

**SINTESIS ZSM-5 TANPA PELARUT DENGAN VARIASI WAKTU  
KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
ARIEF TRI ATMAJAYA  
NIM. 18630087**



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

**SINTESIS ZSM-5 TANPA PELARUT DENGAN VARIASI WAKTU  
KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
ARIEF TRI ATMAJAYA  
NIM. 18630087**

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

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

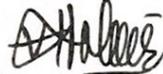


**SINTESIS ZSM-5 TANPA PELARUT DENGAN VARIASI WAKTU  
KRISTALISASI**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ARIEF TRI ATMAJAYA**  
NIM. 18630087

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan  
Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan untuk Memperoleh Gelar Sarjana  
Sains (S.Si)  
Tanggal: 5 Desember 2022

<b>Penguji Utama</b>	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....  .....)
<b>Ketua Penguji</b>	: Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009	(.....  .....)
<b>Sekretaris Penguji</b>	: Susi Nurul Khalifa, M.Si NIP. 19851020 201903 2 012	(.....  .....)
<b>Anggota Penguji</b>	: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc NIDT. 19900906 20180201 2 239	(.....  .....)

Mengesahkan,  
Ketua Program Studi

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

## PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Arief Tri Atmajaya

NIM : 18630087

Program Studi : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Sintesis ZSM-5 Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu Kristalisasi”

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

Malang, 17 November 2022

Yang membuat pernyataan,



Arief Tri Atmajaya  
NIM. 18630087

**MOTTO**

**“The only true wisdom is in knowing you know nothing”**

**- Socrates**

## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. atas segala limpahan rahmat nikmat dan karunia-Nya. Naskah skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua tercinta, Ayah dan Ibu. Terima kasih atas doa yang selalu dipanjatkan demi keselamatan diri dan kelancaran urusan saya. Nasehat dan semangat yang tak pernah henti untuk membuat saya selalu yakin, percaya diri, dan berusaha yang terbaik dalam segala urusan. Terima kasih atas semua kasih sayang dan keringat yang selalu dicurahkan demi saya hingga saat ini, semoga Allah memberikan keberkahan di dalamnya, Aamiin. Teruntuk Mas Frendy, Mbak Eka, Mbak Siska, Salwa, serta seluruh keluarga besar, terima kasih atas doa, nasehat dan dukungannya.

Tak lupa, saya sampaikan terima kasih kepada sahabat dan teman-teman saya, grup “Sobat Misquen Menuju Rich” (Mpit, Santi, Rofiqhur, Jek, Kikik), “Roasted” (Jek, Ode, Dita), “Kelompok 11 Filsafat” (Rofiqhur dan Hafis), “Galaksi Family” (Ali, Fahmi, Mamang, Habib, Ahong, Juju, Anis, Aldi, Arip, Ndamen, Afida, Ajes, Enji, Wildan, Ica, nita, nazar, rosa, dll), “LGW MLG” (Abiel, Ucil, Rayyan, Asrori, Apip, Kemal), serta rekan sepembimbing kimia (Saidun, Rara, Rina), yang mau direpotkan dalam segala hal, yang selalu memberi doa, semangat, canda tawa, kebersamaan dan semua kenangan indah. Semoga kita selalu tertaut meski terpisah jarak dan waktu.

*Last but not least, I wanna thank me, I wanna thank me for believing in me, I wanna thank me for doing all this hard work, I wanna thank me for having no days off, I wanna thank me for never quitting. Jadilah, maka terjadilah.*

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah Swt. atas segala limpahan rahmat nikmat dan karunia-Nya. Shalawat serta salam kita aturkan kepada baginda kita yakni Nabi Muhammad saw. yang telah memberikan suri tauladan kepada umatnya, sehingga dalam proses penulisan skripsi ini tidak terlepas dari nilai-nilai kehidupan yang menjadikan Allah Swt. sebagai tujuan, sebagaimana yang telah diajarkan oleh Rasulullah saw. 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 saw. Aamiin.

Skripsi ini dibuat untuk memenuhi syarat kelulusan guna mendapatkan gelar sarjana sains. Skripsi 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. Prof. Dr. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Rachmawati Ningsih, M.Si. selaku Ketua Prodi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

4. Dosen pembimbing utama Susi Nurul Khalifah, M.Si, karena atas bimbingan, pengarahan, dan kesabarannya penulisan skripsi ini dapat terselesaikan.
5. Dosen Pembimbing agama Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc yang telah membimbing, memotivasi, dan mengarahkan penulis.
6. Seluruh dosen jurusan kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang memberikan ilmu, pengetahuan, pengalaman, dan wawasan kepada penulis.
7. Laboran jurusan kimia, Bu Rika, Bu Susi, Bu Is, Bu Mei, Mas Abi, Mas Royyan, dan Pak Taufik yang telah banyak membantu penulis selama proses penelitian.
8. Seluruh pihak yang berkontribusi dalam penulisan skripsi ini yang penulis tidak mampu menyebutkan satu per satu.

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

Malang, 17 November 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PERSETUJUAN .....	ii
HALAMAN PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN.....	iv
MOTTO .....	v
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	vi
KATA PENGANTAR .....	vii
DAFTAR ISI .....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL .....	xii
DAFTAR LAMPIRAN .....	xiii
ABSTRAK .....	xiv
ABSTRACT .....	xv
المخلص .....	xvi
<b>BAB I: PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	5
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Masalah .....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	6
1.5.1 Bagi Penulis .....	6
1.5.2 Bagi Masyarakat dan Pembaca .....	6
<b>BAB II: TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>8</b>
2.1 Zeolit .....	8
2.2 Sintesis ZSM-5 .....	14
2.3 Karakterisasi .....	19
2.3.1 Karakterisasi Menggunakan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD) .....	19
2.3.2 Karakterisasi Menggunakan <i>Scanning Electron</i> <i>Microscopy</i> (SEM).....	21
<b>BAB III: METODE PENELITIAN.....</b>	<b>22</b>
3.1 Waktu dan Tempat Praktikum .....	22
3.2 Alat dan Bahan .....	23
3.2.1 Alat .....	23
3.2.2 Bahan .....	23
3.3 Rancangan Penelitian .....	23
3.4 Tahapan Penelitian .....	25
3.5 Prosedur Penelitian.....	25
3.5.1 Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor silika gel ...	25
3.5.2 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS.....	26
3.5.3 Sintesis ZSM-5 dengan penambahan aquades menggunakan prekursor TEOS .....	26

3.5.4 Sintesis ZSM-5 metode penggerusan menggunakan prekursor TEOS dengan aquades variasi waktu kristalisasi .....	27
3.5.5 Karakterisasi .....	27
3.5.5.1 Karakterisasi menggunakan XRD ( <i>X-Ray Diffraction</i> ).....	27
3.5.5.2 Karakterisasi menggunakan SEM ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> ) .....	27
3.6 Analisis Data .....	28
<b>BAB IV: HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>29</b>
4.1 Karakteristik Silika Gel .....	29
4.2 Struktur ZSM-5 Hasil Sintesis dengan Metode Penggerusan .....	31
4.2.1 Pengaruh prekursor silika dan penambahan aquades terhadap sintesis ZSM-5 .....	31
4.2.2 Pengaruh waktu kristalisasi pada sintesis ZSM-5 dengan prekursor TEOS .....	36
<b>BAB V: PENUTUP .....</b>	<b>43</b>
5.1 Kesimpulan .....	43
5.2 Saran .....	43
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>44</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>47</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Kerangka Zeolit.....	9
Gambar 2.2 (a) Pentasil Unit [5 <sup>8</sup> ] dan (b) Pentasil Chain .....	11
Gambar 2.3 Struktur ZSM-5 .....	12
Gambar 2.4 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Rasio TPA/Si.....	15
Gambar 2.5 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Waktu <i>Aging</i> .....	16
Gambar 2.6 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Waktu Kristalisasi .....	17
Gambar 2.7 Hasil SEM Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Waktu Kristalisasi .....	17
Gambar 2.8 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Suhu Kristalisasi.....	18
Gambar 2.9 Hasil XRD dari ZSM-5 .....	20
Gambar 2.10 Morfologi ZSM-5 diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 10.000 kali sampel ZSM-5 .....	21
Gambar 4.1 Reaksi hidrolisis .....	29
Gambar 4.2 Perbandingan sampel SiO <sub>2</sub> dengan SiO <sub>2</sub> amorf, SiO <sub>2</sub> kristal dan NH <sub>4</sub> Cl .....	31
Gambar 4.3 Proses pembentukan kristal ZSM-5 menggunakan <i>Structure Directing-agent</i> .....	32
Gambar 4.4 Proses penghilangan <i>Structure Directing-Agent</i> .....	33
Gambar 4.5 Difaktogram pengaruh prekursor pada sintesis ZSM-5 menggunakan (A) Prekursor TEOS dengan penambahan aquades tanpa penggerusan; (B) Prekursor TEOS tanpa penambahan aquades dengan penggerusan; (C) Prekursor silika gel dengan penggerusan .....	34
Gambar 4.6 Transfer proton antara Si dengan Al yang dimediasi dengan Air ...	35
Gambar 4.7 Difaktogram pengaruh waktu kristalisasi pada sintesis ZSM-5 (D) Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 48 jam waktu kristalisasi (E) Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 24 jam waktu kristalisasi (F) Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 12 jam waktu kristalisasi .....	37
Gambar 4.8 Hubungan antara waktu kristalisasi dengan kristalinitas .....	39
Gambar 4.9 Hasil citra SEM produk dengan variasi waktu kristalisasi.....	40
Gambar 4.10 Ukuran salah satu partikel ZSM-5 .....	40

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Jadwal Kegiatan Penelitian .....	22
Tabel 3.2 Rincian sampel pada setiap variasi sintesis ZSM-5 .....	24

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Tahapan Penelitian .....	47
Lampiran 2. Diagram Alir Percobaan .....	48
Lampiran 3. Perhitungan Kimia .....	52
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi XRD .....	53
Lampiran 5. Data XRD Standart .....	59
Lampiran 6. Hasil Karakterisasi SEM .....	62
Lampiran 7. Perhitungan Ukuran Kristal ZSM-5 .....	67
Lampiran 8. Perhitungan Kristalinitas ZSM-5 .....	68

## ABSTRAK

Atmajaya, A. T. 2022. **Sintesis ZSM-5 Tanpa Pelarut dengan Variasi Waktu 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: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

---

**Kata Kunci:** ZSM-5, Tanpa Pelarut, Waktu Kristalisasi, TEOS

ZSM-5 merupakan salah satu jenis zeolit dengan kadar silika yang tinggi dengan rasio mol Si/Al antara 10-1000. ZSM-5 dapat disintesis dengan prekursor silika gel dari TEOS maupun prekursor TEOS secara langsung sebagai sumber silika dan natrium aluminat sebagai sumber alumina. Metode yang digunakan adalah metode sintesis bebas pelarut. ZSM-5 disintesis menggunakan metode penggerusan dengan prekursor silika gel dan TEOS. Sintesis ZSM-5 dilakukan dengan metode penggerusan menggunakan prekursor TEOS dan sedikit air variasi waktu kristalisasi 12, 24, dan 48 jam. Karakterisasi dilakukan menggunakan XRD untuk mengetahui terbentuknya ZSM-5 dan menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi sampel.

Sintesis ZSM-5 yang telah dilakukan mendapat hasil bahwa prekursor silika gel kurang efektif dibandingkan dengan menggunakan TEOS secara langsung. Air dan penggerusan sangat mempengaruhi terbentuknya kristal ZSM-5 yang ditandai dengan munculnya *peak* khas ZSM-5 pada difaktogram. Sintesis ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi 12, 24, dan 48 jam memberikan hasil yang sesuai dengan teori yaitu semakin meningkatnya waktu kristalisasi maka prekursor semakin mudah untuk bereaksi sehingga terbentuk kristal ZSM-5 dengan kristalinitas 0%, 3,07%, dan 27,38%.

## ABSTRACT

Atmajaya, A. T. 2022. **Synthesis of Zsm-5 Without Solvent With Variation of Crystallization Time**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I: Susi Nurul Khalifah, M.Si; Advisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc.

---

**Keywords:** ZSM-5, Free-Solvent, Crystallization Time, TEOS

ZSM-5 is a type of zeolite with high silica content with a Si/Al mole ratio between 10-1000. ZSM-5 can be synthesized with silica gel precursor from TEOS or TEOS precursor directly as silica source and sodium aluminate as alumina source. The method used is a solvent-free synthesis method. ZSM-5 was synthesized using the grinding method with silica gel and TEOS precursors. Synthesis of ZSM-5 was carried out by grinding method using TEOS precursor and a little water with variations of crystallization time of 12, 24 and 48 hours. Characterization was carried out using XRD to determine the formation of ZSM-5 and using SEM to determine sample morphology.

The ZSM-5 synthesis that has been carried out shows that the silica gel precursor is less effective than using TEOS directly. Water and grinding greatly affect the formation of ZSM-5 crystals which are indicated by the appearance of a typical ZSM-5 peak on the difactogram. Synthesis of ZSM-5 with variations of crystallization time of 12, 24, and 48 hours gave results in accordance with the theory, namely the increasing crystallization time, the easier the precursor to react to form ZSM-5 crystals with crystallinities of 0%, 3.07%, and 27.38%.

## الملخص

أتمجاييا ، أ. ت. ٢٠٢٢. تركيب ZSM-5 بدون مذيب مع اختلاف وقت التبلور. البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأول: سوسي نور الخليفة، الماجستير؛ المشرفة الثاني: لؤلؤة حميدة العليا، الماجستير.

الكلمات الرئيسية: ZSM-5، بدون مذيب، وقت التبلور، TEOS

ZSM-5 هو نوع من زيوليت يحتوي على نسبة عالية من السيليكات مع نسبة المول Si/Al بين ١٠-١٠٠٠. يمكن تركيب ZSM-5 مع سلائف هلام السيليكات من رباعي إيثيل أورثو السيليكات (TEOS) وكذلك سلائفه مباشرة كمصدر للسيليكات وألومينات الصوديوم كمصدر للألومينا. الطريقة المستخدمة هي طريقة تركيب خالية من المذيبات. تم تركيب ZSM-5 باستخدام طريقة الطحن مع سلائف السيليكات وهلامها. بالإضافة إلى اختلاف طفيف في الماء في وقت التبلور لمدة ١٢ و ٢٤ و ٤٨ ساعة. تم إجراء التوصيف باستخدام XRD لتحديد تكوين ZSM-5 واستخدام SEM لتحديد مورفولوجيا العينة. أن تركيب ZSM-5 الذي تم تنفيذه يؤدي إلى أن سلائف هلام السيليكات أقل فعالية من استخدام رباعي إيثيل أورثو السيليكات مباشرة. يؤثر الماء والطحن بشكل كبير على تكوين بلورات ZSM-5 التي تتميز بظهور قمة ZSM-5 نموذجية على مخطط الفعل. أعطى تركيب ZSM-5 مع اختلاف وقت التبلور من ١٢ و ٢٤ و ٤٨ ساعة نتائج وفقا للنظرية ، أي أنه كلما زاد وقت التبلور، كان من الأسهل تفاعل السلائف بحيث تتشكل بلورات ZSM-5 مع تبلور ٠% و ٣.٠٧% و ٢٧.٣٨%.

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat yang tersusun dari atom silikon dan aluminium dengan struktur tetrahedral yang dihubungkan oleh oksigen dengan kation penyeimbang muatan natrium  $[\text{Na}_x\text{Al}_x\text{Si}_{(n-x)}\text{O}_{2n} \cdot m\text{H}_2\text{O}]$ . Zeolit tersusun dalam struktur tiga dimensi dan mengandung pori-pori dalam urutan dimensi molekul (0,3-2 nm). Terdapat banyak zeolit yang disintesis secara komersial dengan berbagai rasio Si/Al dengan struktur dan ukuran pori yang berbeda sehingga dapat mempengaruhi sifat katalitiknya. Zeolit dapat digunakan dalam berbagai aplikasi katalitik dan pemisahan karena memiliki luas permukaan yang tinggi sekitar  $300\text{-}400 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ , stabilitas termal hingga lebih dari  $500 \text{ }^\circ\text{C}$ , dan situs permukaan reaktif yang dapat disesuaikan (Nada *et al.*, 2019).

ZSM-5 merupakan penyaring molekular aluminosilikat tipe MFI yang pertama kali dijelaskan oleh Mobil Company pada awal 1970-an, dan digunakan sebagai katalis industri petrokimia. Zeolit ZSM-5 memiliki lima cincin dan dicirikan dengan struktur berpori tiga dimensi yang unik, memiliki rasio silika-alumina yang tinggi, serta sifat pilofilik dan hidrofobik. Zeolit ZSM-5 biasanya disintesis melalui rute hidrotermal, solvotermal, dan ionotermal dalam autoklaf tertutup yang membutuhkan pelarut dalam jumlah besar seperti air, alkohol, dan cairan ionik. Namun, prinsip sintesis tersebut dapat menimbulkan masalah keamanan lingkungan seperti tekanan autogeneus tinggi, efisiensi energi yang rendah dan pembentukan limbah yang menyebabkan pencemaran (Fu *et al.*, 2020).

Pencemaran lingkungan merupakan salah satu perbuatan yang dapat merusak bumi yang kita tinggali. Perbuatan merusak bumi telah dilarang oleh Allah Swt. sebagaimana firman Allah Swt. pada surah Al-Baqarah ayat 11:

وَإِذَا قِيلَ لَهُمْ لَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ قَالُوا إِنَّمَا نَحْنُ مُصْلِحُونَ - ١١

Artinya: “Dan apabila dikatakan kepada mereka, “Janganlah berbuat kerusakan di bumi!” Mereka menjawab, “Sesungguhnya kami justru orang-orang yang melakukan perbaikan.””(Q.S. al-baqarah: 11).

Pada tafsir Ibnu Katsir, dikatakan oleh Ar-Rabi’ bin Anas, Qatadah, dan Ibnu Juraij, dari Mujahid, ia mengatakan: Mereka sedang berbuat maksiat kepada Allah, lalu dikatakan kepada mereka, “Janganlah kalian melakukan ini dan itu.” Maka mereka pun menjawab, “Sesungguhnya kami berada pada jalan hidayah dan kami pun sebagai orang yang mengadakan perbaikan.” (Katsir, 2004). Tafsir Ath-Thabari menguraikan bahwa yang dimaksud dengan membuat kerusakan di muka bumi adalah melakukan apa yang dilarang oleh Allah dan meninggalkan apa yang diperintahkan-Nya (Ath-Thabari, 2007). Salah satu perbuatan yang dapat menyebabkan kerusakan di bumi dan merupakan perbuatan yang dilarang oleh Allah adalah pencemaran lingkungan.

Pada masalah tersebut, metode bebas pelarut dapat menjadi rute alternatif yang berguna untuk mensistesis zeolit berkualitas tinggi dan ramah lingkungan. Pendekatan konvensional untuk mensintesis zeolit, seperti proses hidrotermal, solvotermal, dan ionotermal, biasanya melibatkan kondisi reaksi yang menggunakan energi tinggi. Metode ini juga memiliki kelemahan pencemaran lingkungan karena menghasilkan limbah, kebutuhan energi yang tinggi, dan masalah keamanan karena tekanan reaksi yang tinggi. Proses sintesis hidrotermal

tradisional seringkali membutuhkan penggunaan sejumlah besar pelarut (misalnya, air dan etanol), yang sering menghasilkan kristalisasi zeolit yang tidak sempurna dengan hasil 80% atau kurang. Hasil tersebut meninggalkan sejumlah besar limbah cair beracun yang mengandung alkali, silikat dan aluminat, yang tidak hanya meningkatkan total biaya untuk pemisahan, tetapi juga mengakibatkan masalah kesehatan dan pencemaran lingkungan. Namun metode bebas pelarut memiliki beberapa keunggulan dibandingkan dengan metode sintesis konvensional yaitu dapat meminimalisir penggunaan bahan karena tidak menggunakan pelarut tambahan, pengurangan polutan, penggunaan energi yang efisien, menghilangkan produksi air limbah, dan proses yang cepat karena hanya melibatkan penggerusan dan kristalisasi pada suhu tinggi yang membuat proses tersebut lancar (Li *et al.*, 2017; Jia *et al.*, 2018; Javed *et al.*, 2020) .

Zeolit merupakan salah satu bahan kristalin mikropori aluminosilikat yang memiliki beberapa sifat tertentu, seperti keasaman yang kuat, pertukaran ion dan selektivitas bentuk, dan telah banyak digunakan sebagai katalis industri dan adsorben. Dibandingkan dengan metode hidrotermal tradisional, yang melibatkan proses dan reaksi sol-gel pada suhu tinggi dan tekanan tinggi, transformasi silikat padat atau gel aluminosilikat menjadi zeolit dianggap lebih efisien dan selektif. *Dry Gel Conversion* (DGC) adalah contoh pertama dari reaksi keadaan padat untuk sintesis zeolit, yang mencakup dua rute penting yaitu *Vapo-phase Transport* (VPT) dan *steam-assisted conversion* (SAC). Sebenarnya, proses sol-gel adalah langkah kunci pertama dalam DGC untuk mendapatkan gel kering aktif dengan dehidrasi, dan uap pada suhu tinggi diperlukan untuk menginduksi kristalisasi gel kering, terutama karena air dapat sangat mempromosikan hidrolisis dan penataan

ulang prekursor silikon dan aluminium untuk membentuk kerangka zeolit. Oleh karena itu, DGC pada prinsipnya bukanlah metode sintesis bebas pelarut yang sebenarnya. Air dalam gel basah dan produk akhir zeolit harus dihilangkan untuk mendapatkan bubuk kering, sehingga beberapa limbah yang mengandung *template* organik atau NaOH mau tidak mau diproduksi dalam sintesis DGC (Luo, 2017).

Proses sintesis ZSM-5 dengan bebas pelarut dipengaruhi oleh waktu kristalisasi. Penelitian terdahulu memberikan asumsi bahwa lama waktu kristalisasi dapat mempengaruhi hasil dari sintesis ZSM-5. Nada *et al.* (2019) telah mensintesis ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi 4 jam, 6 jam, 10 jam, 18 jam, dan 22 jam pada suhu 180 °C dengan metode penggerusan. Identifikasi dilakukan menggunakan XRD dan menghasilkan asumsi bahwa produk ZSM-5 terbentuk pada waktu 6 jam, 10 jam, 18 jam, dan 22 jam sesuai dengan difaktogram ZSM-5. Nada *et al.* (2019) melanjutkan penelitiannya dengan melakukan sintesis zeolit ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi 24 jam, 48 jam, dan 72 jam pada suhu 180 °C dan memperoleh asumsi bahwa pada 24 jam terbentuk kristalinitas relatif produk sebesar 68%. Sedangkan pada 48 jam dan 72 jam terbentuk kristalinitas relatif produk sebesar 95% dan 93% masing-masing. Prasetyoko *et al.* (2010) juga melakukan sintesis ZSM-5 dengan variasi waktu 12 jam, 24 jam, 48 jam, dan 96 jam dengan suhu 150 °C dengan metode hidrotermal yang memperoleh asumsi pada waktu 12 jam tidak terbentuk ZSM-5. Pada waktu 12 jam menuju 24 jam terjadi pertumbuhan ZSM-5 yang sangat cepat. Namun, pada waktu 24 jam hingga 96 jam pertumbuhan hanya terjadi secara konstan. Karimi *et al.* (2012) melakukan sintesis ZSM-5 dengan variasi waktu 0 jam, 72

jam, 96 jam, dan 120 jam menggunakan suhu 175 °C dengan metode hidrotermal yang memperoleh asumsi pada waktu 0 jam tidak terbentuk ZSM yang ditandai dengan tidak munculnya *peak* khas ZSM-5 di dalam hasil XRD. Namun, pada waktu 72 jam, 96 jam, dan 120 jam muncul *peak* khas ZSM-5 yang menandakan bahwa ZSM-5 telah terbentuk. Pada waktu 0 jam tidak terdapat kristalinitas, sedangkan pada waktu 72 jam, 96 jam, dan 120 jam diperoleh persentasi kristalinitas sebesar 73%, 87%, dan 96% masing-masing.

Penelitian yang telah dilakukan menunjukkan bahwa waktu kristalisasi dapat mempengaruhi pembentukan kristal ZSM-5. Sehingga pada penelitian sintesis zeolit ZSM-5 ini menggunakan metode bebas pelarut (*solvent free*) dengan variasi waktu kristalisasi variasi 24 jam, 48 jam, dan 72 jam dengan reaktan yang digunakan adalah tetraetil ortosilikat (TEOS) sebagai sumber silikon (Si) yang diubah terlebih dahulu menjadi silika gel dan sodium aluminat ( $\text{NaAlO}_2$ ) sebagai sumber aluminium (Al). Hasil kristal zeolit tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan kemurnian ZSM-5 serta SEM (*Scanning Electron Microscopy*) untuk mengetahui morfologi dan topografi dari sampel.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan, rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakter hasil sintesis ZSM-5 tanpa pelarut (*solvent free*) dengan variasi waktu kristalisasi ?

### 1.3 Tujuan

Tujuan pada penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter hasil sintesis ZSM-5 tanpa pelarut (*solvent free*) dengan variasi waktu kristalisasi.

### 1.4 Batasan Masalah

1. Sumber silica yang digunakan dalam sintesis zeolit ZSM-5 berasal dari tetraetil ortosilikat.
2. Sumber Aluminium yang digunakan dalam sintesis zeolit ZSM-5 berasal dari sodium aluminat.
3. Parameter yang digunakan adalah variasi waktu kristalisasi 12;24; dan 48 jam
4. Karakterisasi yang digunakan pada hasil sintesis zeolit adalah XRD, 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 sintesis dan karakterisasi zeolit ZSM-5 dari tetraetil ortosilikat dan sodium aluminat selama proses penelitian.

#### 1.5.2 Bagi Masyarakat dan Pembaca

Dapat memberikan informasi tentang proses sintesis zeolit ZSM-5 seperti:

1. Mengetahui proses sintesis zeolit ZSM-5 melalui metode bebas pelarut.

2. Mengetahui waktu kristalisasi optimal dalam proses sintesis zeolit ZSM-5 melalui metode bebas pelarut.

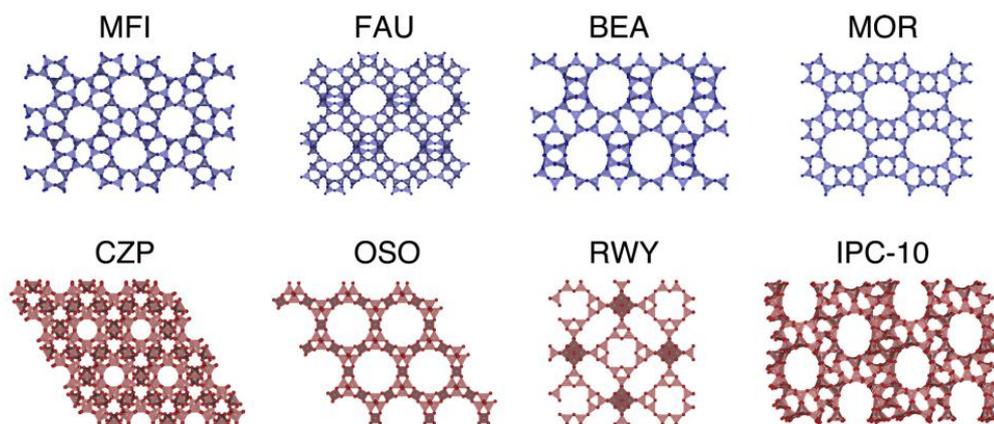
## **BAB II TINJAUAN PUSTAKA**

### **2.1 Zeolit**

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal alumiosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali atau alkali tanah dalam kerangka tiga dimensinya. Zeolit pertama kali ditemukan pada tahun 1756 oleh Cronstedt, ahli mineral dari Swedia (Happy & Andinar, 2010) yang menggambarkan zeolit sebagai "batu mendidih". Oleh karena itu, kata zeolit berasal dari kata Yunani "zeo" (mendidih) dan "lithos" (batu). Pada tahun 1862, St. Claire Deville mencoba mensintesis zeolit di laboratorium. Namun, sintesis awal yang paling berpengaruh terhadap industri dibuat oleh Milton dan Breck di Union Carbide pada 1950-an. Mereka mengembangkan kristalisasi gel reaktif, yang saat ini dianggap sebagai metode sintesis standar untuk zeolit. Prosedur tersebut mengarah pada penemuan zeolit A dan X yang kaya aluminium (Al). Breck selanjutnya mengklaim penemuan zeolit Y pada tahun 1964. Zeolit Y merupakan bahan yang sangat luar biasa karena banyak digunakan dalam perengkahan katalitik fluida yang merupakan katalis zeolit yang paling banyak dikonsumsi. Pada tahun 1969, ZSM-5, zeolit silika tinggi, disintesis untuk pertama kalinya oleh Argauer dan Landolt. (Zimmermann & Haranczyk, 2016). ZSM-5 luar biasa karena (mungkin) katalis zeolit yang diimplementasikan dalam jumlah terbesar dalam berbagai proses (Liu *et al.*, 2012).

Seiring bertambahnya waktu, banyak jumlah bahan zeolit yang baru dan beberapa di antaranya menunjukkan struktur umum yang sama sehingga hanya berbeda pada komposisinya. Oleh karena itu, muncul kebutuhan untuk

mengkategorikan dan mengelompokkan bahan zeolit yang berbeda sehingga terbentuk konsep kerangka kerja (*framework type*). Jenis kerangka terdiri dari semua bahan yang blok bangunan utamanya (biasanya  $TO_4$  tetrahedral) dihubungkan dengan cara yang sama; yaitu material dengan topologi yang sama. Misalnya, ZSM-5 dan silikat dapat mengasumsikan komposisi yang sangat berbeda ( $Si/Al: 2,7$  vs  $\infty$ ), tetapi keduanya termasuk dalam tipe kerangka kerja MFI. Setiap jenis kerangka diberi kode tiga huruf berdasarkan nama bahan pertama yang memiliki jenis kerangka yang dimaksud. Misalnya, kode MFI berasal dari bahan ZSM-5 karena merupakan singkatan dari “*Zeolite Socony Mobil five*” (Zimmermann & Haranczyk, 2016).



Gambar 2.1 Struktur Kerangka Zeolit (Zimmermann & Haranczyk, 2016)

Banyaknya jumlah zeolit merupakan salah satu hasil dari usaha para ilmuwan dalam mengerjakan tugasnya, yaitu melakukan penelitian. Sebagai seorang ilmuwan sudah menjadi tugas kita untuk melakukan percobaan agar semua orang dapat mempelajari dan memperoleh manfaat dari penelitian yang dilakukan. Allah Swt.

juga memerintahkan kita untuk melakukan percobaan yaitu berfikir yang dijelaskan dalam ayat dibawah ini.

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ - ١٩٠

Artinya: “*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal,*” (Q.S. Al-Imran: 190).

Ayat tersebut menguraikan sekelumit ciptaan Allah serta memerintahkan agar manusia memikirkannya. Hukum-hukum alam yang melahirkan kebiasaan-kebiasaan, pada hakikatnya ditetapkan dan diatur oleh Allah. Salah satu bukti kebenaran hal tersebut adalah mengundang manusia untuk berfikir, karena sesungguhnya dalam penciptaan, yakni kejadian benda-benda angkasa seperti matahari, bulan dan jutaan gugus bintang-bintang yang terdapat di langit atau dalam pengaturan sistem kerja langit yang sangat teliti serta kejadian dan perputaran bumi dan porosnya, yang melahirkan silih bergantinya malam dan siang perbedaannya baik dalam masa, maupun dalam panjang dan pendeknya terdapat tanda-tanda kemahakuasaan Allah bagi ulul albab. Ulul Albab adalah orang-orang yang memiliki akal yang murni, yang tidak diselubungi oleh “kulit”, yakni kabut ide, yang dapat melahirkan kerancuan dalam berpikir (Shihab, 2002). Oleh karena itu, seorang peneliti harus memiliki tujuan yang dapat memberikan manfaat bagi semua orang tanpa adanya tujuan lain demi mencapai keuntungan diri sendiri.

Pada tafsir Ibnu Katsir, Al-Hasan Al-Bashri berkata: “Berpikir sejenak lebih baik dari bangun shalat malam” (Katsir, 2004). Kata tersebut merupakan suatu gambaran besar tentang pentingnya berfikir bagi kita. Bukan berfikir sesuatu yang

tidak penting tetapi berfikir tentang ilmu yang bermanfaat dan berguna bagi orang lain.

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat yang tersusun dari atom silikon dan aluminium dengan struktur tetrahedral yang dihubungkan oleh oksigen dengan kation penyeimbang muatan natrium  $[\text{Na}_x\text{Al}_x\text{Si}_{(n-x)}\text{O}_{2n} \cdot m\text{H}_2\text{O}]$  (Nada *et al.*, 2019). Karakteristik umum dari sebuah zeolit adalah memiliki 3-dimensi, 4-struktur kerangka penghubung dari  $\text{TO}_4$  tetrahedral (unit bangunan dasar), dimana T adalah kation yang terkoordinasi secara tetrahedral ( $\text{T} = \text{Si}$  atau  $\text{Al}$ ). Zeolit digunakan sebagai pengemban karena struktur kristalnya berpori dan memiliki luas permukaan yang besar, tersusun oleh kerangka silika–alumina (Happy & Andinar, 2010).

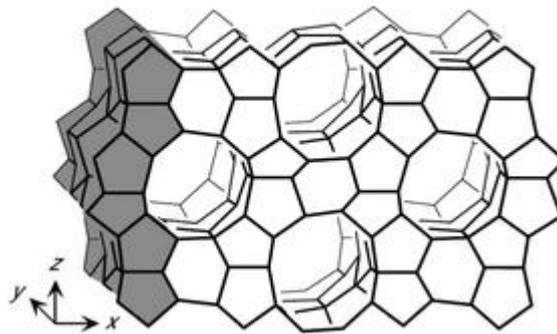
Salah satu tipe kerangka kerja zeolit adalah MFI yang berasal dari bahan ZSM-5  $[\text{Na}_x(\text{H}_2\text{O})_{16}][\text{Al}_x\text{Si}_{96-x}\text{O}_{192}]$ . Struktur kerangka zeolit ZSM-5 dapat dijelaskan dengan sebuah subunit dan kerangka yang berulang. Struktur zeolit ini terdiri dari unit pentasil  $[5^8]$  yang digabungkan sehingga menjadi cincin pentasil.



Gambar 2.2 (a) Pentasil Unit  $[5^8]$  dan (b) Pentasil Chain (Cejka *et al.*, 2007)

Kemudian cerminan dari rantai tersebut dihubungkan dengan jembatan oksigen untuk membentuk lembaran bergelombang dengan lubang 10 cincin (misalnya, lembaran abu-abu tegak lurus terhadap x pada gambar). Setiap lembar

dihubungkan oleh jembatan oksigen ke lembar berikutnya untuk membentuk struktur 3 dimensi. Lembar yang berdekatan terhubung satu sama lain oleh pusat inversi yang menghasilkan saluran 10 cincin lurus sejajar dengan sumbu y, dan saluran 10 cincin sinusoidal tegak lurus dengan sumbu x.



Gambar 2.3 Struktur ZSM-5 (Cejka *et al.*, 2007)

Bukaan pori 10 cincin sangat baik digunakan untuk adsorpsi dan katalisis. Oleh karena itu, ZSM-5 banyak digunakan dalam aplikasi proses kilang dan petrokimia (Cejka *et al.*, 2007).

ZSM-5 mengkristal dalam system ortorombik ideal dengan *space group* Pnma dan konstanta kisi  $a = 20,1$ ;  $b = 19,9$ ; dan  $c = 13,4$  Å. Sel unit-nya mengandung  $\text{Na}_n\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$ , dimana  $n < 27$  dan biasanya sekitar 3. Kepadatan kerangka Si + Al per 1000 Å adalah 17,9 yang dibandingkan dengan 17,2 untuk modernit, 17,3 untuk dachiardite dan 17,7 untuk ferreite (Kokotailo *et al.*, 1978).

Zeolit memiliki beberapa sifat-sifat sebagai berikut (Saputra, 2006).

#### 1. Sifat Katalis

Zeolit sebagai katalis hanya mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi karena mampu menaikkan perbedaan lintasan molekuler dari reaksi yang terjadi. Katalis berpori dengan pori-pori yang sangat kecil akan memuat molekul-molekul kecil tetapi mencegah molekul besar masuk. Zeolit dapat menjadi katalis yang *shape-selective* dengan tingkat transisi selektifitas atau dengan pengeluaran reaktan pada dasar diameter molekul. Zeolit mampu menjadi katalis asam dan dapat digunakan sebagai pendukung logam aktif atau sebagai reagen, serta dapat digunakan dalam katalis oksida.

#### 2. Sifat Pertukaran Ion

Tipe pertukaran ion dilakukan dalam kondisi isotermis. Kondisi isotermis dari empat ion univalen yaitu  $\text{Ag}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Li}^+$ , dan  $\text{Ca}^{2+}$ , menunjukkan variasi dalam kisaran selektifitas yaitu dari selektifitas tinggi untuk  $\text{Ag}^+$  hingga ke rendah untuk  $\text{Li}^+$ , untuk ion seperti  $\text{K}^+$ , nilainya berkisar dari negatif hingga positif. Dalam kasus lain seperti  $\text{Ca}^{2+}$ , isotermis tidaklah menghilangkan batas teoritis dari substitusi yang lengkap pada tingkat yang paling rendah. Tipe isotermis ini dijumpai pada zeolit Y untuk kation yang jarang. Operasi pertukaran ion dapat dilakukan dalam kondisi setimbang. Keseimbangan antara larutan dengan zeolit dinyatakan  $\text{ZaB (Z)zb} + \text{ZbA (S)zb} = \text{ZaB (S)zb} + \text{ZbA (Z)za}$ .

### 3. Sifat Penyerapan dan Penyaringan Ion

Unsur-unsur kimia yang memiliki diameter kinetik yang terlalu besar membuat unsur-unsur kimia ini tidak dapat melewati pori-pori zeolit, sehingga secara efektif unsur-unsur ini tersaring, hal ini kemudian digunakan sebagai separasi molekul berdasarkan atas ukuran dan bentuk. Afinitas dari masing-masing jenis molekul yang dapat tertangkap dalam rongga-rongga yang ada dalam zeolit bergantung pada lingkup elektroniknya. Medan elektrostatik yang kuat yang ada di dalam rongga-rongga zeolit menghasilkan interaksi yang sangat kuat dengan molekul polar seperti air. Molekul nonpolar juga dapat diserap dengan kuat berkaitan dengan tenaga polarisasi dari medan listrik yang ada. Sehingga separasi dapat dilakukan oleh zeolit.

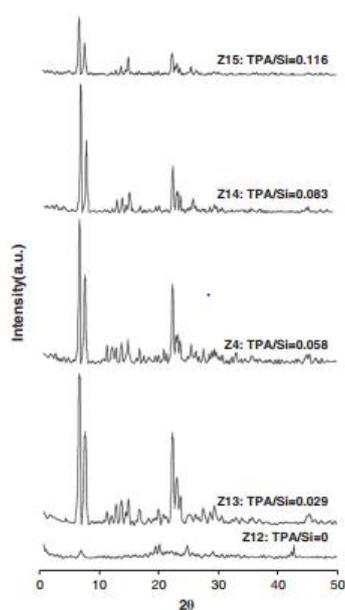
Berdasarkan sifat-sifat yang telah dijelaskan maka zeolit memiliki beberapa manfaat yaitu sebagai penyaring molekul, penukaran ion, penyaring bahan, dan katalisator (Nurropiah *et al.*, 2015).

## 2.2 Sintesis ZSM-5

Sintesis ZSM-5 Tanpa Pelarut Menggunakan Variasi Waktu Kristalisasi pada penelitian kali ini menggunakan sumber Silika yang berasal dari TEOS (Tetraetilorthosilikat) dan menggunakan sumber Aluminium yang berasal dari  $\text{NaAlO}_2$  (Natrium Aluminat). Terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi hasil sintesis ZSM-5 sebagai berikut.

### 1. *Template*

Molekul *template* memainkan peran kunci dalam sintesis zeolit silikat tinggi (MFI). Karimi *et al.* (2012) melakukan sintesis ZSM-5 dengan variasi *template* yang berbeda. Diperoleh hasil bahwa sintesis yang dilakukan tanpa menggunakan *template* tidak memunculkan *peak* khas ZSM-5 pada difaktogram XRD. Sedangkan, sintesis yang dilakukan menggunakan *template* memperoleh hasil XRD yang memunculkan *peak* khas ZSM-5.

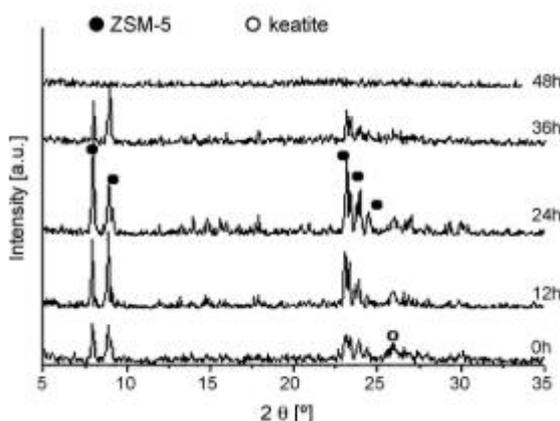


Gambar 2.4 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Rasio TPA/Si (Karimi *et al.*, 2012)

### 2. Waktu *aging*

Waktu *aging* dapat mempengaruhi pola kristalisasi dan sifat Zeolit ZSM-5. Waktu *aging* dalam suatu reaksi dapat memperpendek durasi periode induksi dan seluruh proses kristalisasi, serta perbedaan distribusi

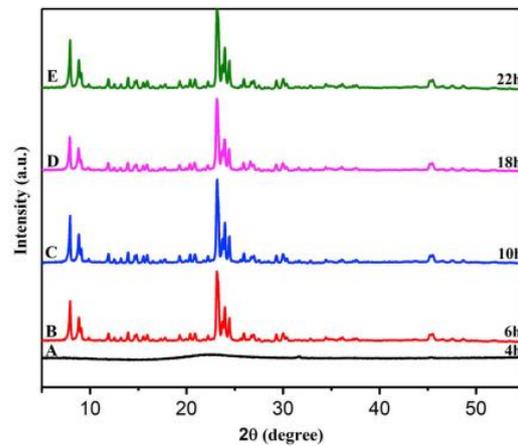
ukuran kristal pada produk akhir menghilang (Alipour *et al.*, 2014). laju kristalisasi dengan *aging* lebih cepat dan kristal lebih kecil daripada tanpa perlakuan *aging*. Secara umum, *aging* pada suhu rendah mendorong proses nukleasi dan meningkatkan jumlah inti dalam sistem sintesis karena memberikan waktu yang dibutuhkan untuk mencapai pembentukan inti dengan pelarutan bubuk silika halus, yang mengarah pada pembentukan kristal yang lebih kecil (Cheng *et al.*, 2008).



Gambar 2.5 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Waktu *Aging* (Cheng *et al.*, 2008)

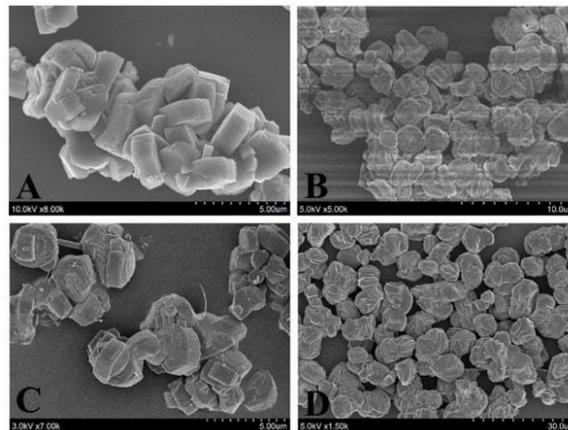
### 3. Waktu Kristalisasi

Waktu kristalisasi sangat mempengaruhi hasil sintesis. Nada *et al.* (2019) telah mensintesis ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi 4 jam, 6 jam, 10 jam, 18 jam, dan 22 jam pada suhu 180 °C dengan metode penggerusan. Identifikasi dilakukan menggunakan XRD dan menghasilkan asumsi bahwa produk ZSM-5 terbentuk pada waktu 6 jam, 10 jam, 18 jam, dan 22 jam sesuai dengan difaktogram ZSM-5.



Gambar 2.6 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Waktu Kristalisasi (Nada *et al.*, 2019)

Pada hasil karakterisasi menggunakan SEM diperoleh agregat partikel tampak lebih besar mendekati 10  $\mu\text{m}$  untuk hasil reaksi selama 6 jam dan menjadi lebih kecil setelah dipanaskan selama 18 jam.

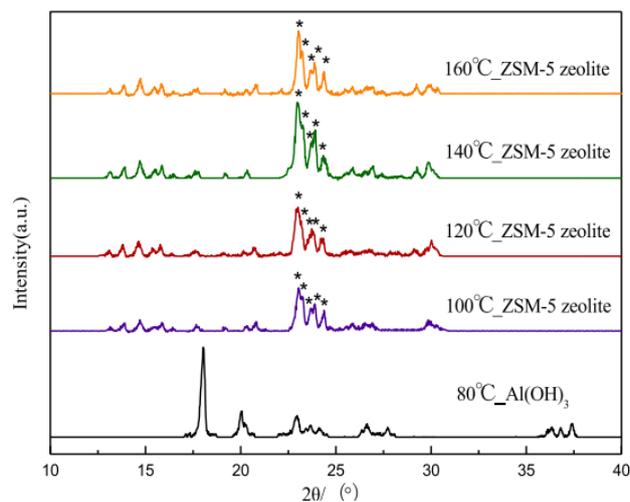


Gambar 2.7 Hasil SEM Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Waktu Kristalisasi: (A) 22 jam, (B) 18 jam, (C) 10 jam, dan (D) 6 jam (Nada *et al.*, 2019)

Hal tersebut menunjukkan bahwa terjadi pertumbuhan dari partikel besar yang bergabung menjadi partikel kristal ZSM-5 yang lebih kecil.

#### 4. Suhu Kristalisasi

Suhu kristalisasi dapat mempengaruhi hasil sintesis, berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh *Chen et al.* (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. 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.



Gambar 2.8 Hasil XRD Sintesis ZSM-5 dengan Variasi Suhu Kristalisasi (*Chen et al.*, 2018)

## 2.3 Karakterisasi

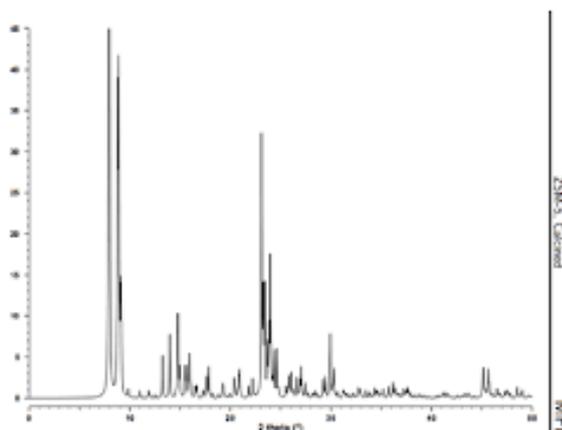
### 2.3.1 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Sinar-X merupakan radiasi gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang sekitar  $1 \text{ \AA}$ , berada di antara panjang gelombang sinar gamma ( $\gamma$ ) dan sinar ultraviolet. Sinar-X dihasilkan jika elektron berkecepatan tinggi menumbuk suatu logam target. Sinar-X yang diperoleh memberikan intensitas puncak tertentu yang bergantung pada kebolehjadian transisi elektron yang terjadi. Transisi  $K\alpha$  lebih mungkin terjadi dan memiliki intensitas yang lebih tinggi daripada transisi  $K\beta$ , sehingga radiasi  $K\alpha$  yang digunakan untuk keperluan difraksi sinar-X. Sinar-X juga dapat dihasilkan oleh proses perlambatan elektron pada saat menembus logam sasaran. Proses per lambatan ini menghasilkan sinar-X yang biasa disebut sebagai radiasi putih. Terdapat bentuk dasar yang terbentuk oleh radiasi putih dan puncak khas tajam yang bergantung pada kuantisasi transisi electron (Sari, 2016).

Apabila suatu bahan dikenai sinar-X maka intensitas sinar-X yang ditransmisikan lebih kecil dari intensitas sinar datang. Hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh bahan dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar yang dihantarkan tersebut ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya sama (Sari, 2016).

Berkas sinar-X yang saling menguatkan disebut sebagai berkas difraksi. Per syarat yang harus dipenuhi agar berkas sinar-X yang dihamburkan merupakan berkas difraksi dikenal sebagai Hukum Bragg. Menurut Bragg berkas yang terdifraksi oleh kristal terjadi jika pemantulan oleh bidang sejajar atom menghasilkan interferensi konstruktif. Pemantulan sinar-X oleh sekelompok bidang

paralel dalam kristal pada hakekatnya merupakan gambaran dari difraksi atom-atom kristal. Interferensi konstruktif terjadi jika selisih lintasan antara dua sinar yang berurutan merupakan kelipatan panjang gelombangnya ( $\lambda$ ) sehingga dapat dinyatakan pada persamaan matematis hukum Bragg sebagai berikut:  $N\lambda = 2d\sin\theta$  n adalah bilangan bulat, d merupakan jarak antar bidang,  $\theta$  adalah sudut antara sinar datang dengan bidang kristal dan  $\lambda$  adalah panjang gelombang sinar X. Berdasarkan persamaan matematis hukum Bragg tersebut, syarat terjadinya peristiwa difraksi adalah  $\lambda < 2d$  (Omar, 1993).

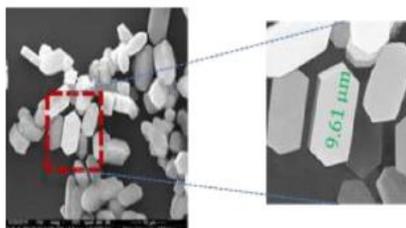


Gambar 2.9 Hasil XRD dari ZSM-5

Berdasarkan hasil kromatogram tersebut, dapat diketahui bahwa Puncak intensitas tertinggi pada  $2\theta = 8$  dan  $23$  merupakan ciri khas dari ZSM-5 (Thomas, dkk., 2015).

### 2.3.2 Karakterisasi Menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

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. Pada prinsipnya SEM mendeteksi 2 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 obyek dari sudut pandang 3 dimensi (Setianingsih, 2017).



Gambar 2.10 Morfologi ZSM-5 diamati menggunakan SEM dengan perbesaran 10.000 kali sampel ZSM-5 (Hartanto dkk., 2017)

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Hartanto,dkk (2017) didapatkan pengamatan sampel SEM ZSM-5, adanya kristal persegi panjang berukuran  $9.61 \times 3.8 \times 1.3 \mu\text{m}$ .

## **BAB III METODE PENELITIAN**

### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan pada bulan Januari 2022 hingga Maret 2022 di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Jadwal kegiatan dapat dilihat pada Tabel 3.1. Karakterisasi dilakukan di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Tabel 3.1 Jadwal Kegiatan Penelitian

<b>No.</b>	<b>Kegiatan</b>	<b>Waktu/Tanggal</b>
1.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan precusor silica gel	24 Januari – 2 Februari 2022
2.	Karakterisasi XRD di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya	4 Februari 2022
3.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan precusor TEOS tanpa aquades	10 Februari – 17 Februari 2022
4.	Karakterisasi XRD di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya	18 Februari 2022
5.	Sintesis ZSM-5 dengan precusor TEOS dengan penambahan aquades	21 Februari – 25 Februari 2022
6.	Karakterisasi XRD di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya	28 Februari 2022
7.	Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan precusor TEOS variasi lama pengovenan	4 Maret – 18 Maret 2022
8.	Karakterisasi XRD di Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya	21 Maret 2022
9.	Karakterisasi SEM di PT. Cipta Mikro Material	20 Juni 2022

## **3.2 Alat dan Bahan**

### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan selama proses penelitian adalah alu dan mortar, autoklaf berlapis teflon, stirrer, beaker glass, gelas arloji, cawan penguap, oven, tanur, saptula, neraca analitik, alat instrumen XRD.

### **3.2.2 Bahan**

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

## **3.3 Rancangan Penelitian**

Penelitian ini dilakukan untuk mensintesis ZSM-5 menggunakan metode penggerusan dan hidrotermal sebagai perbandingan keefektifan metode. Metode penggerusan dilakukan dengan menggunakan dua prekursor 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 kemudian dicampurkan dengan NaAlO<sub>2</sub>, TPABr dan NaOH untuk digerus selama 60 menit. Setelah digerus, dilakukan proses pemeraman dengan variasi 0 dan 7 hari. Padatan hasil penggerusan dimasukkan ke dalam autoklaf berlapis teflon dan di kristalisasi pada suhu 180°C selama 24 jam. Kemudian dilakukan proses kalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam.

Sintesis ZSM-5 juga dilakukan dengan prekursor TEOS. Terdapat dua variasi metode yaitu dengan penggerusan dan tanpa penggerusan. Metode tanpa

penggerusan dilakukan dengan mencampurkan TEOS, NaAlO<sub>2</sub>, TPABr dan NaOH menggunakan magnetic stirrer selama 24 jam dengan variasi ditambah aquades dan tanpa aquades. Hasil pencampuran dimasukkan ke dalam autoklaf berlapis teflon dan dikristalisasi pada suhu 180°C selama 24 jam. Metode dengan penggerusan dilakukan dengan mencampurkan TEOS, NaAlO<sub>2</sub>, TPABr, NaOH dan aquades dengan magnetic stirrer selama 24 jam. Padatan yang diperoleh digerus selama 60 menit. Serbuk putih yang didapat dikristalisasi pada suhu 180°C dengan variasi waktu 12 jam, 24 jam, dan 48 jam. Kemudian dilakukan proses kalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam.

Tabel 3.2 Rincian sampel pada setiap variasi sintesis ZSM-5

ID	Lama Penggerusan	Sumber Silika	Waktu Kristalisasi	Suhu Kristalisasi	Keterangan
Pengaruh prekursor silika dan penambahan aquades					
A	0 Menit	TEOS	24 Jam	180°C	Aquades
B	60 Menit	TEOS	24 Jam	180°C	Tanpa Aquades
C	60 Menit	Silika Gel	24 Jam	180°C	Tanpa Aquades
Pengaruh waktu kristalisasi dan lama penggerusan					
D	60 Menit	TEOS	48 Jam	180°C	Aquades
E	60 Menit	TEOS	24 Jam	180°C	Aquades
F	60 Menit	TEOS	12 Jam	180°C	Aquades

Karakterisasi pada produk dilakukan 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. 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 silika gel
2. Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor TEOS
3. Sintesis ZSM-5 dengan penambahan Aquades menggunakan prekursor TEOS
4. Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan penambahan Aquades menggunakan prekursor TEOS variasi waktu kristalisasi

### **3.5 Prosedur Penelitian**

#### **3.5.1 Sintesis ZSM-5 metode penggerusan dengan prekursor silika gel**

Silika gel merupakan sumber silika yang disintesis dengan 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 hingga homogen. 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 terbentuk gel berwarna putih. Gel tersebut kemudian dimasukkan ke dalam cawan dan dioven pada suhu  $110^\circ\text{C}$  selama 1 jam hingga silika gel kering.

Sumber silika dan alumina pada sintesis ZSM-5 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, dilakukan penggerusan selama 60 menit. Kemudian campuran tersebut dipindahkan ke dalam autoclave berlapis teflon, disegel dan ditutup dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 180°C selama 24 jam. Produk yang terbentuk dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam sampai diperoleh produk akhir ZSM-5 tanpa *template* TPABr di pori-porinya. Hasil Sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD.

### **3.5.2 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS**

Sintesis ZSM-5 dengan prekursor TEOS dilakukan dengan mencampurkan 9 mL TEOS, 0,75 gram TPABr, 2 gram NaOH dan 0,205 gram NaAlO<sub>2</sub> ke dalam beaker glass. Pencampuran dilakukan dengan magnetic stirrer selama 24 jam. Larutan yang diperoleh kemudian digerus menggunakan mortar selama 1 jam. Padatan tersebut kemudian dikristalisasi pada suhu 180°C selama 24 jam. Produk yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam. Kemudian dilakukan karakterisasi pada produk menggunakan XRD.

### **3.5.3 Sintesis ZSM-5 dengan penambahan aquades menggunakan prekursor TEOS**

Sintesis ZSM-5 dengan prekursor TEOS dilakukan dengan mencampurkan 9 mL TEOS, 0,75 gram TPABr, 2 gram NaOH, 0,205 gram NaAlO<sub>2</sub> dan 4 tetes aquades ke dalam beaker glass. Pencampuran dilakukan dengan magnetic stirrer selama 24 jam. Padatan tersebut kemudian dikristalisasi pada suhu 180°C selama 24 jam. Produk yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam. Kemudian dilakukan karakterisasi pada produk menggunakan XRD.

### **3.5.4 Sintesis ZSM-5 metode penggerusan menggunakan prekursor TEOS dengan aquades variasi waktu kristalisasi**

Sintesis ZSM-5 dengan prekursor TEOS dilakukan dengan mencampurkan 9 mL TEOS, 0,75 gram TPABr, 2 gram NaOH, 0,205 gram NaAlO<sub>2</sub> dan 4 tetes aquades ke dalam beaker glass. Pencampuran dilakukan dengan magnetic stirrer selama 24 jam. Larutan yang diperoleh kemudian digerus menggunakan mortar selama 1 jam. Padatan tersebut kemudian dikristalisasi pada suhu 180°C dengan variasi waktu 12 jam, 24 jam, dan 48 jam. Produk yang diperoleh kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam. Kemudian dilakukan karakterisasi pada produk menggunakan XRD.

### **3.5.5 Karakterisasi**

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

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada semua sampel produk hasil sintesis ZSM-5. Mulanya, cuplikan sampel dihaluskan hingga menjadi serbuk halus, kemudian di press dengan alat press. Sampel yang telah halus ditempatkan pada sampel 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 – 60° dan kecepatan scan 0,02°/detik.

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

Karakterisasi menggunakan SEM dilakukan pada semua sampel produk hasil sintesis ZSM-5 dengan variasi waktu kristalisasi. 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.

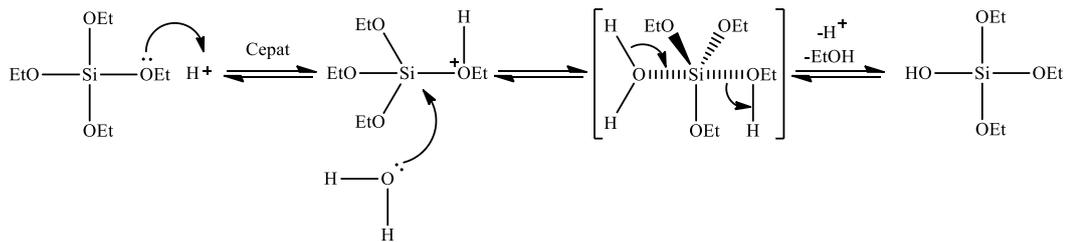
### **3.6 Analisis Data**

1. Hasil sintesis ZSM-5 yang dianalisis oleh difraksi sinar-X (XRD) berupa difraktogram dan puncak sudut  $2\theta$  dibandingkan dengan Standart ZSM-5. Perbandingan ini untuk mengetahui kemurnian ZSM-5.
2. Hasil analisis ZSM-5 dengan karakterisasi SEM dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui morfologi dan topografi dari ZSM-5.

## BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

### 4.1 Karakteristik Silika Gel

Silika gel merupakan salah satu prekursor yang digunakan dalam sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan. Silika gel dapat terbentuk dengan bereaksinya senyawa TEOS dengan katalis asam HCl dan basa NH<sub>4</sub>OH sehingga diperoleh perubahan fasa larutan menjadi fasa padatan. Sintesis silika gel dilakukan dengan metode sol-gel melalui proses terhidrolisisnya TEOS dengan air. Reaksi yang terjadi dalam sintesis silika gel antara lain reaksi hidrolisis dan reaksi kondensasi. Reaksi hidrolisis yang terjadi adalah sebagai berikut.



Gambar 4.1 Reaksi hidrolisis (Pemble *et al.*, 2021)

Reaksi hidrolisis terjadi ketika ditambahkan HCl 37% dan sisa kandungan air yang akan menghidrolisis TEOS. HCl berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat proses hidrolisis karena pada suasana asam hidrolisis mengalami laju yang sangat cepat (Winkler, 2020).

Selanjutnya akan terjadi reaksi kondensasi. Reaksi kondensasi yang terjadi dalam sintesis ini yaitu kondensasi dengan melepas air dan kondensasi dengan melepas alkohol. Reaksi kondensasi mengalami laju yang cepat dalam suasana

basa dengan ditambahkan katalis  $\text{NH}_4\text{OH}$  (Winkler, 2020). Reaksi yang terjadi diuraikan pada persamaan reaksi 4.1 dan 4.2

Kondensasi dengan melepas air

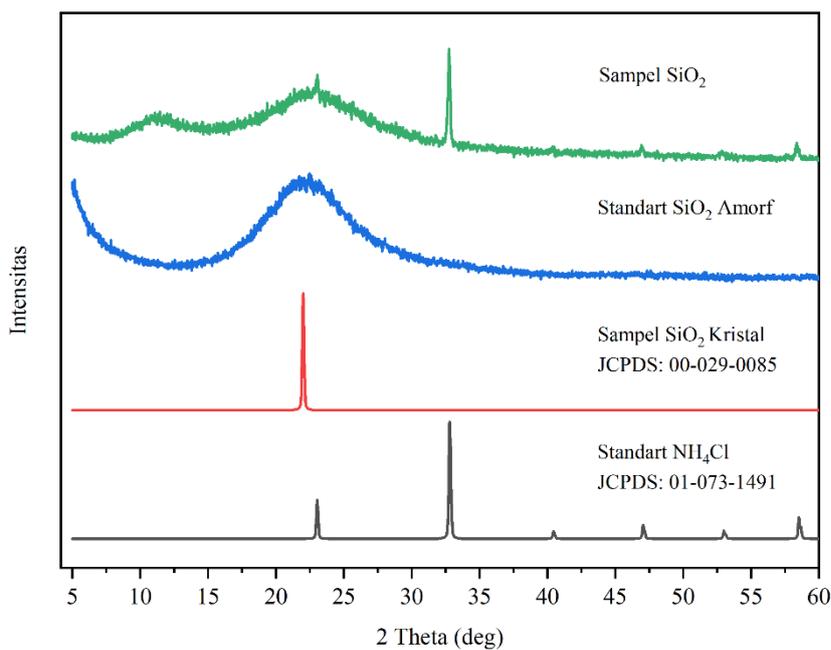


Kondensasi dengan melepas alkohol



Setelah terbentuk silanol maka antara silanol satu dengan yang lain membentuk polimer atau terjadi reaksi polikondensasi. Partikel-partikel sol mulai terbentuk dengan terbentuknya beberapa ikatan Si-O-Si, kemudian sol tersebut beragregasi dan membentuk jaringan yang kemudian membentuk gel. Gel yang terbentuk dibiarkan beberapa waktu hingga terbentuk gel padat.

Berdasarkan hasil XRD, dapat dianalisis bahwa struktur sampel  $\text{SiO}_2$  mengarah pada struktur  $\text{SiO}_2$  Amorf ditandai dengan tidak munculnya *peak*.  $\text{SiO}_2$  amorf memiliki pergerakan molekul yang tinggi sehingga dapat mengakibatkan ketidakstabilan secara kimia maupun fisika. Oleh sebab itu,  $\text{SiO}_2$  amorf dapat digunakan sebagai prekursor dalam proses sintesis ZSM-5 dengan metode penggerusan. Namun, hasil yang diperoleh terdapat pengotor garam  $\text{NH}_4\text{Cl}$  pada  $2\theta = 32,76$  sebesar 2,2% yang diduga hasil samping dari penggunaan katalis asam HCl dan basa  $\text{NH}_4\text{OH}$ .

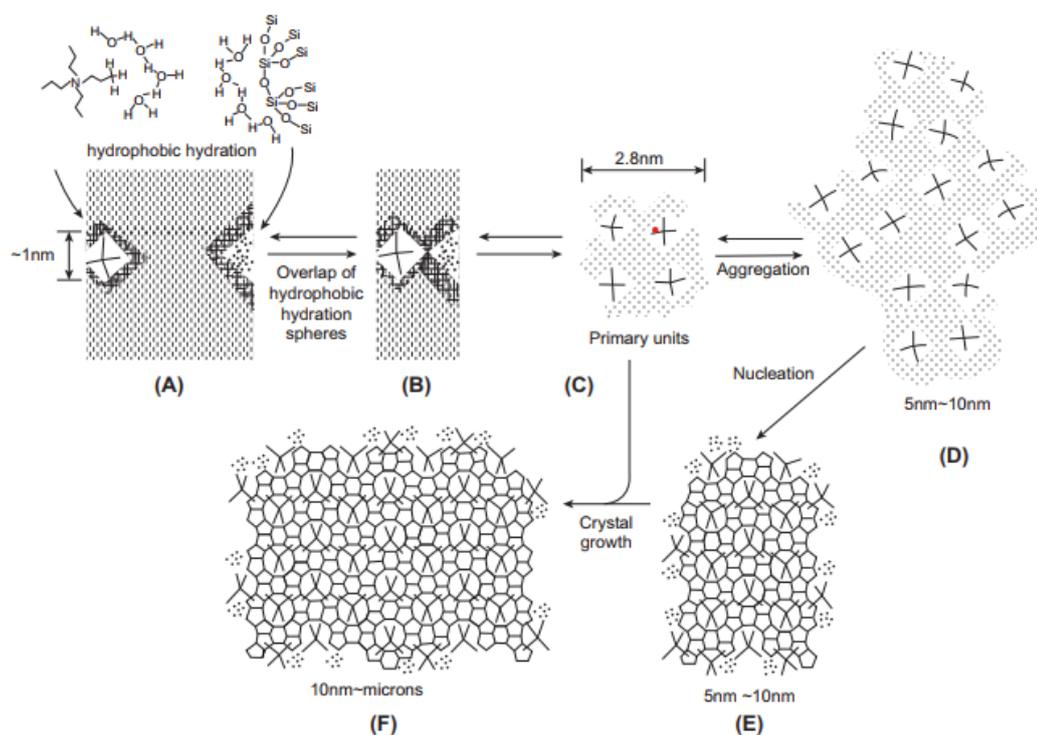


Gambar 4.2 Perbandingan sampel SiO<sub>2</sub> dengan SiO<sub>2</sub> amorf, SiO<sub>2</sub> kristal dan NH<sub>4</sub>Cl

## 4.2 Struktur ZSM-5 Hasil Sintesis dengan Metode Penggerusan

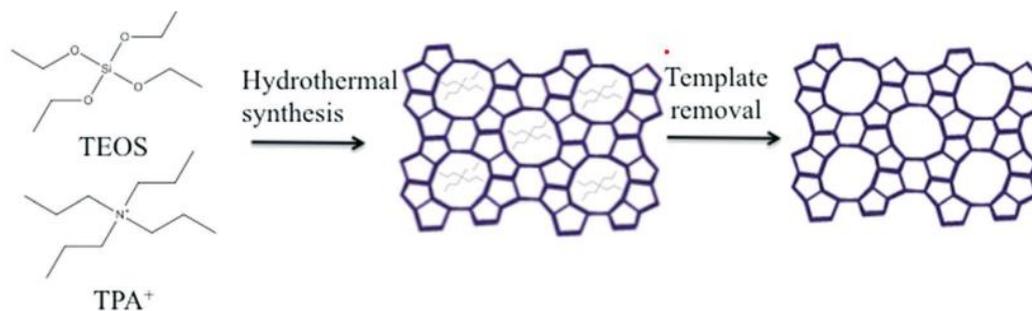
### 4.2.1 Pengaruh prekursor silika dan penambahan aquades terhadap sintesis ZSM-5

Prekursor silika merupakan bahan utama dalam sintesis ZSM-5. Variasi dari prekursor silika yang digunakan adalah Silika gel yang diperoleh dari sintesis TEOS, sedangkan sumber silika lainnya menggunakan larutan TEOS secara langsung. Kristal ZSM-5 terbentuk melalui proses nukleasi atau pertumbuhan kristal yang melibatkan agen pengarah struktur (*Structure-Directing Agent*) yang dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Proses pembentukan kristal ZSM-5 menggunakan *Structure-Directing agent* (Hosokawa *et al.*, 2008)

TPA<sup>+</sup> dan Silika larut dalam air, tetapi memiliki sifat yang tidak terlalu hidrofilik. Oleh karena itu, molekul air berada di sekeliling TPA<sup>+</sup> dan Silika dengan hidrasi hidrofobik. Ketika keduanya mendekati satu sama lain dan terjadi tumpang tindih pada lapisan terhidrasi, TPA<sup>+</sup> menjadi dikelilingi Silika dan molekul air dilepaskan sehingga terbentuk unit primer pada Gambar 4.2 A-C. Setelah itu, terjadi agregasi dari ukuran 2,8 nm menjadi 5 nm- 10 nm. Kemudian terjadi nukleasi dan pertumbuhan kristal ZSM-5 pada Gambar 4.3 D-F (Hosokawa *et al.*, 2008). SDA (*Structure Directing-Agent*) dapat dihilangkan melalui proses kalsinasi yang dapat dilihat pada Gambar 4.4.



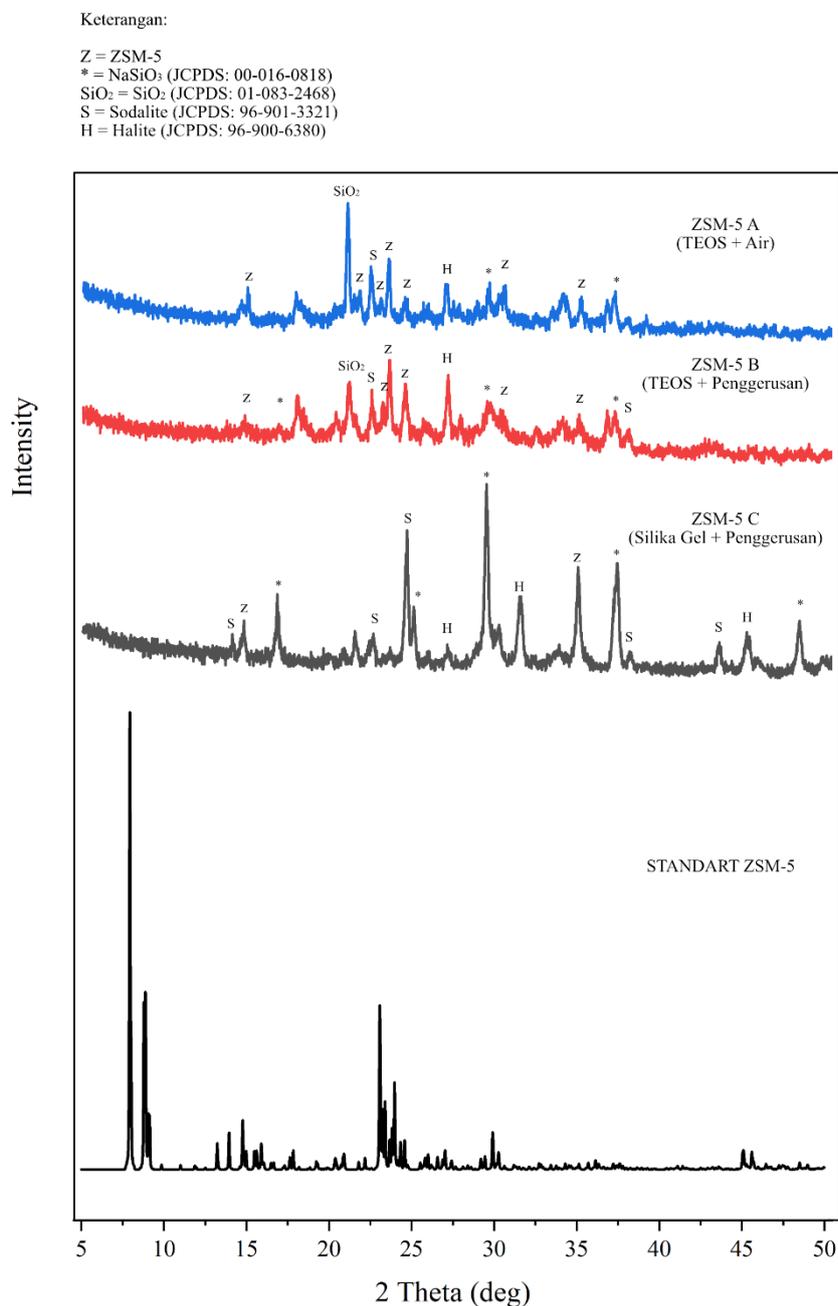
Gambar 4.4 Proses penghilangan *Structure Directing-Agent* (Lehman & Larsen, 2014)

Kristal ZSM-5 yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*). Hasil difraktogram XRD sintesis ZSM-5 dengan variasi prekursor silika dan lama penggerusan dapat dilihat pada Gambar 4.5.

Berdasarkan hasil XRD, diperoleh banyak *peak* yang mengindikasikan terbentuknya struktur ZSM-5 pada sampel B yaitu  $2\theta = 14,8; 22,40; 23,47; 24,41; 30,27; \text{ dan } 34,85$ . Sedangkan, pada C hanya diperoleh sedikit puncak yang mengindikasikan terbentuknya ZSM-5 yaitu  $2\theta = 14,86 \text{ dan } 34,85$ . Sehingga dapat diasumsikan bahwa prekursor yang dapat digunakan untuk sintesis ZSM-5 terbaik adalah prekursor TEOS tanpa diubah terlebih dahulu menjadi silika gel. Namun, pada hasil difraktogram masih terdapat banyak pengotor akibat dari prekursor yang belum bereaksi sempurna dan prekursor yang bereaksi tetapi membentuk senyawa lain seperti  $\text{NaSiO}_3$ , Sodalite, dan Halite.

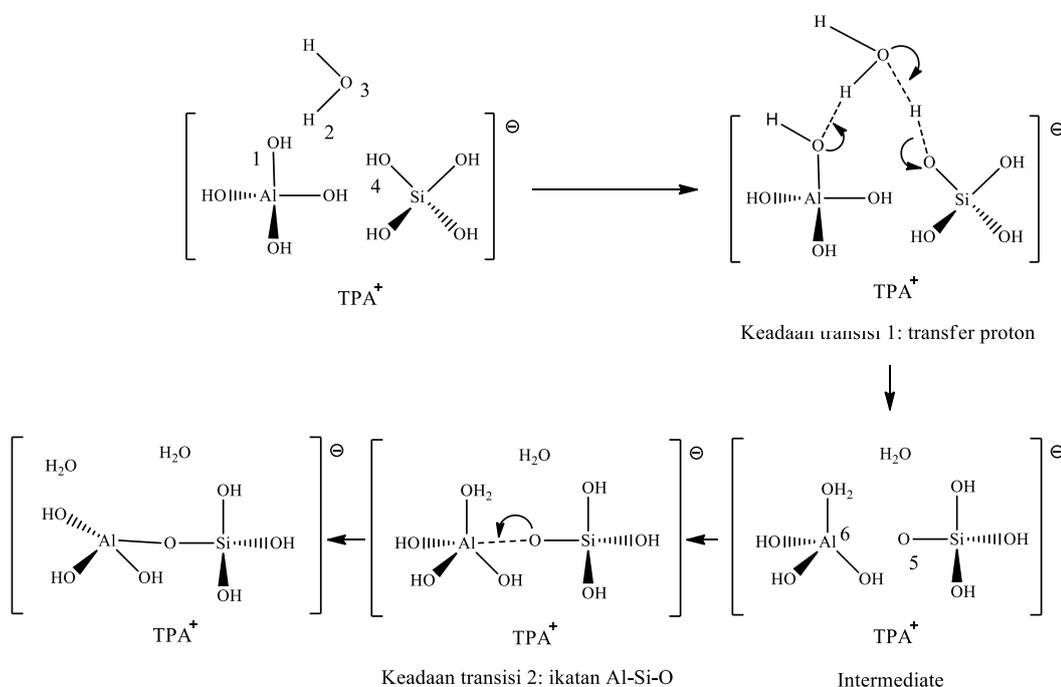
Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Karimi *et al.* (2012), molekul *template* memainkan peran kunci dalam sintesis zeolit silikat tinggi (MFI). Sintesis yang dilakukan tanpa menggunakan *template* tidak membentuk *peak* khas ZSM-5 dan sintesis yang dilakukan menggunakan *template* dapat membentuk *peak* khas ZSM-5. Namun, penelitian yang dilakukan oleh penulis menemukan

hasil yang berbeda. Penggunaan *template* tidak mempengaruhi terbentuknya ZSM-5 yang ditandai dengan tidak munculnya *peak* khas ZSM-5 pada hasil XRD.



Gambar 4.5 Difaktogram pengaruh prekursor pada sintesis ZSM-5 menggunakan (A) Prekursor TEOS dengan penambahan aquades tanpa penggerusan; (B) Prekursor TEOS tanpa penambahan aquades dengan penggerusan; (C) Prekursor silika gel dengan penggerusan.

Aquades merupakan salah satu senyawa penting yang terdapat dalam kristal ZSM-5 dengan rumus molekul  $[\text{Na}(\text{H}_2\text{O})_{16}][\text{Al}_x\text{Si}_{96-x}\text{O}_{192}]$ . Pada penelitian ini salah satu sampel diberi penambahan aquades sebanyak 4 tetes. Meskipun aquades yang ditambahkan sangat sedikit, perlakuan tersebut sangat memiliki efek yang besar yaitu memberi lingkungan kepada Si dengan Al untuk bereaksi (Pan *et al.*, 2014). Skema transfer proton pada reaksi Si dengan Al yang dimediasi oleh air dapat dilihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Transfer proton antara Si dengan Al yang dimediasi dengan Air (Trinh *et al.*, 2012)

Pada skema tersebut reaksi terjadi pada kondisi basa dengan reaktan asam silikat netral  $\text{Si}(\text{OH})_4$  dan  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  anionik yang stabil. Langkah pertama adalah transfer proton dari  $\text{Si}(\text{OH})_4$  ke  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  untuk membentuk senyawa  $\text{Si}(\text{OH})_3\text{O}$  dan  $\text{Al}(\text{OH})_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ . Proses transfer proton dalam fase terkondensasi dimediasi oleh

satu molekul air. Kemudian air didekoordinasikan dalam saluran keluaran setelah TS, menghasilkan dimer Al-O-Si. Oleh karena itu, dapat diasumsikan bahwa air berfungsi sebagai mediator transfer proton pada reaksi pembentukan Al-O-Si.

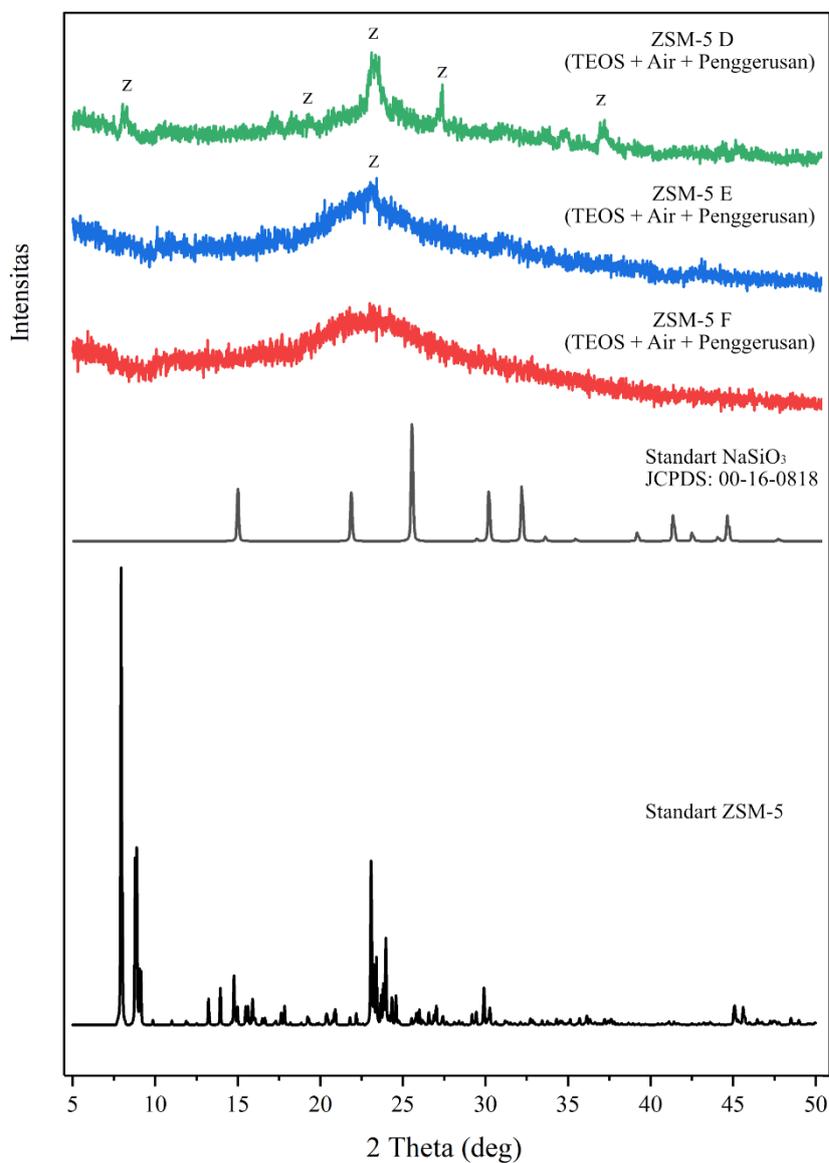
Berdasarkan hasil XRD Gambar 4.5 sampel ZSM-5 A, diperoleh difaktogram yang lebih baik dari perlakuan sebelumnya yaitu sampel ZSM-5 B. Asumsi tersebut diperkuat dengan diperolehnya puncak yang berbeda pada sintesis ZSM-5 dengan aquades dan tanpa aquades. Pada sintesis ZSM-5 B diperoleh puncak yang mengindikasikan terbentuknya ZSM-5 dengan puncak  $2\theta = 14,8; 22,40; 23,47; 24,41; 30,27; \text{ dan } 34,85$ . Namun, pada sintesis ZSM-5 A yang diberi penambahan aquades diperoleh hasil yang lebih baik yaitu bertambahnya puncak yang mengindikasikan terbentuknya ZSM-5 dengan puncak  $2\theta = 14,53; 14,8; 21,68; 22,40; 23,47; 24,41; 30,27; \text{ dan } 34,85$ . Sehingga dapat diasumsikan bahwa aquades memiliki peran yang sangat penting pada sintesis ZSM-5 karena aquades merupakan salah satu penyusun dalam kristal ZSM-5.

#### **4.2.2 Pengaruh waktu kristalisasi pada sintesis ZSM-5 dengan prekursor TEOS**

Selain penambahan aquades pada proses sintesis ZSM-5, proses penggerusan merupakan salah satu tahap yang sangat penting dalam suatu proses sintesis. Proses penggerusan bertujuan agar setiap senyawa dapat tercampur dan bereaksi sehingga diperoleh kristal ZSM-5. Data XRD dari pengaruh lama penggerusan terdapat pada sampel ZSM-5 A penggerusan 0 jam Gambar 4.5 yang dibandingkan dengan sampel ZSM-5 D penggerusan 1 jam Gambar 4.7.

Keterangan:

Z = ZSM-5

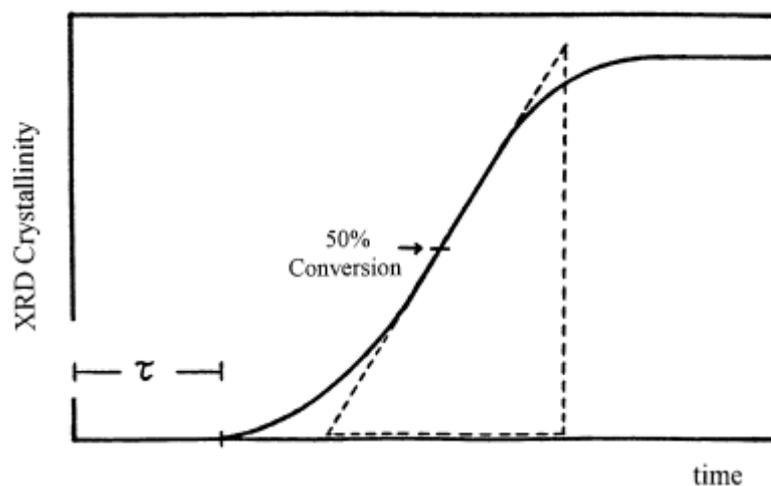


Gambar 4.7 Difaktogram pengaruh waktu kristalisasi pada sintesis ZSM-5 (D) Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 48 jam waktu kristalisasi (E) Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 24 jam waktu kristalisasi (F) Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 12 jam waktu kristalisasi

Berdasarkan hasil XRD, dapat diasumsikan bahwa penggerusan dapat mempengaruhi kemurnian ZSM-5 yang ditandai dengan hilangnya puncak yang tidak mengindikasikan terbentuknya ZSM-5 dan munculnya puncak khas

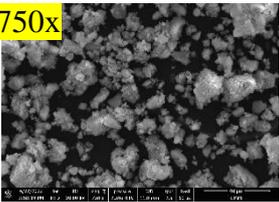
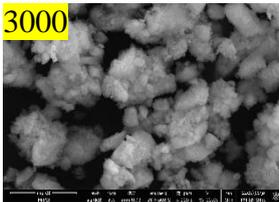
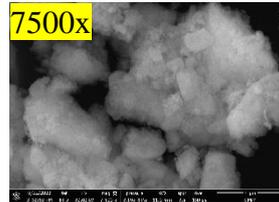
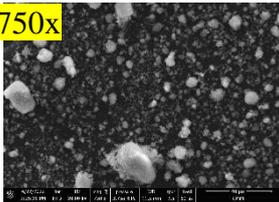
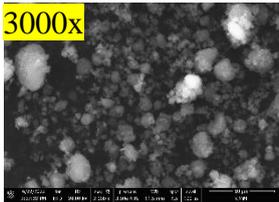
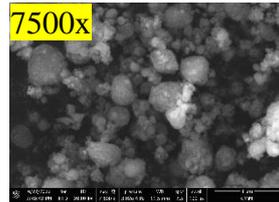
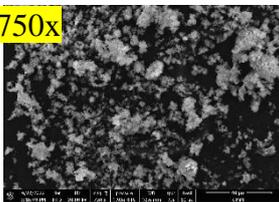
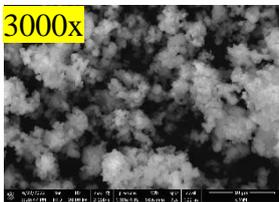
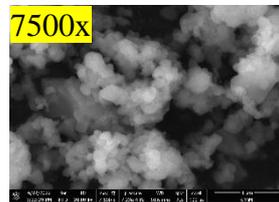
ZSM-5 yaitu pada  $2\theta = 8$  dan  $23$ . Faktor yang menyebabkan menghilangnya puncak yang tidak diinginkan adalah dengan adanya penggerusan maka akan terjadi perubahan energi mekanik menjadi energi panas. Sehingga dengan adanya penggerusan senyawa yang bercampur dapat bereaksi lebih baik dengan adanya energi panas tersebut.

Pada Gambar 4.7 menunjukkan sintesis dengan variasi waktu kristalisasi. Waktu kristalisasi merupakan proses pembentukan ZSM-5 menggunakan oven. Variasi waktu kristalisasi dapat mempengaruhi intensitas puncak pada difaktogram. Variasi yang dilakukan adalah kristalisasi pada suhu  $180^{\circ}\text{C}$  selama 12 jam, 24, dan 48. Berdasarkan data XRD yang diperoleh, dapat diasumsikan bahwa semakin lama waktu kristalisasi maka kemungkinan terbentuknya kristal ZSM-5 semakin besar yang ditandai dengan adanya peningkatan intensitas pada puncak  $2\theta = 8$  dan  $23$  yang merupakan puncak khas ZSM-5. Derajat kristalinitas yang diperoleh juga meningkat sebesar 0% pada waktu 12 jam, 3,07% pada waktu 24 jam, dan 27,38% pada waktu 48 jam. Kemudian ukuran kristal yang dihitung berdasarkan perhitungan Debye-Scherrer mendapatkan hasil ukuran Kristal sebesar 86,068 nm pada waktu 48 jam. Hal tersebut sesuai dengan penelitian Cundy dan Cox (2003) yang membuktikan bahwa kristalinitas meningkat dengan bertambahnya waktu kristalisasi. Namun, pada waktu tertentu proses kristalisasi akan berhenti seperti yang terlihat pada Gambar 4.8. Oleh karena itu, dapat diasumsikan ketika dilakukan percobaan dengan waktu kristalisasi diatas 48 jam maka kristalinitas akan meningkat hingga tercapai titik optimum atau konstan.

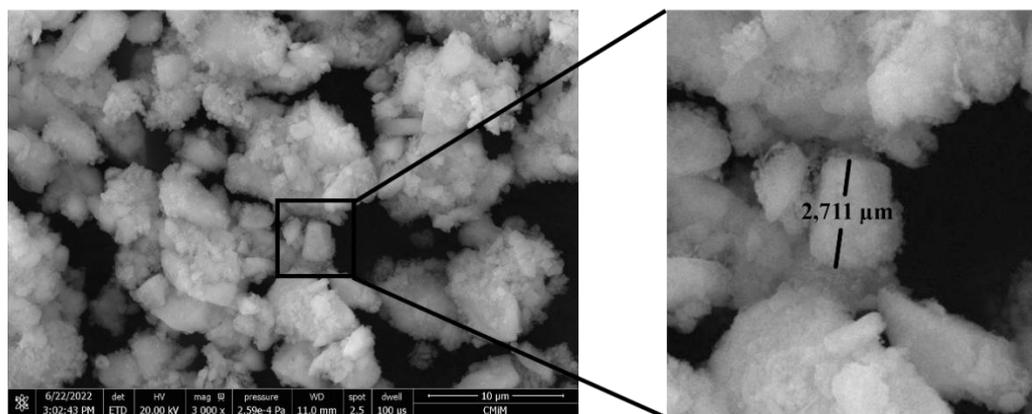


Gambar 4.8 Hubungan antara waktu kristalisasi dengan kristalinitas (Cundy & Cox, 2003)

Pembentukan dan morfologi kristal dapat dipengaruhi oleh lama waktu yang diperlukan untuk kristalisasi yang dapat diamati menggunakan instrumen SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Berdasarkan hasil citra SEM pada Gambar 4.9, padatan ZSM-5 dengan variasi waktu 12 jam masih berupa gumpalan-gumpalan dan masih belum menampakkan morfologi dan ukuran kristal dengan jelas. Sedangkan padatan ZSM-5 dengan variasi waktu 24 jam sudah mulai terlihat morfologi berupa gumpalan kristal. Pada padatan ZSM-5 dengan variasi waktu 48 jam memberikan hasil yang lebih baik yakni terbentuknya kristal yang memiliki permukaan yang kasar dengan ukuran salah satu partikel ZSM-5 sebesar  $2,711 \mu\text{m}$  dari hasil citra SEM dengan perbesaran 3000x pada Gambar 4.10. Nilai tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Nada, *et al.* (2019) menghasilkan ukuran partikel ZSM-5 dengan rentang  $1\text{-}3 \mu\text{m}$ .

Variasi	Hasil SEM		
48 jam			
24 jam			
12 jam			

Gambar 4.9 Hasil citra SEM produk dengan variasi waktu kristalisasi



Gambar 4.10 Ukuran salah satu partikel ZSM-5

Banyaknya percobaan yang dilakukan merupakan salah satu usaha kita agar ilmu yang akan kita dapatkan bertambah karena pengalaman adalah guru terbaik dalam hidup. Allah Swt. menjanjikan kepada kita bahwa orang yang berilmu akan

diangkat derajatnya melebihi orang yang beriman sebagaimana firman Allah dalam QS Al-Mujadalah: 11.

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ آمَنُوا إِذَا قِيلَ لَكُمْ تَفَسَّحُوا فِي الْمَجَالِسِ فَافْسَحُوا يَفْسَحِ اللَّهُ لَكُمْ وَإِذَا قِيلَ انشُرُوا فَانشُرُوا يَرْفَعِ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا مِنْكُمْ وَالَّذِينَ أُوتُوا الْعِلْمَ دَرَجَاتٍ وَاللَّهُ بِمَا تَعْمَلُونَ خَبِيرٌ - ١١

Artinya: “Wahai orang-orang yang beriman! Apabila dikatakan kepadamu, “Berilah kelapangan di dalam majelis-majelis,” maka lapangkanlah, niscaya Allah akan memberi kelapangan untukmu. Dan apabila dikatakan, “Berdirilah kamu,” maka berdirilah, niscaya Allah akan mengangkat (derajat) orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu beberapa derajat. Dan Allah Maha teliti apa yang kamu kerjakan.” (QS Al-Mujadalah: 11).

Pada tafsir Al-Mishbah ayat di atas tidak menyebut secara tegas bahwa Allah akan meninggikan derajat orang berilmu. Tetapi menegaskan bahwa mereka memiliki derajat-derajat yakni yang lebih tinggi dari yang sekadar beriman. Tidak disebutkan kata meninggikan itu, sebagai isyarat bahwa sebenarnya ilmu yang dimilikinya itulah yang berperan besar dalam ketinggian derajat yang diperolehnya, bukan akibat dari faktor di luar ilmu itu. Ayat di atas membagi kaum beriman kepada dua kelompok besar, yang pertama sekadar beriman dan beramal saleh, dan yang kedua beriman dan beramal saleh serta memiliki pengetahuan. Derajat kelompok kedua ini menjadi lebih tinggi, bukan saja karena nilai ilmu yang disandangnya, tetapi juga amal dan pengajarannya kepada pihak lain baik secara lisan, atau tulisan maupun dengan keteladanan. Ilmu yang dimaksud oleh ayat di atas bukan saja ilmu agama, tetapi ilmu apapun yang bermanfaat (Shihab, 2002).

Berdasarkan tafsir At-Thabari, Allah akan mengangkat derajat orang-orang beriman di antara kalian karena telah patuh pada perintah Tuhannya berupa perintah memberi kelapangan dalam majelis dan bergegas melakukan kebaikan

bila diperintahkan. Allah juga menaikkan derajat orang beriman yang diberi ilmu, dibanding dengan yang tidak diberi ilmu jika mereka mengamalkan ilmu mereka (Ath-Thabari, 2007).

## **BAB V PENUTUP**

### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan uraian diatas, dapat disimpulkan bahwa:

1. Waktu kristalisasi mempengaruhi kristalinitas sintesis ZSM-5 dengan meningkatnya pertumbuhan kristal maka waktu yang diperlukan juga meningkat.
2. Kristalinitas yang diperoleh pada sintesis ZSM-5 dengan waktu kristalisasi 48 jam menggunakan suhu 180 °C sebesar 27,38% dan ukuran kristal sebesar 86,068 nm.

### **5.2 Saran**

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, perlu dilakukan:

1. Perlu dilakukan kajian tentang jumlah air yang dibutuhkan dalam sintesis ZSM-5 sehingga dapat mengoptimalkan peran air sebagai mediator tranfer proton.
2. Perlu adanya penelitian sintesis ZSM-5 dengan waktu kristalisasi lebih dari 48 jam untuk mengetahui waktu optimal yang dibutuhkan.

## DAFTAR PUSTAKA

- Alipour, S. M., Halladj, R., & Askari, S. (2014). Effects of the different synthetic parameters on the crystallinity and crystal size of nanosized ZSM-5 zeolite. *Reviews in Chemical Engineering*, 30(3), 289–322. <https://doi.org/10.1515/revce-2014-0008>
- Ath-Thabari, A. J. M. bin J. (2007). *Tafsir Ath-Thabari*. Pustaka Azzam.
- Cejka, J., Bekkum, H. van, Corma, A., & Schueth, F. (2007). *Introduction to Zeolite Molecular Sieves*. Elsevier Science. [https://books.google.co.id/books?id=x750AvzG\\_egC](https://books.google.co.id/books?id=x750AvzG_egC)
- Cheng, Y., Liao, R. H., Li, J. S., Sun, X. Y., & Wang, L. J. (2008). Synthesis research of nanosized ZSM-5 zeolites in the absence of organic template. *Journal of Materials Processing Technology*, 206(1–3), 445–452. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.12.054>
- Chen, Y., Cong, S., Wang, Q., Han, H., Lu, J., Kang, Y., Kang, W., Wang, H., Han, S., Song, H., & Zhang, J. (2018). Optimization of crystal growth of sub-micron ZSM-5 zeolite prepared by using Al(OH)<sub>3</sub> extracted from fly ash as an aluminum source. *Journal of Hazardous Materials*, 349, 18–26. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2018.01.004>
- Cundy, C. S., & Cox, P. A. (2003). The hydrothermal synthesis of zeolites: History and development from the earliest days to the present time. *Chemical Reviews*, 103(3), 663–701. <https://doi.org/10.1021/cr020060i>
- Da Silva, Alan dos Santos., Da Rocha, Zenis Novais., Mignoni, Marcelo Luis., Dos Santos, João Henrique Z. 2019. Solvent-free synthesis of modified zeolites 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 zeolites and their degradation properties of gas-phase styrene. *Journal of Hazardous Materials*, 397(January). <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.122630>
- Happy, A., & Andinar, D. (2010). *Optimasi Proses Aktivasi Katalis Zeolit Alam dengan Uji Proses Dehidrasi Etanol Afria Happy Jestyssa (L2C006007) dan Dini Andinar Maygasari (L2C006037)*. Universitas Diponegoro.
- 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<sub>33</sub> in<sub>33</sub> the synthesis of ZSM-5 without an organic template using a seeding<sub>21</sub> technique?," *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*. vol.12. pp. 85-90.
- Hosokawa, M., Nogi, K., Naito, M., & Yokoyama, T. (2008). Nanoparticle Technology Handbook. In *Nanoparticle Technology Handbook*. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53122-3.X5001-6>
- Javed, M., Cheng, S., Zhang, G., Amoo, C. C., Wang, J., Lu, P., Lu, C., Xing, C.,

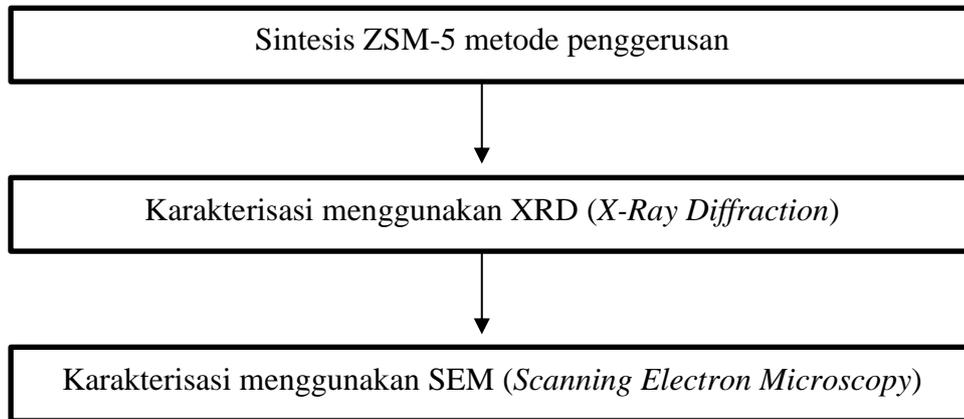
- Sun, J., & Tsubaki, N. (2020). A facile solvent-free synthesis strategy for Co-embedded zeolite-based Fischer-Tropsch catalysts for direct gasoline production. *Chinese Journal of Catalysis*, *41*(4), 604–612. [https://doi.org/10.1016/S1872-2067\(19\)63436-4](https://doi.org/10.1016/S1872-2067(19)63436-4)
- Jia, Y., Wang, J., Zhang, K., Chen, G., Yang, Y., Liu, S., Ding, C., Meng, Y., & Liu, P. (2018). Hierarchical ZSM-5 zeolite synthesized via dry gel conversionsteam assisted crystallization process and its application in aromatization of methanol. *Powder Technology*. 10.1016/j.powtec.2018.01.022.
- Karimi, R., Bayati, B., Charchi Aghdam, N., Ejtemaee, M., & Babaluo, A. A. (2012). Studies of the effect of synthesis parameters on ZSM-5 nanocrystalline material during template-hydrothermal synthesis in the presence of chelating agent. *Powder Technology*, *229*, 229–236. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.06.037>
- Kokotailo, G. T., Lawton, S. L., Olson, D. H., & Meier, W. M. (1978). Structure of synthetic zeolite ZSM-5. *Nature*, *272*, 437–438. <https://doi.org/https://doi.org/10.1038/272437a0>
- Lehman, S. E., & Larsen, S. C. (2014). Zeolite and mesoporous silica nanomaterials: Greener syntheses, environmental applications and biological toxicity. *Environmental Science: Nano*, *1*(3), 200–213. <https://doi.org/10.1039/c4en00031e>
- Li, H., Liu, X., Qi, S., Xu, L., Shi, G., Ding, Y., Yan, X., Huang, Y., & Geng, J. (2017). Graphene Oxide Facilitates Solvent-Free Synthesis of Well-Dispersed, Faceted Zeolite Crystals. *Angewandte Chemie*, *129*(45), 14278–14283. <https://doi.org/10.1002/ange.201707823>
- Liu, Z., Wang, Y., & Xie, Z. (2012). Thoughts on the future development of zeolitic catalysts from an industrial point of view. *Chin. J. Catal*, *33*, 22–38.
- Luo, W., Yang, X., Wang, Z., Huang, W., Chen, J., Jiang, W., Wang, L., Cheng, X., Deng, Y., Zhao, D. (2017). Synthesis of ZSM-5 aggregates made of zeolite nanocrystals through a simple solvent-free method. *Microporous and Mesoporous Materials*. doi: 10.1016/j.micromeso.2017.01.040.
- Nada, M. H., Larsen, S. C., & Gillan, E. G. (2019). Solvent-free synthesis of 34 crystalline ZSM-5 zeolite: Investigation of mechanochemical pre-reaction impact on growth of thermally stable zeolite structures. *Solid State Sciences*, *22*, 94(May), 15–22. <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2019.05.009>
- Nada, M. H., Larsen, S. C., & Gillan, E. G. (2019). Mechanochemically-assisted solvent-free and template-free synthesis of zeolites ZSM-5 and mordenite. *Nanoscale Advances*, *1*(10), 3918–3928. <https://doi.org/10.1039/c9na00399a>
- Nurropiah, P., Mukaromah, A. H., & S, D. H. (2015). *PENURUNAN KADAR KROM (VI) DALAM AIR MENGGUNAKAN ZEOLIT ZSM-5 DENGAN VARIASI KONSENTRASI DAN LAMA WAKTU PERENDAMAN*. 445–450.
- Omar, M. A. (1993). Metals II: Energy Bands in Solids. In D. Lazarus (Ed.),

*Elementary Solid State Physics: Principles and Applications*. Addison-Wesley Publishing Company.

- Pan, F., Lu, X., Zhu, Q., Zhang, Z., Yan, Y., Wang, T., & Chen, S. (2014). A fast route for synthesizing nano-sized ZSM-5 aggregates. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(48), 20667–20675. <https://doi.org/10.1039/c4ta04073b>
- Pemble, O. J., Bardosova, M., Povey, I. M., & Pemble, M. E. (2021). A slot-die technique for the preparation of continuous, high-area, chitosan-based thin films. *Polymers*, 13(10), 1–13. <https://doi.org/10.3390/polym13101566>
- Prasetyoko, D., Hamid, A., Fansuri, H., & Hartanto, D. (2010). Sintesis ZSM-5 mesopori dengan metode pemeraman dan kristalisasi: Pengaruh waktu kristalisasi. *Rekayasa Kimia Dan Proses*, 1–6.
- Saputra, R. (2006). Pemanfaatan zeolit sintetis sebagai alternatif pengolahan limbah industri. *Jurnal Hibah Bersaing*, 3, 1–8.
- Sari, R. K. (2016). Potensi Mineral Batuan Tambang Bukit 12 dengan Metode XRD, XRF, dan AAS. *Eksakta*, 2, 13–23.
- Setianingsih, T. (2017). *Mikroskop Elektron Transmisi: Teori dan Aplikasinya untuk Karakterisasi Material*. Universitas Brawijaya Press. [https://www.google.co.id/books/edition/Mikroskop\\_Elektron\\_Transmisi/O2xODwAAQBAJ?hl=id&gbpv=0](https://www.google.co.id/books/edition/Mikroskop_Elektron_Transmisi/O2xODwAAQBAJ?hl=id&gbpv=0)
- Shihab, M. Q. (2002). *Tafsir Al-Mishbah: pesan, kesan, dan keserasian Al-Qur'an*. Lentera Hati.
- 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 (IUPAC35 Technical Report). *Journal of Pure Applied Chemistry*. Vol. 87,1051- 1069
- Trinh, T. T., Rozanska, X., Delbecq, F., & Sautet, P. (2012). The initial step of silicate versus aluminosilicate formation in zeolite synthesis: A reaction mechanism in water with a tetrapropylammonium template. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 14(10), 3369–3380. <https://doi.org/10.1039/c2cp23370c>
- Winkler, R. (2020). *Developement of an " all-in-one " approach for the synthesis of silica-based hybrid materials To cite this version : HAL Id : tel-02479604 DE L ' UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER En Chimie et Physico-Chimie de Matériaux Development of an " all -in- one " approac. October 2019.*
- Zimmermann, N. E. R., & Haranczyk, M. (2016). History and Utility of Zeolite Framework-Type Discovery from a Data-Science Perspective. *Crystal Growth and Design*, 16(6), 3043–3048. <https://doi.org/10.1021/acs.cgd.6b00272>

## LAMPIRAN

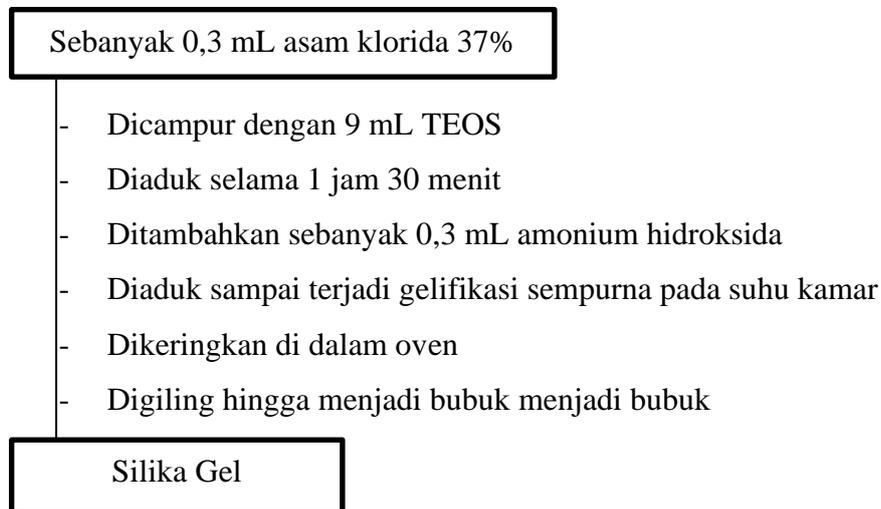
### L.1 Tahapan Penelitian



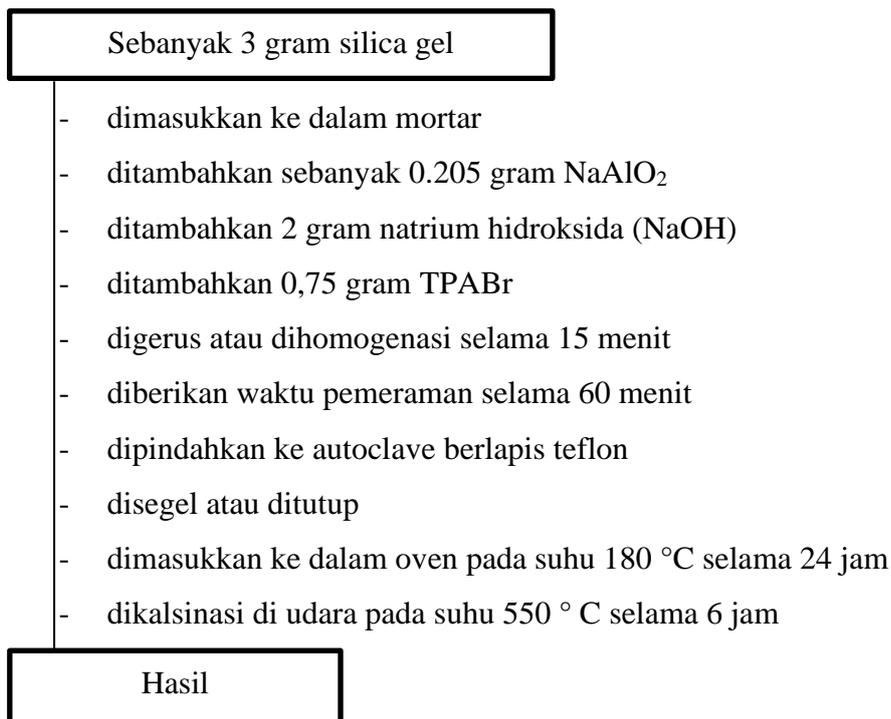
## L.2 Diagram Alir Percobaan

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

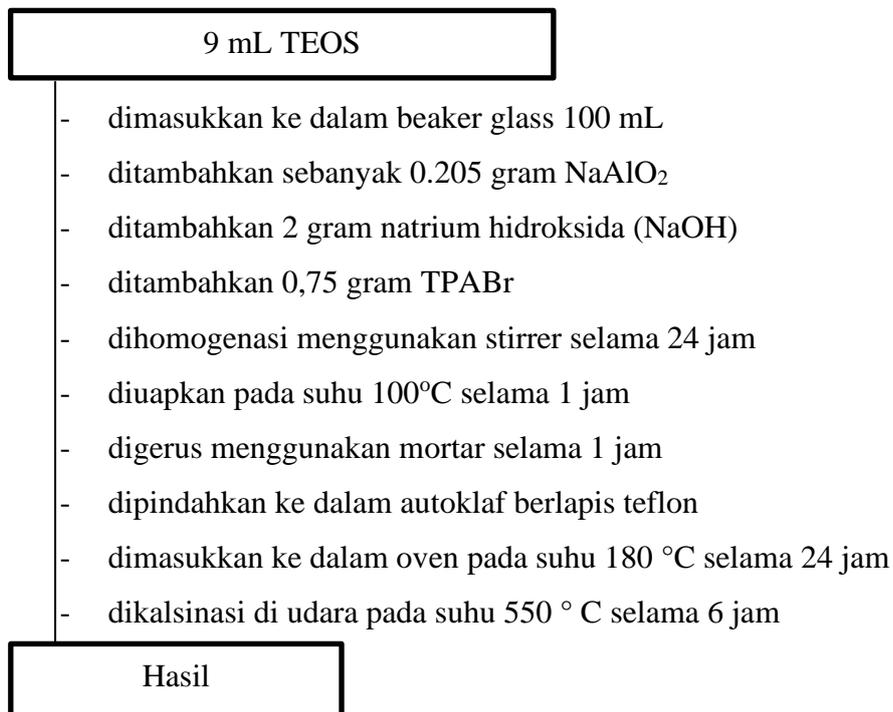
#### 1 Preparasi TEOS



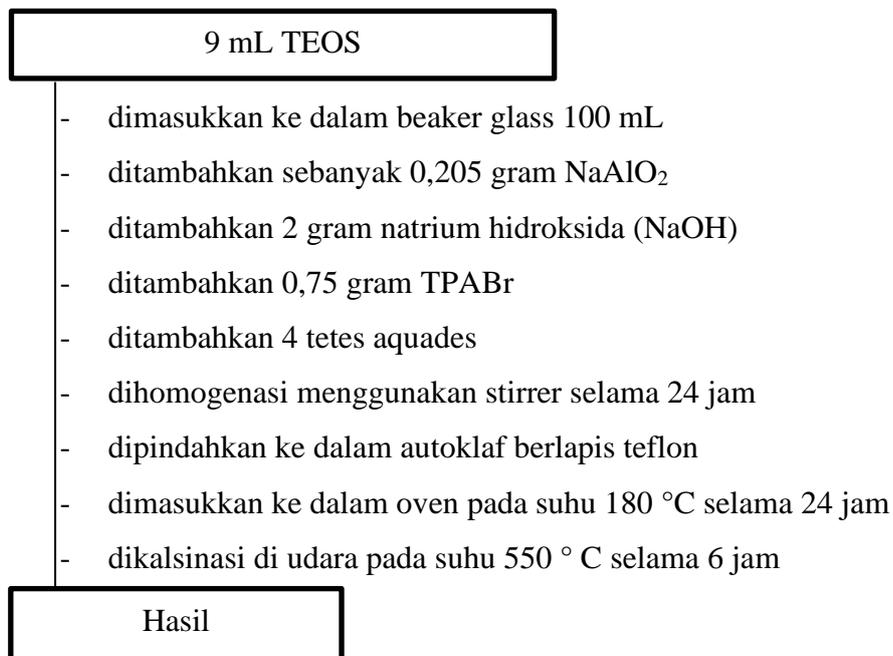
#### 2 Sintesis ZSM-5 dengan Prekursor Silika Gel



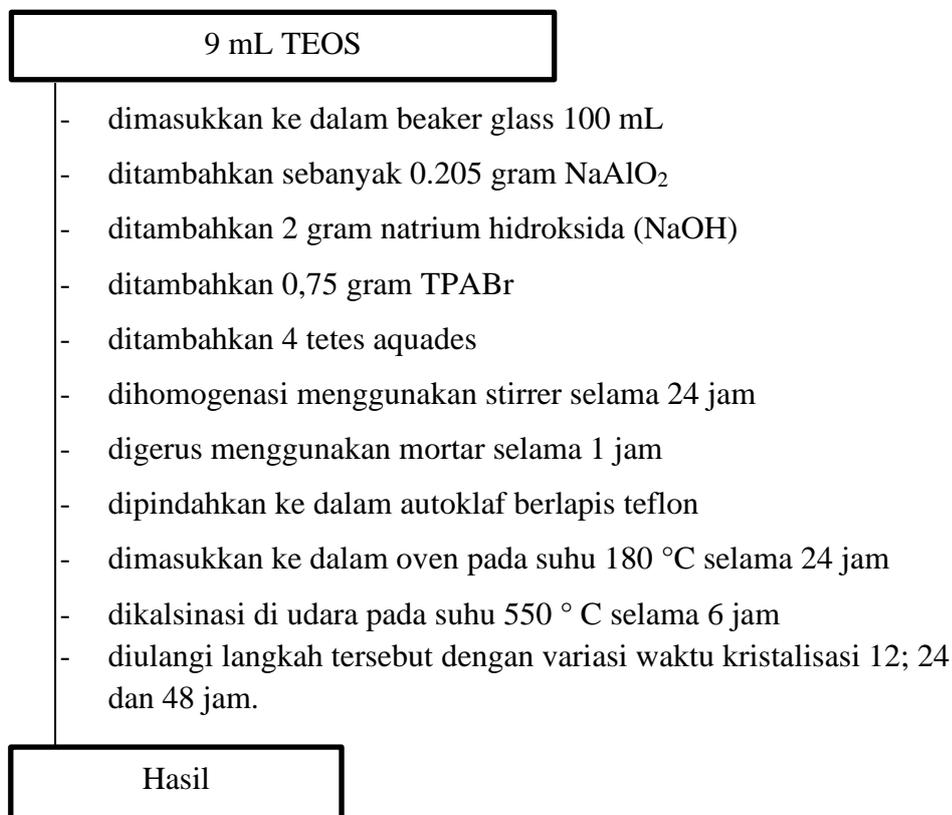
### L.2.2 Sintesis ZSM-5 Metode Penggerusan dengan Prekursor TEOS



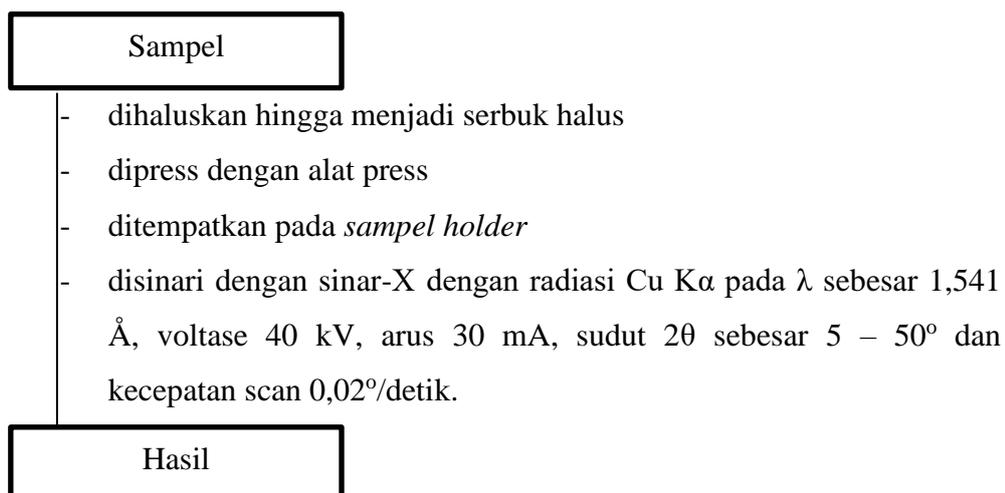
### L.2.3 Sintesis ZSM-5 dengan penambahan aquades menggunakan prekursor TEOS

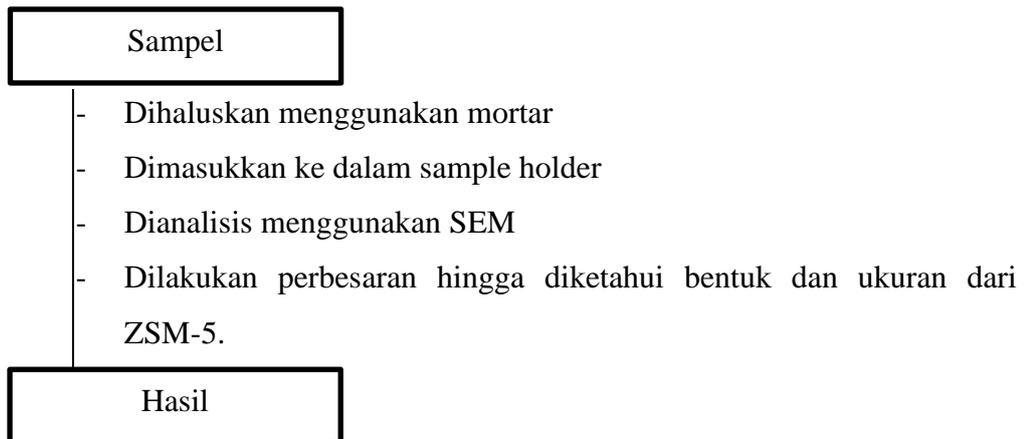


#### L.2.4 Sintesis ZSM-5 metode penggerusan menggunakan prekursor TEOS dengan aquades variasi waktu kristalisasi



#### L.2.5 Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*)



**L.2.6 Karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)**

### L.3 Perhitungan Kimia

#### 1. mol silika gel

Diketahui:

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

Ditanya: mol silika gel

Jawab:  $\text{mol} = \text{massa} / \text{Mr}$

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

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

#### 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. Masaa NaAlO<sub>2</sub> 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

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

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

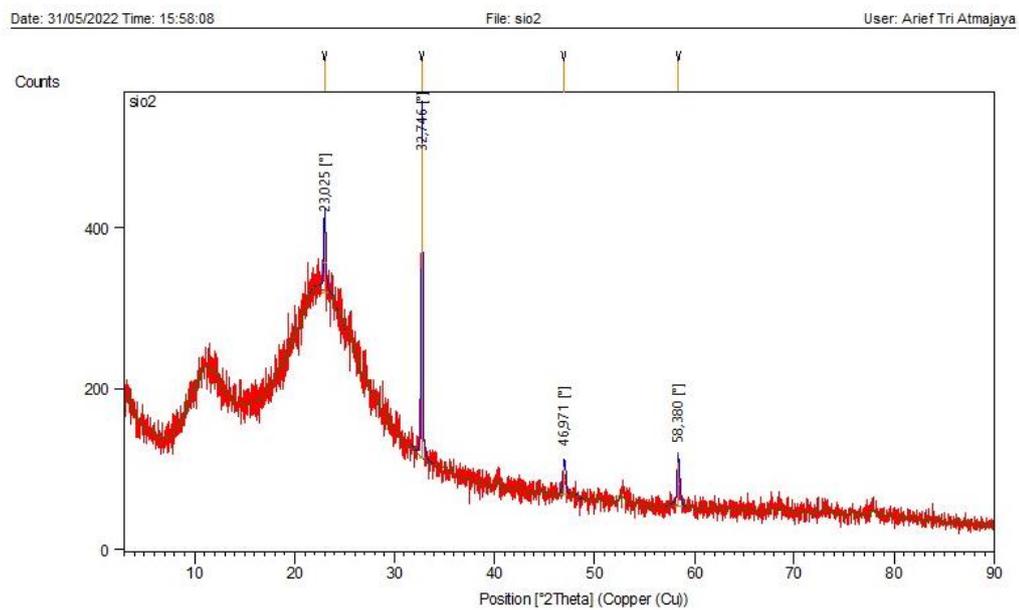
$$0.05 \text{ mol} = \text{massa (gr)} / \text{Mr NaOH}$$

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

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

## L.4 Hasil Karakterisasi XRD

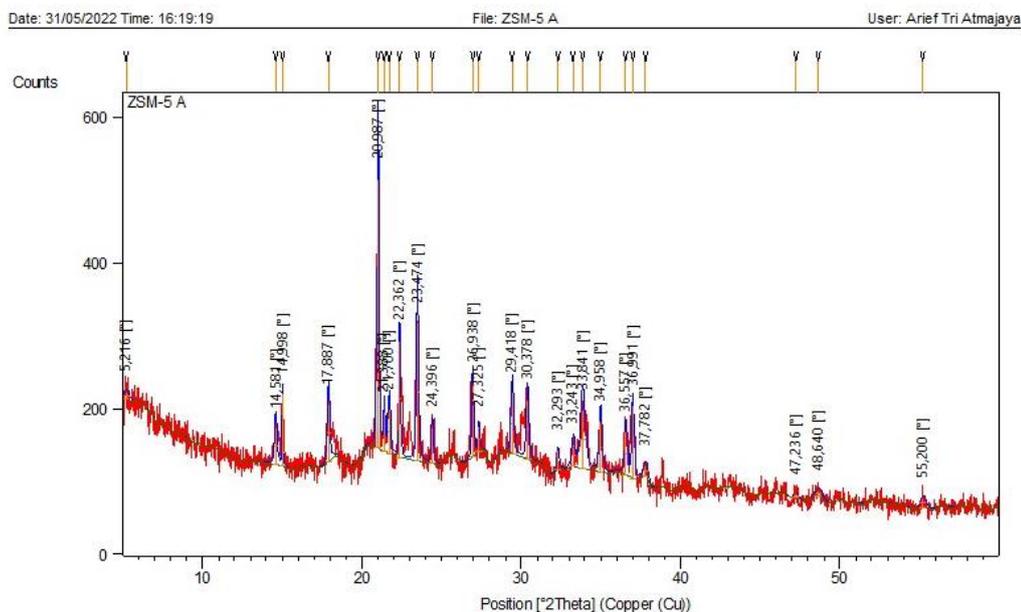
### 1. Silika Gel



No.	Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]
1	23,02491
2	32,74591
3	46,97111
4	58,37995

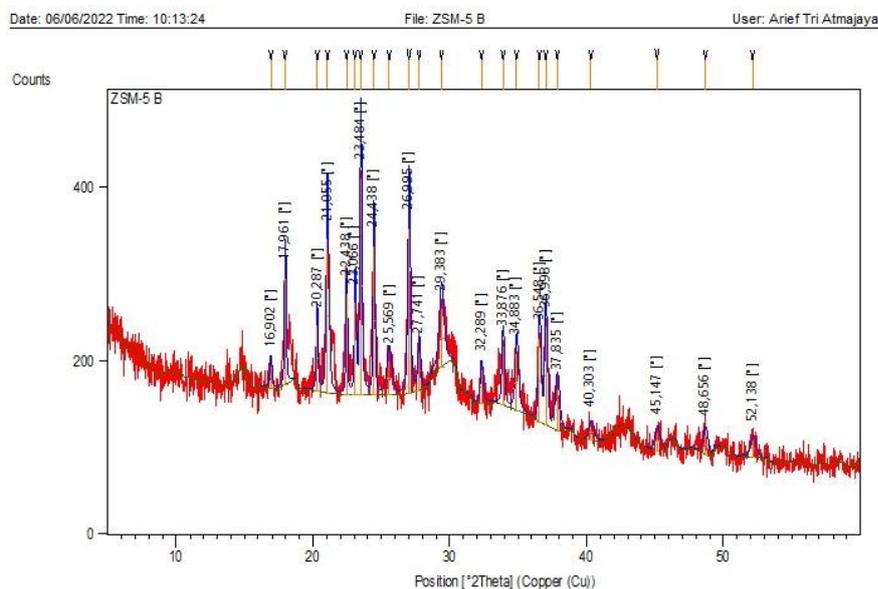
## 2. Hasil Karakterisasi Sintesis ZSM-5

**Sampel A: Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan penambahan aquades tanpa penggerusan**



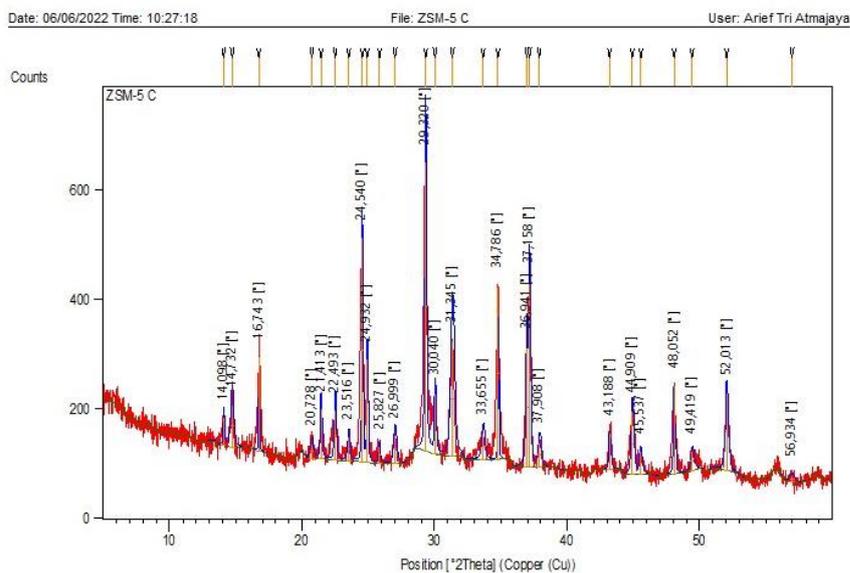
No.	Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	No.	Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]
1	5,215651	20	36,99058
2	14,58142	21	37,7825
3	14,99832	22	47,23647
4	17,88724	23	48,63982
5	20,9866	24	55,20039
6	21,38794		
7	21,69974		
8	22,36206		
9	23,47433		
10	24,39616		
11	26,93795		
12	27,32478		
13	29,4179		
14	30,37807		
15	32,29345		
16	33,2434		
17	33,84119		
18	34,95781		
19	36,55664		

**Sampel B: Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS tanpa penambahan aquades dengan penggerusan**



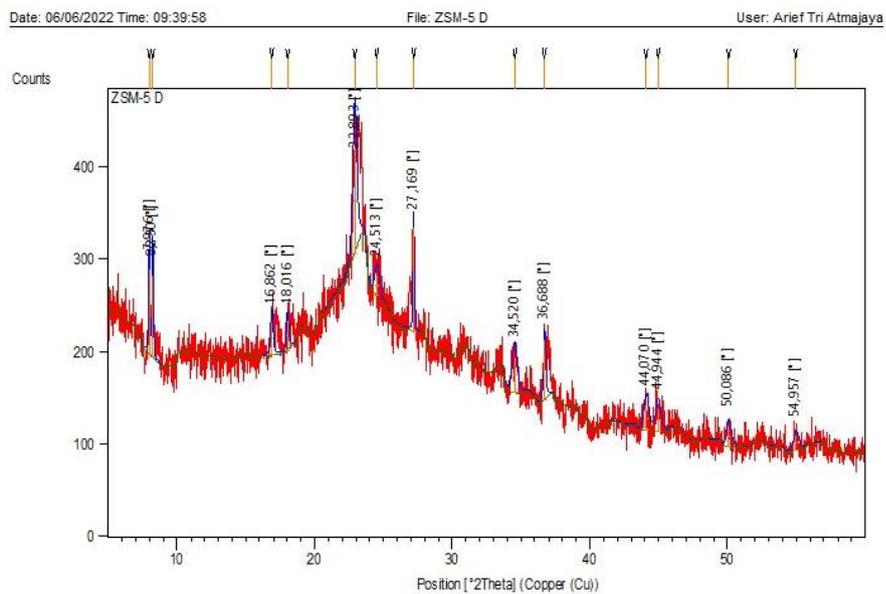
No.	Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]
1	16,90235
2	17,9607
3	20,28697
4	21,05544
5	22,43781
6	23,06608
7	23,48425
8	24,4376
9	25,56937
10	26,99494
11	27,74124
12	29,38261
13	32,2888
14	33,87597
15	34,88326
16	36,548
17	36,99825
18	37,83478
19	40,30329
20	45,14738
21	48,65642
22	52,13849

### Sampel C: Sintesis ZSM-5 prekursor silika gel dengan penggerusan.



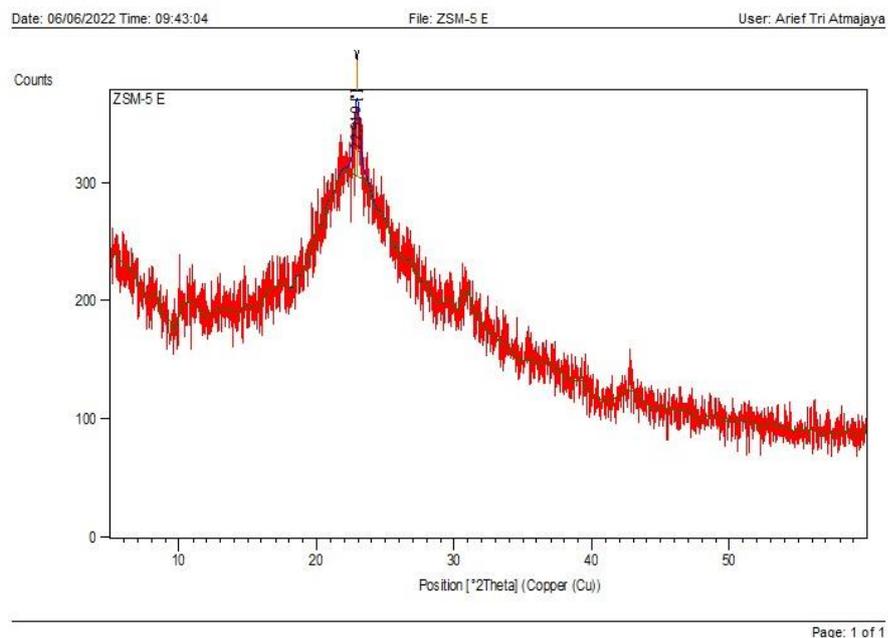
No.	Pos. [°2Th.]	No.	Pos. [°2Th.]
1	14,09752	22	45,53687
2	14,73228	23	48,05187
3	16,74278	24	49,41936
4	20,72786	25	52,01268
5	21,41274	26	56,93443
6	22,49275		
7	23,51611		
8	24,53978		
9	24,93185		
10	25,82747		
11	26,99894		
12	29,32037		
13	30,03953		
14	31,3449		
15	33,65475		
16	34,78566		
17	36,94115		
18	37,15786		
19	37,90815		
20	43,18761		
21	44,90946		

### Sampel D: Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 48 jam waktu kristalisasi

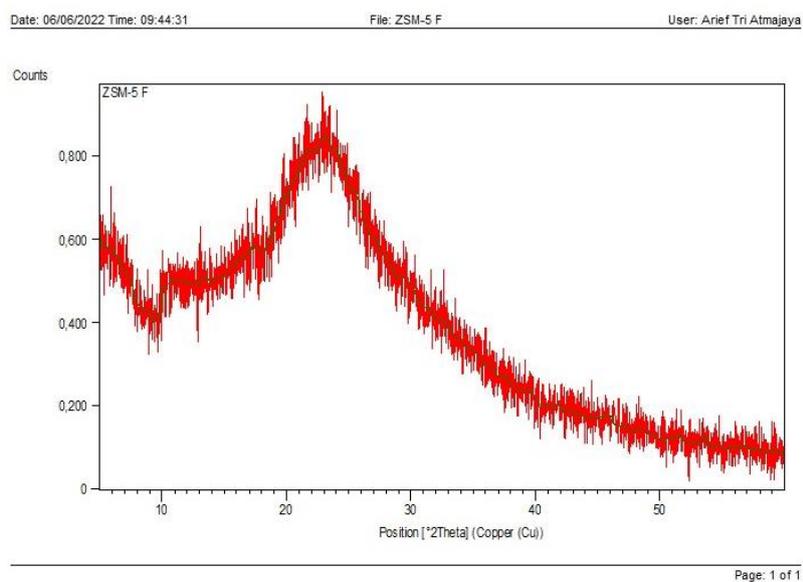


Page: 1 of 1

No.	Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]
1	7,976022
2	8,229698
3	16,86205
4	18,01585
5	22,89285
6	24,51253
7	27,16886
8	34,51993
9	36,68847
10	44,07047
11	44,94363
12	50,08619
13	54,95677

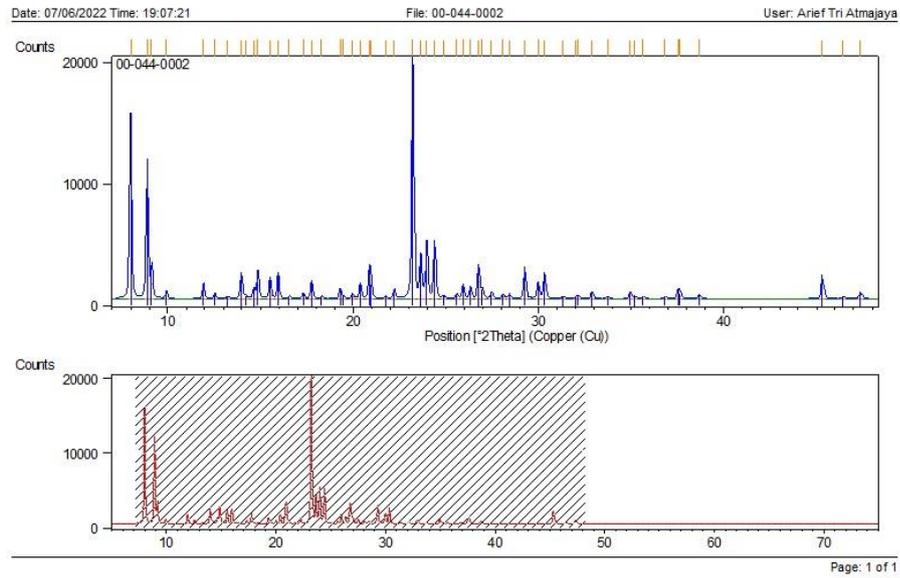
**Sampel E: Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 24 jam waktu kristalisasi**

No.	Pos. [°2Th.]
1	22,90971

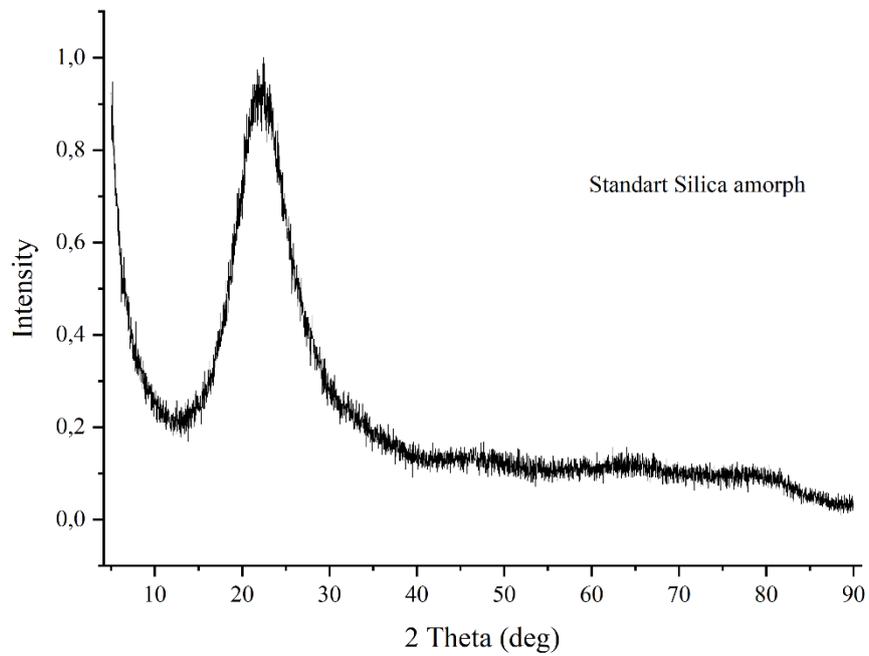
**Sampel F: Sintesis ZSM-5 prekursor TEOS dengan 12 jam waktu kristalisasi**

## L.5 Data XRD Standart

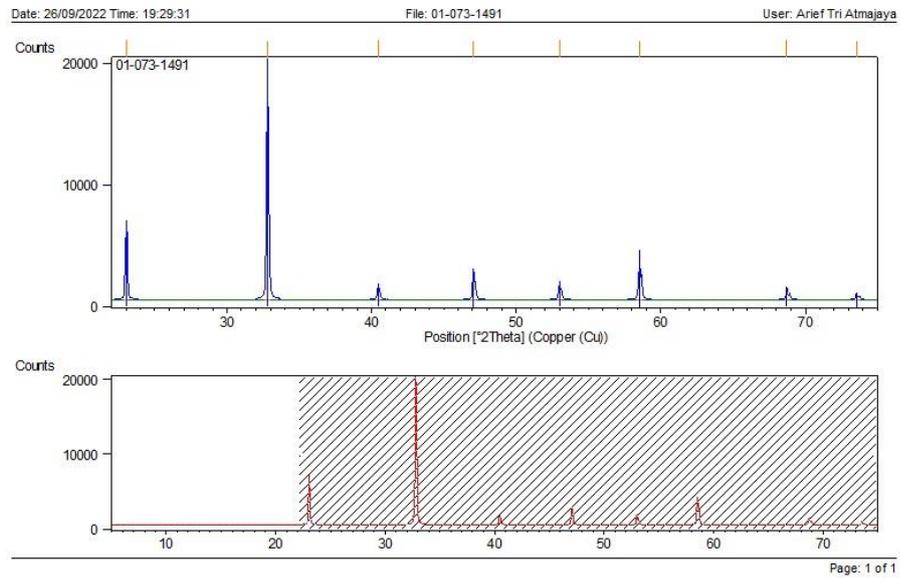
### 1. ZSM-5



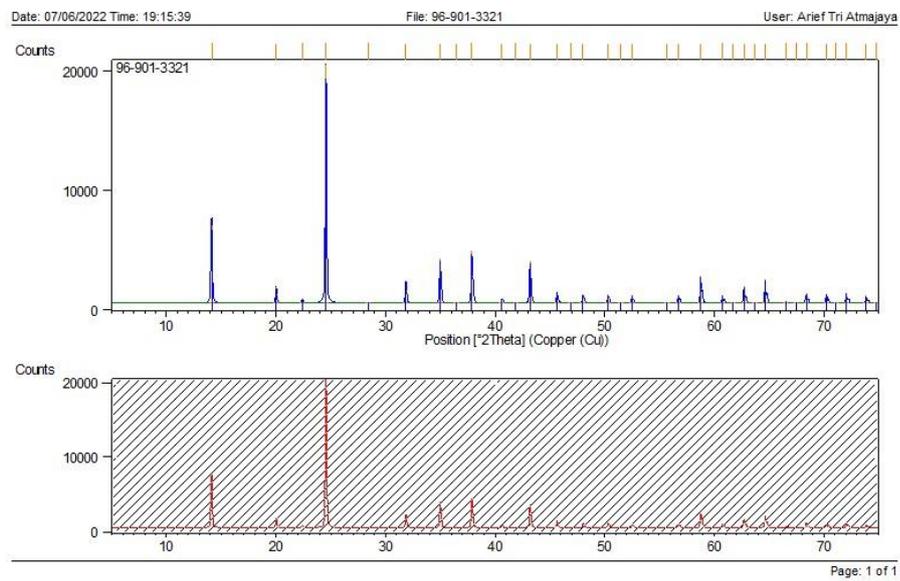
### 3. SiO<sub>2</sub> Amorf



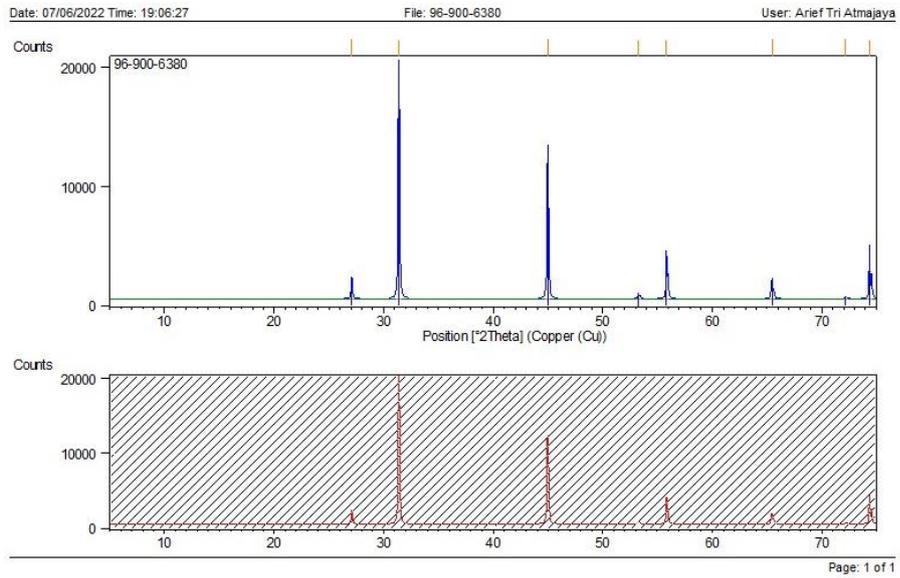
#### 4. NH<sub>4</sub>Cl



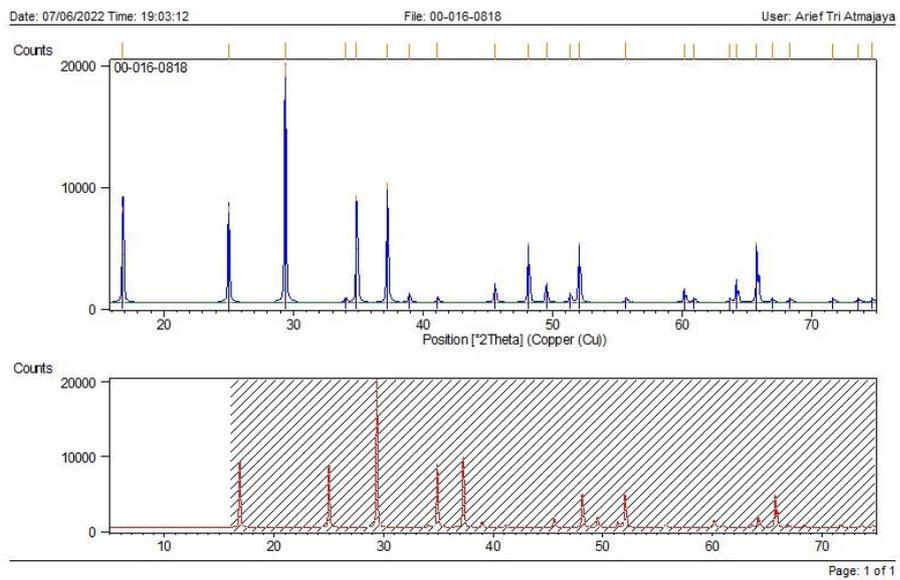
#### 5. Sodalite



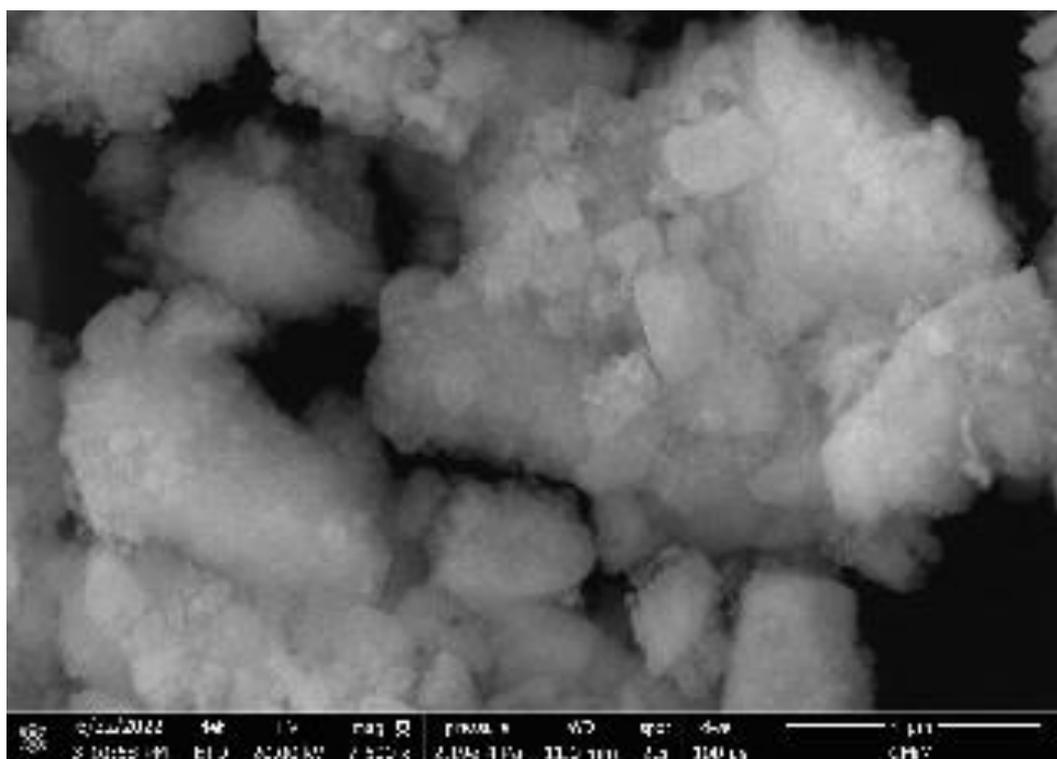
## 6. Halite



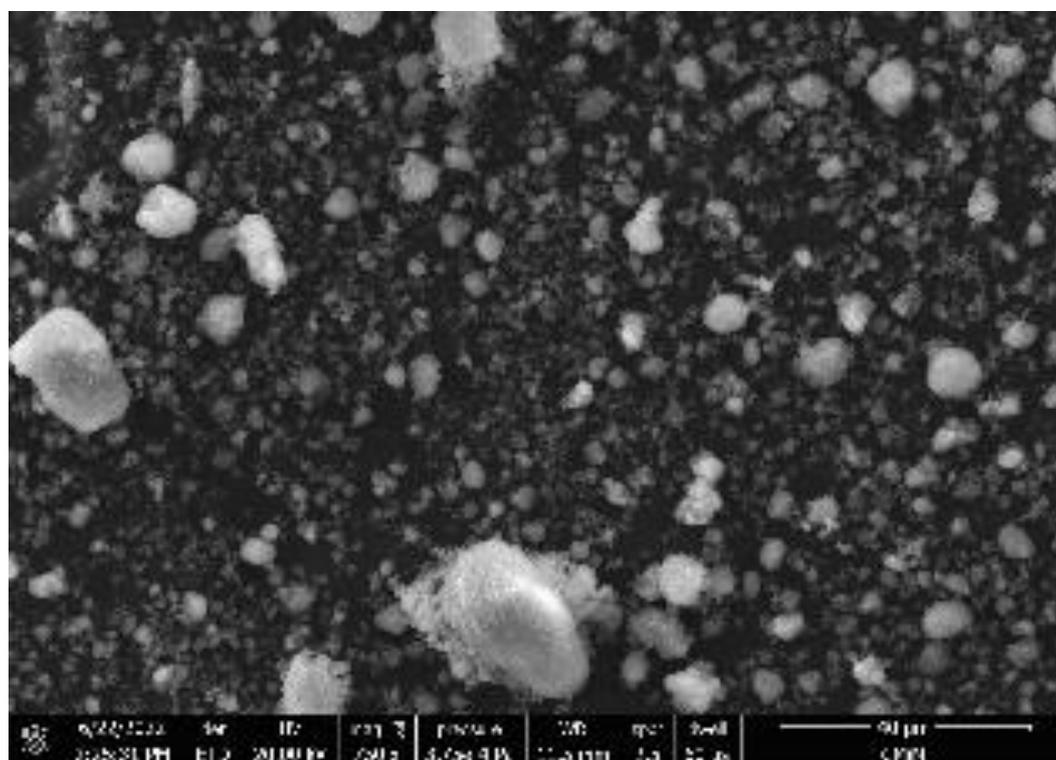
## 7. NaSiO<sub>3</sub>

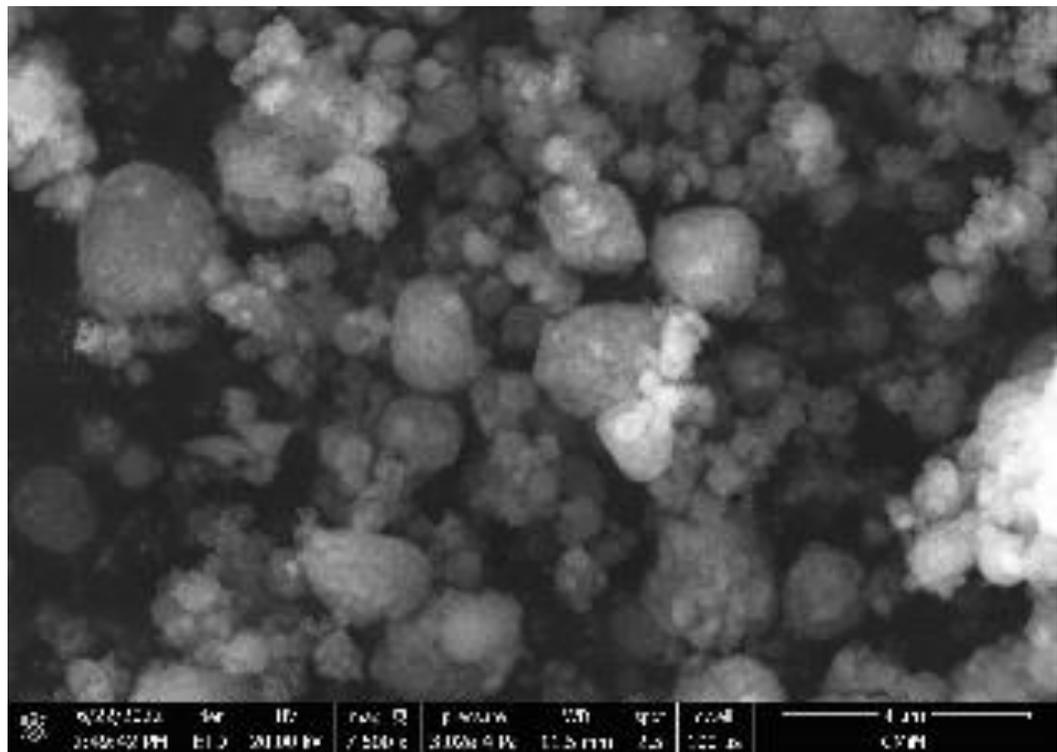
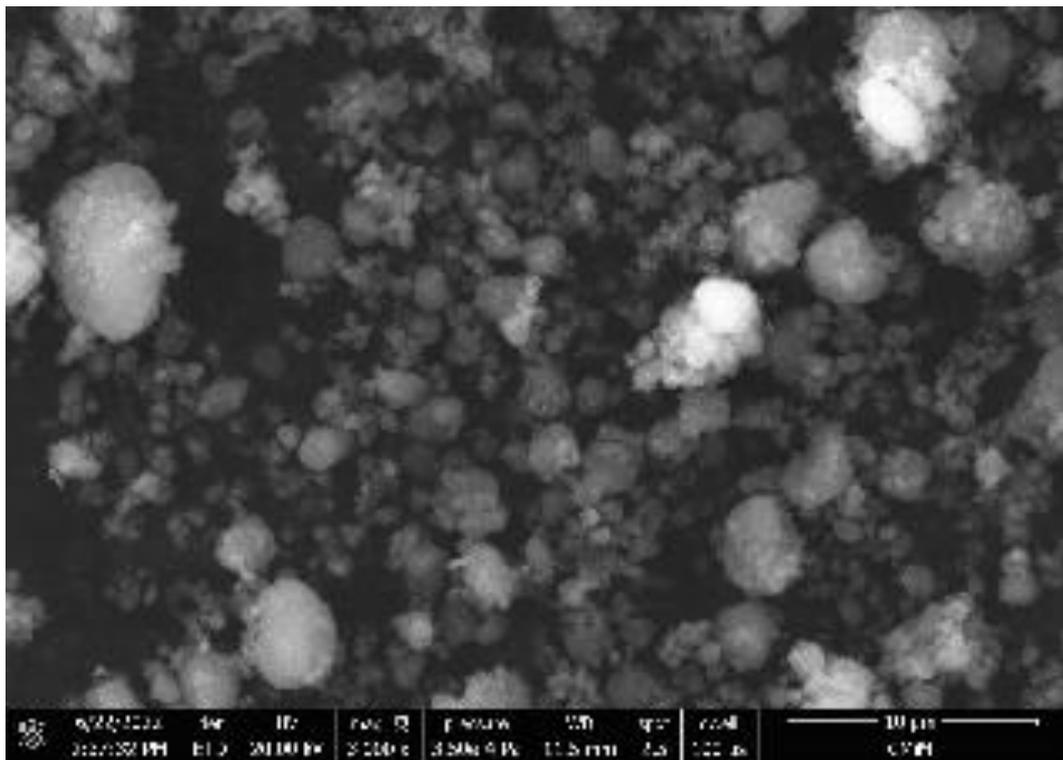




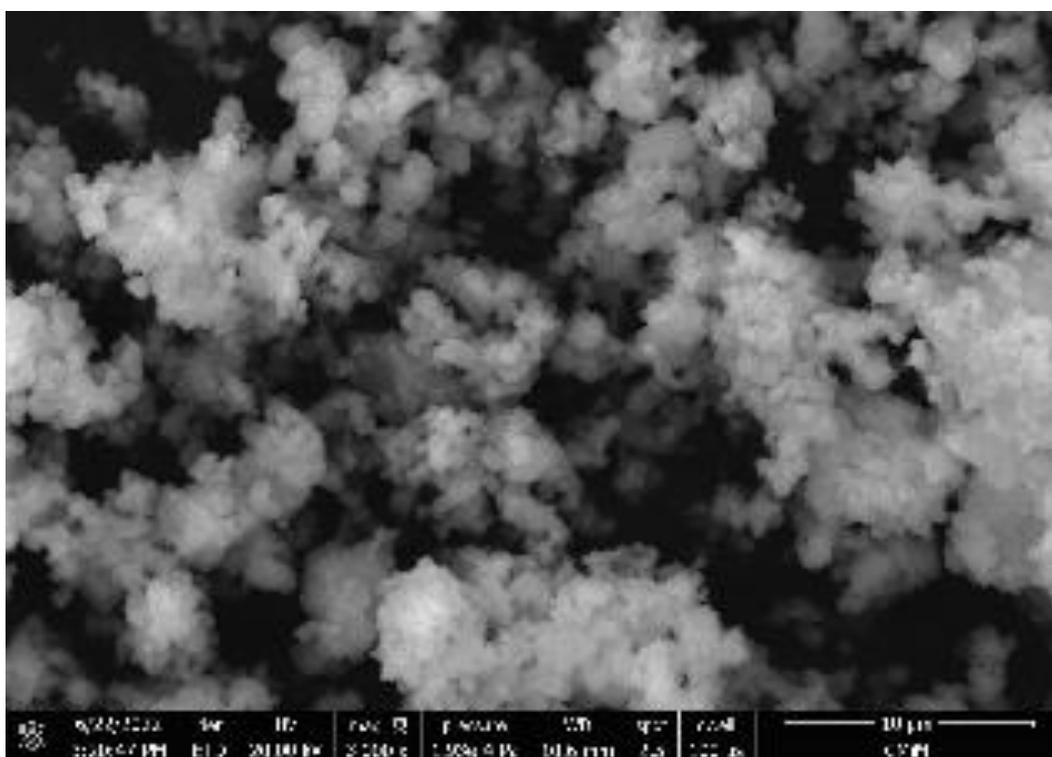
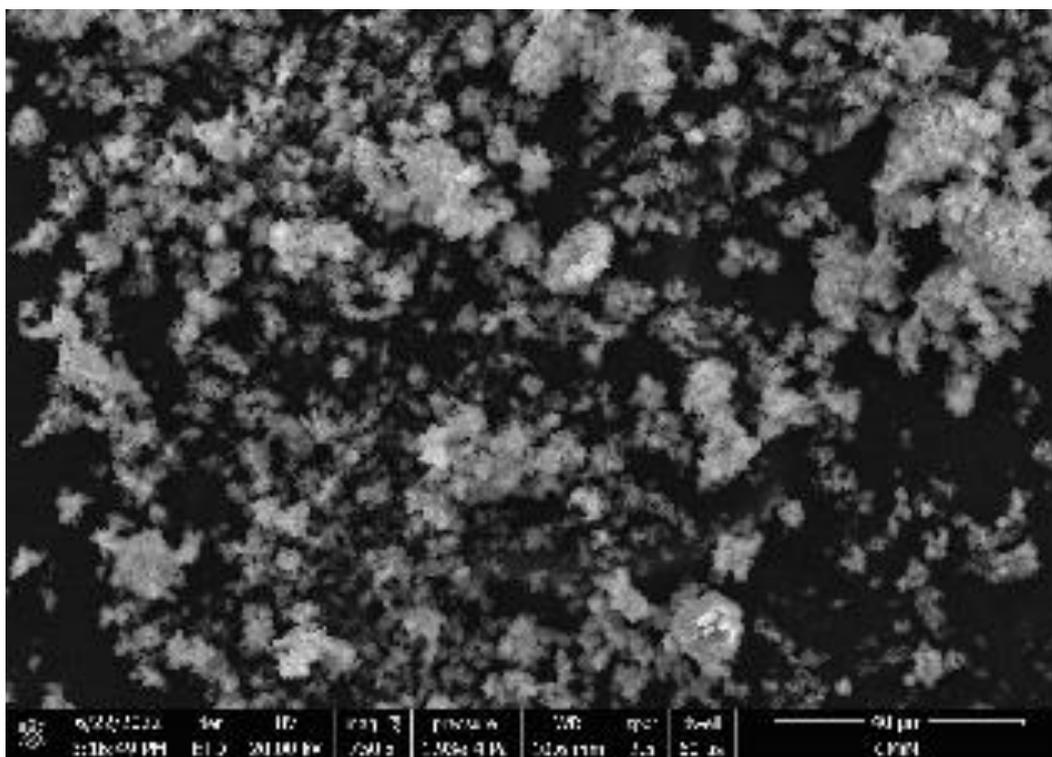


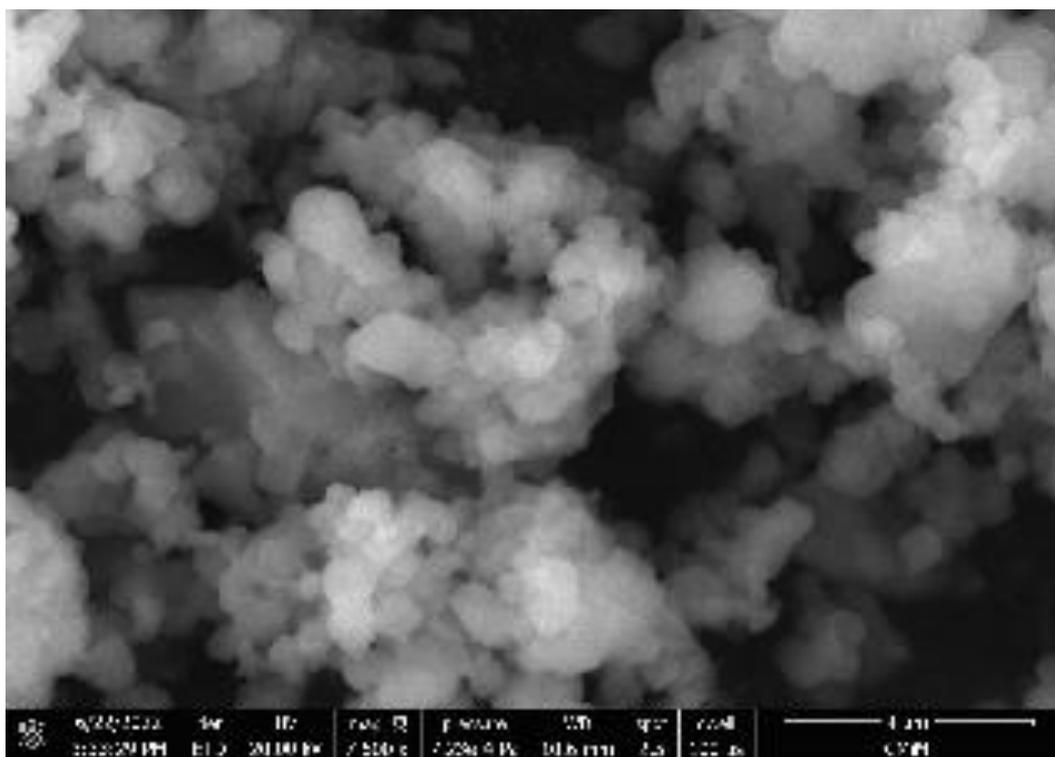
## 2. ZSM-5 E





### 3. ZSM-5 F





## L.7 Perhitungan Ukuran Kristal ZSM-5

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 (1,54056 Å)

$\beta$  = Integrasi luas puncak refleksi (FWHM)

$\theta$  = sudut difraksi

### 1. Ukuran kristal sintesis ZSM-5 waktu kristalisasi 48 jam

$$D = \frac{0,9 \times 1,54056}{0,90427 \times \cos 23,12485}$$

$$D = 86,06801885 \text{ nm}$$

### L.8 Perhitungan Kristalinitas ZSM-5

$$\text{Kristalinitas} = \frac{(\text{Fraksi Luas Kristalin})}{(\text{Fraksi Luas Kristalin} + \text{Fraksi Luas Amorf})} \times 100\%$$

1. Waktu kristalisasi 48 jam

$$\text{Kristalinitas} = \frac{(2660,601)}{(9717,185)} \times 100\%$$

$$\text{Kristalinitas} = 27,38037 \%$$

2. Waktu kristalisasi 24 jam

$$\text{Kristalinitas} = \frac{(290,39172)}{(9452,8044)} \times 100\%$$

$$\text{Kristalinitas} = 3,072016596 \%$$

3. Waktu kristalisasi 12 jam

$$\text{Kristalinitas} = \frac{(0)}{(9452,8044)} \times 100\%$$

$$\text{Kristalinitas} = 0 \%$$