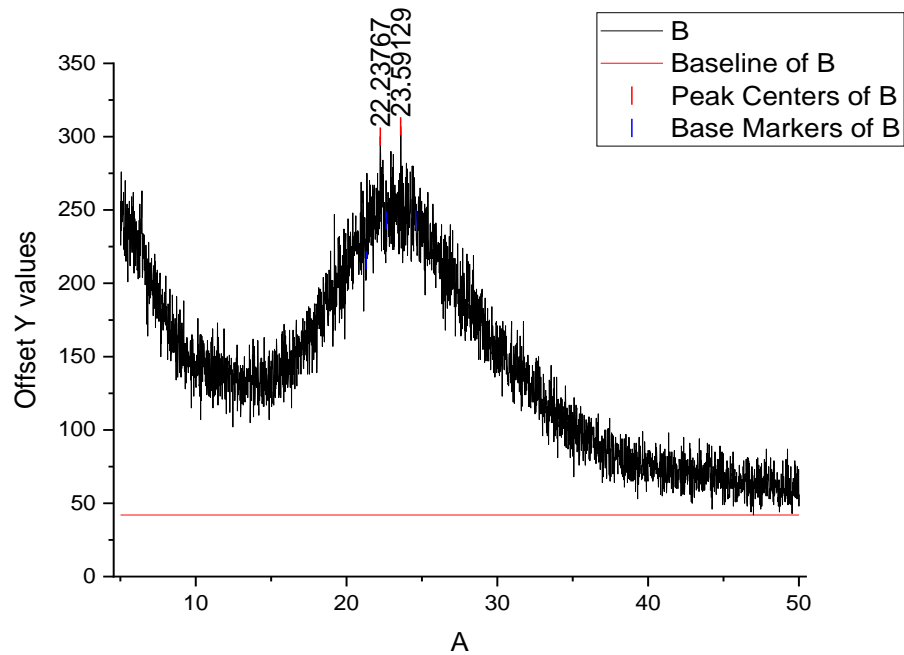
Dijawab:

$$\beta = \frac{0.09}{180} \times 3.142 = 0.001571$$

$$\begin{aligned} D &= \frac{0.9 \times 0.154060 \text{ nm}}{0.001571 \cos 11.80985} \\ &= \frac{0.138654}{0.00153774541} \\ &= 90.167 \text{ \AA} \end{aligned}$$

Berdasarkan perhitungan *Debye-Scherrer*, maka ukuran Kristal ZSM-5 yang disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal adalah 90.167 Å.

### L.8.2. Analisis Kristalinitas ZSM-5 yang disintesis dengan Metode Hirotermal



Gambar L.8.2 Hasil XRD ZSM-5

Tabel L.8.1 Derajat kristalinitas ZSM-5

Index	Area	AreaIntgP(%)	Row Index	Beginning X	Ending X	FWHM	Center	Height
<b>LUAS AREA KRISTALIN</b>								
1	273.1541	6.05622	1032	21.30184	22.63874	1.32019	22.23767	258
2	403.0424	8.93603	1113	22.63874	24.59396	1.93851	23.59129	265
TOTAL	676.1964							
<b>LUAS TOTAL</b>								
1	4510.305	100	1113	5.00836	50.0118	6.66048	23.59129	265
<b>% KRISTALINITAS = (LUAS AREA KRISTALIN / LUAS TOTAL) X 100</b>								14.99226