

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
MENGUNAKAN TEMPLAT ORGANIK**

SKRIPSI

Oleh:

**SITI RODHIATUL HIDAYAH
NIM. 12630048**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
MENGUNAKAN TEMPLAT ORGANIK**

SKRIPSI

Oleh:

**SITI RODHIATUL HIDAYAH
NIM. 12630048**

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)**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
MENGUNAKAN TEMPLAT ORGANIK**

SKRIPSI

Oleh
SITI RODHIATUL HIDAYAH
NIM. 12630048

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 10 Oktober 2016

Pembimbing I



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

Pembimbing II



A.Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI RASIO $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
MENGUNAKAN TEMPLAT ORGANIK**

SKRIPSI

Oleh
SITI RODHIATUL HIDAYAH
NIM. 12630048

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 19 Oktober 2016

Penguji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si	(.....)
	NIP. 19810811 200801 2 010	
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si	(.....)
	NIPT. 20130902 2 317	
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc	(.....)
	NIP. 19821104 200901 2 007	
Anggota Penguji	: A. Ghanaim Fasya, M.Si	(.....)
	NIP. 19820616 200604 1 002	

**Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia**



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

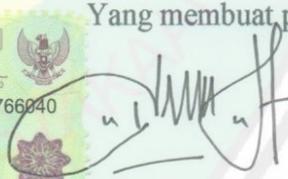
Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Siti Rodhiatul Hidayah
NIM : 12630048
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Templat Organik

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

Malang, 21 Oktober 2016
Yang membuat pernyataan,




Siti Rodhiatul Hidayah
NIM. 12630048

MOTTO

Memulai dengan penuh keyakinan,

Menjalankan dengan penuh keikhlasan,

Menyelesaikan dengan penuh kebahagiaan

“Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain). Dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap.” (QS. Al-Insyirah, 6-8).

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, dengan penuh rasa syukur saya ucapkan pada Allah SWT, tanpa kehendak-Nya penulis tidak akan dapat menyelesaikan penulisan skripsi ini.

Tulisan ini saya persembahkan kepada :

1. Aba dan Ibu tercinta yang selalu memberikan cinta dan dukungan moral serta materi kepada saya dalam penyelesaian Studi S-1 dan penulisan naskah skripsi.
2. Kakakku tercinta yang turut serta memberi dukungan.
3. Bapak/Ibu dosen dengan penuh kesabaran dalam membimbing penyusunan naskah skripsi.
4. Seseorang tersayang yang telah memberikan do'a serta dukungan yang tiada henti dalam penyusunan naskah skripsi.
5. Seluruh teman-teman Chemist 2012.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil ‘Alamin, segala puji bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang dan telah memberikan segala rahmat dan kenikmatan sehingga kami dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Templat Organik” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si).

Penyusun menyadari bahwa masih sangat banyak kesalahan dan kekurangan yang tidak lain disebabkan oleh keterbatasan pengetahuan penulis, sehingga dalam penyelesaian skripsi ini penulis dibantu oleh beberapa pihak. Untuk itu dengan segala ketulusan hati penulis ingin menyampaikan ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak dan Ibu tercinta. Terimakasih atas segala do’a, kepercayaan, cinta kasih yang tiada henti diberikan kepada penulis, dan senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan pencerahan dan penguatan yang sangat berarti bagi penulis.
2. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M,Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

4. Ibu Suci Amalia, M.Sc dan Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku pembimbing, serta Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku konsultan, karena atas bimbingan dan pengarahan yang diberikan, penyusunan skripsi ini dapat terselesaikan
5. Seluruh dosen jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
6. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2012 khususnya dan semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi dan informasi kepada penyusun dalam menyelesaikan proposal penelitian ini
7. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penyusun.

Akhirnya atas segala kekurangan dari proposal penelitian ini, sangat diharapkan saran dan kritik yang bersifat konstruktif dari semua pembaca demi sempurnanya proposal penelitian ini. Semoga proposal penelitian ini dapat memberikan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, Oktober 2016

Penyusun

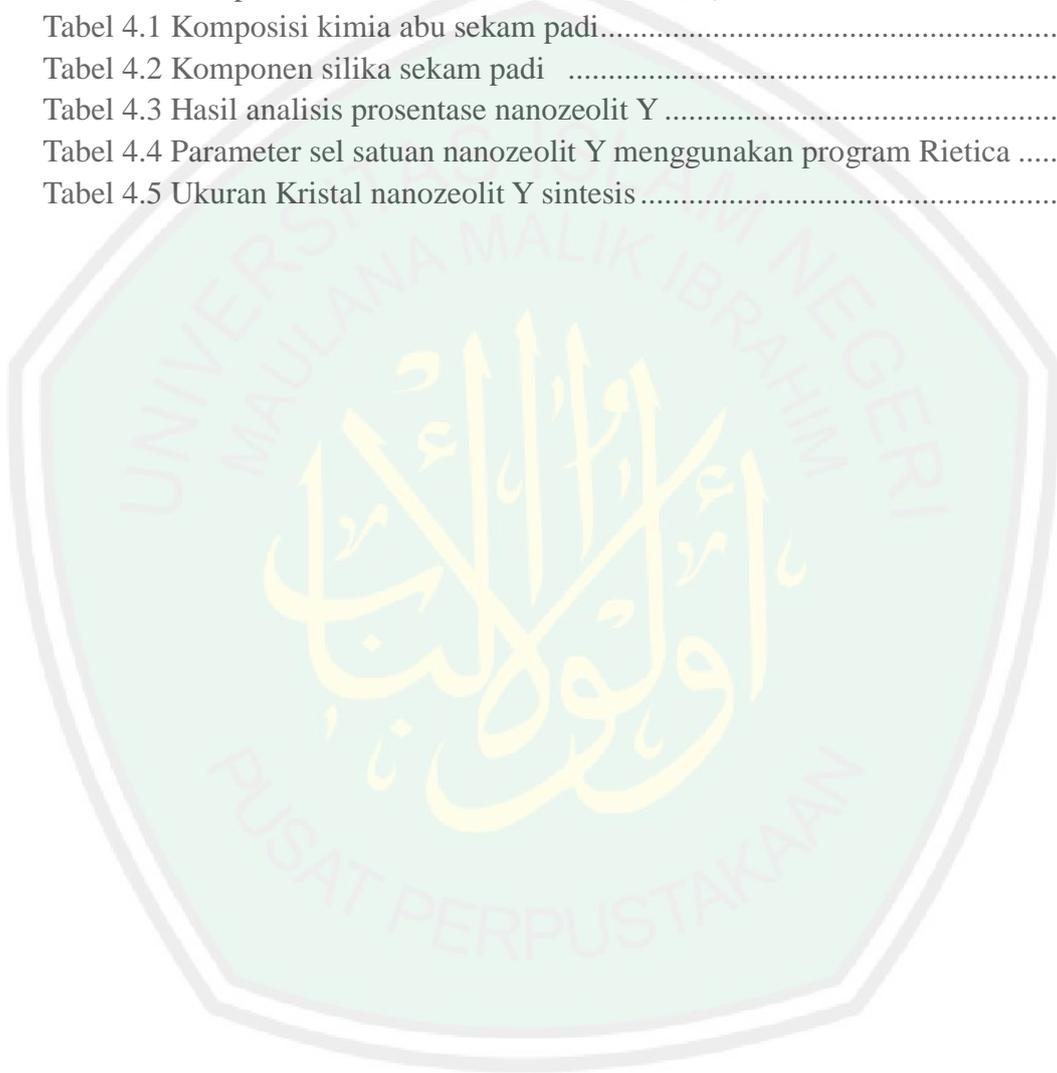
DAFTAR ISI

HALAMAN SAMPUL	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan.....	8
1.4 Batasan Masalah.....	8
1.5 Manfaat Penelitian.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sekam Padi	9
2.2 Komposisi Abu Sekam Padi.	10
2.3 Zeolit Y	12
2.4 Sintesis Zeolit Y	15
2.5 Rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ pada Sintesis Zeolit Y.....	20
2.6 Nanopartikel	22
2.7 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	27
2.8 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	29
2.9 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	31
2.10 Sintesis dan Karakterisasi dalam Prespektif Islam	32
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	36
3.2 Alat dan Bahan	36
3.2.1 Alat-alat	36
3.2.2 Bahan-bahan	37
3.3 Rancangan Penelitian	37
3.4 Tahapan Penelitian.....	37
3.5 Prosedur Penelitian.....	38

3.5.1	Preparasi Abu Sekam Padi.....	38
3.5.2	Ekstraksi SiO ₂ dari Abu Sekam Padi	38
3.5.3	Sintesis Nanozeolit Y.....	39
3.5.4	Karakterisasi	40
	3.5.4.1 <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF)	40
	3.5.4.2 Difraksi Sinar-X (XRD)	40
	3.5.4.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	41
3.5.5	Analisis Data.....	41
	3.5.5.1 Analisis Ukuran Partikel.....	41
	3.5.5.2 Analisa Kemurnian	41
	3.5.5.3 Analisa Morfologi.....	42
BAB IV PEMBAHASAN		
4.1	Preparasi Abu Sekam Padi.....	43
4.2	Ekstraksi SiO ₂ dari Abu Sekam Padi.....	45
4.3	Sintesis Nanozeolit Y	48
4.4	Karakterisasi	52
	4.4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	52
	4.4.2 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	59
4.5	Penggunaan Abu Sekam Padi Prespektif Islam.....	61
BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan.....	66
5.2	Saran	66
DAFTAR PUSTAKA.....		67
LAMPIRAN.....		76

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komposisi abu sekam padi variasi suhu	10
Tabel 2.2 Hasil XRF komposisi zeolit Y	19
Tabel 2.3 Templat organik untuk berbagai jenis zeolit	23
Tabel 2.4 Hasil XRF abu sekam padi	28
Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2, 2,5 dan 3	40
Tabel 4.1 Komposisi kimia abu sekam padi	45
Tabel 4.2 Komponen silika sekam padi	46
Tabel 4.3 Hasil analisis prosentase nanozeolit Y	56
Tabel 4.4 Parameter sel satuan nanozeolit Y menggunakan program Rietica	57
Tabel 4.5 Ukuran Kristal nanozeolit Y sintesis	58



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Hasil XRD dan SEM silika sekam padi	11
Gambar 2.2 Struktur kimia zeolit.....	12
Gambar 2.3 Unit struktur zeolit A, sodalit, dan faujasit.....	13
Gambar 2.4 Struktur dasar dan supercage zeolit Y	14
Gambar 2.5 Proses pembentukan zeolit Y	15
Gambar 2.6 Struktur TMAOH	24
Gambar 2.7 Interkasi templat dalam pembentukan zeolit	25
Gambar 2.8 Nanozeolit Y dengan dan tanpa penambahan templat	27
Gambar 2.9 Prinsip kerja XRF.....	28
Gambar 2.10 Difraktogram zeolite standar.....	30
Gambar 2.11 Difraktogram zeolit Y dari abu sekam padi.....	30
Gambar 2.12 Hasil SEM zeolit Y.....	32
Gambar 4.1 Difraktogram silika sekam padi	47
Gambar 4.2 Difraktogram nanozeolit Y rasio molar 2; 2,5; dan 3.....	53
Gambar 4.3 Nanozeolit Y pada rasio 2,5 dan 3.....	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja	76
Lampiran 2 Perhitungan komposisi bahan.....	79
Lampiran 3 Perhitungan pembuatan larutan	83
Lampiran 4 Hasil karakterisasi.....	85
Lampiran 5 Hasil analisa data.....	95
Lampiran 6 Dokumentasi.....	100
Lampiran 7 Data standar zeolit	102



ABSTRAK

Hidayah, S.R. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Templat Organik**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: A.Ghanaim Fasya, M.Si; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci : Abu Sekam Padi, Metode Sol-Gel, Nanozeolit Y, Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, Templat Organik

Sekam padi merupakan limbah dari industri penggilingan padi yang memiliki kandungan silika sangat tinggi. Penelitian ini menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika dalam sintesis nanozeolit Y. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ hasil sintesis menggunakan templat organik.

Ekstraksi silika dalam abu sekam padi dilakukan dengan penambahan NaOH. Silika hasil ekstraksi di karakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Sintesis nanozeolit Y dilakukan menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan proses hidrotermal. Penelitian ini menggunakan penambahan templat organik berupa TMAOH sebagai pengarah struktur. Variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan yaitu 2; 2,5; dan 3. Nanozeolit Y hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kemurnian, kristalinitas, dan ukuran kristalnya. *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologinya.

Analisis XRF menunjukkan kandungan silika abu sekam padi hasil ekstraksi sebesar 94,7 %. Analisis XRD menunjukkan bahwa sintesis nanozeolit menghasilkan campuran nanozeolit Y dan A. Nanozeolit Y sintesis mempunyai kemurnian tertinggi terbentuk pada rasio 2,5. Ukuran kristal nanozeolit Y rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ berturut-turut adalah 30-90 nm; 40-100 nm; dan 45-50 nm. Analisis SEM menunjukkan morfologi pada rasio 2,5 memiliki bentuk kristal kubik dengan keseragaman yang rendah sedangkan pada rasio 3 kristal yang dihasilkan kecil dan seragam.

ABSTRACT

Hidayah, S.R. 2016. **Synthesis and Characterization Nanozeolite Y from Rice Husk Ash with Molar Ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Variation using Organic Template.** Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords : Rice Husk Ash, Sol-Gel Methode, Nanozeolite Y, Molar Ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, Organic Template

Rice husk is a waste of rice milling industry that content high silica. This research was used rice husk ash as silica source for synthesis nanozeolite Y. The purpose of this research is to determine the character of nanozeolite Y synthesis from rice husk ash with molar ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ variation using organic template.

Silica extraction from rice husk ash was prepared by adding NaOH. Then, Analysis with XRF to showed silica content of rice husk ash. Synthesis nanozeolit Y was done using sol-gel metode, then hydrothermal proces. This research was used organic template as structure direct agent. Variation of molar ratio was used is 2; 2,5; and 3. Nanozaolite Y was characterized by X-ray Diffraction (XRD) to know purity, crystallinity, and crystal size. Scanning Electron Microsope (SEM) to know the morphology of nanozeolite.

Analysis with XRF showed silica content of rice husk ash after extraction is 94,7 %. Analysis with XRD showed that the nanozeolite synthesis produces a mixture of nanozeolite Y and A. Nanozeolite Y synthesis has highest purity at ratio of 2,5. The crystal size of nanozeolite Y molar ratio 2; 2,5; and 3 are 30-90 nm; 40-100 nm; and 45-50 nm. Analysis SEM showed the morphology of nanozeolite Y molar ratio 2,5 has a cubic crystal type with low uniformity, Whereas nanozeolite Y molar ratio 3 has small crystal type with high unifomity.

المخلص

الهداية , سيتي.راضية ٢٠١٦. تصنيع وتوصيف نانولزيوليت ي من قشر الأرز رماد بأنواع نسبة الموالى $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ باستخدام تمفلات اوركانيك. البحث. قسم الكيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الاسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى : سوجي عملية الماجستير، المشرفة الثانية : أحمد غنائم فشا الما جستير، المستشار : سوسي نور الخليفة الماجستير.

كلمات البحث: قشر الرز الرماد، طريقة سول-جيل، نانوالزيوليت Y ، نسبة الموالى $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ، تمفلات اوركانيك

قشر الارز هو مضيعة للصناعة طحن الارز الذي يحتوي على نسبة السيليكا عالية جدا. استخدام هذه الدراسة قشر الارز الرماد بمصدر من السيليكا لتصنيع نانولزيوليت ي. والغرض من هذه الدراسة هو معرفة خصائص نانولزيوليت ي من قشر الارز الرماد مع اختلاف نسبة الموالى $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ توليفها . استخراج السيليكا من قشر الارز الرماد بزيادة NaOH. وتوصيف السيليكا باستعمال XRF و XRD. يتم توليف نانوالزيوليت ي باستخدام طريقة سول-جيل، ثم عملية الحرارية المائية. تستخدم هذه الدراسة بإضافة تمفلات اوركانيك TMAOH. الاختلافات في نسبة المولي من $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ المستخدمة هي ٢؛ ٥.٢؛ و ٣. نانوالزيوليت ي توليف تميزت باستخدام XRD لتحديد النقاء، و كريستاليني، وحجم من الكريستال و لتحديد التشكل نانوالزيوليت Y باستخدام SEM . بين تحليل XRF محتوى السيليكا مقتطف من قشر لرز الرماد ٩٤,٧ في المائة. و تحليل XRD قد اظهر ان تركيب نانوالزيوليت هي خليط نانوالزيوليت ي و نانوالزيوليت ا. نانوالزيوليت ي الاصطناعي له النقي الأعلى على نسبة ٥,٢. وقدر الحجم نانوالزيوليت ي نسبة الموالى $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ٢؛ ٢,٥؛ و ٣؛ المتواليات ٣٠-٩٠؛ ٤٠٤-١٠٠؛ و ٤٥-٥٠ نانومتر. و اظهر تحليل SEM التشكل بنسبة ٥,٢ يحتوي على شكل كريستال كوبيك مع التوحيد منخفضة بينما في نسبة ٣ كريستال تنتج صغيرة و موحدة.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Padi merupakan produk utama pertanian di Indonesia yang kebutuhannya semakin meningkat. Hal ini mengakibatkan produk samping dari industri penggilingan padi semakin melimpah, salah satunya sekam padi. Menurut Prasad, dkk (2001) industri penggilingan padi dapat menghasilkan 20-22 % sekam padi. Selama ini, pemanfaatan sekam padi masih terbatas sebagai pakan ternak, bahan bakar dalam pembakaran batu merah dan bahan bakar memasak sehingga memiliki nilai ekonomis yang relatif rendah.

Upaya peningkatan nilai ekonomis sekam padi salah satunya dengan memanfaatkan kandungan silika dalam abu sekam padi. Menurut Hsu dan Luh (1980) sekam padi yang telah dibakar mengandung silika yang sangat tinggi sehingga dapat dimanfaatkan untuk kebutuhan riset ilmiah. Peningkatan manfaat limbah sekam padi tersebut sesuai dengan firman Allah SWT Surah Ali-Imran ayat 191:

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ

هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

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

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah memberikan manusia akal untuk senantiasa memikirkan (*tafakkur*) dan merenungkan tentang penciptaan langit dan bumi sehingga manusia memahami bahwa segala ciptaan Allah menunjukkan keagungan, hikmah, dan rahmat-Nya. Segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT tersebut, tidak ada yang sia-sia melainkan memiliki manfaat masing-masing. Begitu juga dengan limbah sekam padi yang memiliki banyak manfaat bagi kehidupan, salah satunya sebagai sumber silika.

Beberapa penelitian sebelumnya menyatakan bahwa silika dapat diperoleh dari bahan alam dengan kemurnian yang berbeda-beda diantaranya abu vulkanik Gunung Kelud mengandung silika sebesar 35,3 % (Bahri, 2015), abu ampas tebu mengandung silika sebesar 44,6% (Zahro, 2014), abu layang mengandung silika sebesar 62,98% (Jumaeri dkk., 2008), dan abu sekam padi mengandung silika sebesar 97,3 % (Pratomo, dkk., 2013). Berdasarkan data tersebut, abu sekam padi memiliki kandungan silika lebih tinggi dari bahan lainnya. Rahman, dkk (2009) menyatakan bahwasilika dalam abu sekam padi yang dibakar pada suhu 500 °C selama 6 jam dengan pencucian asam yaitu sebesar 95,85 % dan tanpa pencucian asam sebesar 90 %. Penelitian mengenai sekam padi juga telah dilakukan oleh Mohamed, dkk (2012) dengan mencuci sekam padi menggunakan HCl 37 % kemudian ditanur pada suhu 550 °C selama 6 jam dan dihasilkan silika sebesar 89 %. Tingginya kandungan silika dalam abu sekam padi merupakan alasan utama penggunaan abu sekam padi sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit.

Zeolit merupakan suatu mineral yang tersusun dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dengan atom oksigen sebagai penghubung antara atom silikon dan aluminium yang digabungkan secara tiga dimensi dengan kandungan kation alkali maupun alkali tanah sebagai kation pengimbang (Smart, 1993). Zeolit banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, penukar ion, dan katalis. Seiring dengan berkembangnya teknologi, pemanfaatan zeolit semakin meningkat sehingga kebutuhan akan zeolit juga semakin bertambah. Zeolit dapat diperoleh dengan melakukan sintesis dari bahan alam salah satunya abu sekam padi. Wittayakun, dkk (2008) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi. Difraktogram yang dihasilkan sesuai dengan difraktogram zeolit Y standar sehingga dapat disimpulkan bahwa diperoleh zeolit Y murni.

Zeolit sintesis yang banyak dikembangkan saat ini salah satunya yaitu zeolit Y. Zeolit Y merupakan jenis faujasit yang kaya akan silika dengan perbandingan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1,5-3. Zeolit Y memiliki stabilitas serta selektifitas yang tinggi (Weikamp dan Puppe, 1999). Selain itu zeolit Y banyak dimanfaatkan sebagai adsorben, removal, pemisah fruktosa-glukosa, pemisah N_2 di udara, serta bahan pendingin kering (Saputra, 2006) sehingga penelitian mengenai sintesis zeolit Y perlu dikembangkan.

Sintesis zeolit Y dapat dilakukan menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan proses hidrotermal (Imam, dkk., 2013). Anggoro dan Purbasari (2009) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan

variasi suhu kristalisasi serta waktu kristalisasi dan dilaporkan bahwa kondisi optimum untuk sintesis zeolit Y dari abu sekam padi yaitu pada suhu 100 °C selama 48 jam dan diperoleh persen kristalinitas zeolit Y sebesar 74 %. Rosman, dkk (2014) juga telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi waktu pemeraman (8, 12, dan 24 jam) dan waktu kristalisasi (8 dan 12 jam) pada suhu 100 °C dan melaporkan bahwa kondisi paling optimum untuk sintesis zeolit Y dari abu sekam padi yaitu dengan waktu aging 8 jam dan waktu kristalisasi 8 jam. Kelebihan dari metode sol-gel yaitu suhu untuk reaksi relatif rendah, menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi, dan distribusi ukuran partikel yang homogen (Fernandes, 2011).

Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi hasil sintesis yaitu perbandingan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Perbedaan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dapat mempengaruhi ukuran kristal, kristalinitas, luas permukaan, keasaman, serta kemurnian dari zeolit yang dihasilkan. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Kasmui, dkk (2008) menunjukkan bahwa rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ berbanding terbalik dengan ukuran pori struktur zeolit. Semakin kecil rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ maka ukuran pori struktur zeolit yang dihasilkan akan semakin besar, begitu pula sebaliknya. Htay dan Oo (2008) telah melakukan sintesis zeolit Y menggunakan metode hidrotermal dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,3 dengan proses *aging* (pemeraman) pada suhu 50 °C selama 24 jam serta kalsinasi pada suhu 100 °C selama 48 jam dan diperoleh hasil zeolit sintesis tipe P dan Y dengan

zeolit Y paling dominan. Selain itu, Fathizadeh (2011) telah melakukan sintesis zeolit Y metode hidrotermal dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,43 dan dihasilkan zeolit Y dengan kristalinitas yang tinggi.

Penelitian pengaruh kandungan silikat dan aluminat dalam pembuatan zeolit Y dari abu sekam padi telah dilakukan oleh Anggoro, dkk (2007) dan dilaporkan bahwa zeolit Y yang dibuat dengan penambahan berat silika 37,6 gram memiliki persen kristalinitas sebesar 17 % sedangkan dengan berat silika 20 gram memiliki persen kristalinitas sebesar 14 %. Bertambahnya berat silika dalam pembuatan zeolit Y dari abu sekam padi dapat meningkatkan derajat kristalinitas zeolit yang dihasilkan. Mohammed, dkk (2012) juga telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,8 pada suhu 110°C selama 24 jam dan dihasilkan zeolit Y murni. Selain itu, Zahro, dkk (2014) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (2 ; 2,5 ; 3) dihasilkan kristalinitas dan luas permukaan zeolit Y tertinggi yaitu pada rasio 3, pada rasio 2,5 terbentuk zeolit Y paling murni. Oleh karena itu, dalam penelitian ini dipelajari pengaruh variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Beberapa penelitian sebelumnya telah membuktikan bahwasanya abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit. Akan tetapi, penelitian tentang sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi belum pernah dilaporkan.

Nanopartikel didefinisikan sebagai partikel dengan dimensi karakteristik rata-rata <100 nm (Hu, 2010). Nanopartikel memiliki nilai lebih karena nanopartikel memiliki luas permukaan yang besar sehingga semakin meningkat kereaktifannya dibanding material biasa. Semakin kecil ukuran suatu material maka luas permukaannya semakin besar sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi dengan reaktan lain akan semakin meningkat (Yulizar, 2004). Hal ini yang menjadikan pertimbangan ekonomis bagi pengguna nanopartikel untuk mendapatkan kualitas produk yang baik dengan penggunaan material dalam jumlah sedikit. Sintesis nanozeolit dilakukan dengan penambahan suatu templat organik yang berguna sebagai molekul pengarah dalam pembentukan nanozeolit. Templat organik yang digunakan untuk sintesis zeolit tipe faujasit yaitu TMA^+ (*Tetramethyl ammonium*) (Mintova dan Ng, 2002).

Penelitian mengenai sintesis nanozeolit Y dengan sumber silika sintetis menggunakan templat organik berupa TMAOH telah dilakukan oleh Taufiqurrahmi, dkk (2011) dan dihasilkan nanozeolit Y dengan ukuran partikel sebesar 50 nm. Sharma, dkk (2014) telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik dengan variasi sumber silika TMS, CSS, dan TEOS dan dilaporkan ukuran partikel yang dihasilkan berturut-turut 40, 70, dan 85 nm. Penelitian tentang sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik juga telah dilakukan oleh Yin, dkk (2011) dan dilaporkan bahwa nanozeolit yang terbentuk memiliki ukuran 40-90 nm. Rasouli, dkk (2011) melakukan penelitian

mengenai sintesis nanozeolit NaY dari silika sintesis (TEOS) menggunakan metode sol-gel dengan penambahan TMAOH dan dihasilkan nanozeolit NaY dengan ukuran sebesar 20 ± 5 nm. Selain itu, Sadeghi, dkk (2013) juga telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan TMAOH dengan metode hidrotermal dan diperoleh ukuran partikel nanozeolit sebesar 50 nm. Dengan demikian, pada penelitian ini sintesis nanozeolit Y dilakukan menggunakan penambahan templat organik.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik TMAOH dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2; 2,5; dan 3. Hasil sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kristalinitas, ukuran partikel, serta kemurnian dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi dan ukuran partikel.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dapat disimpulkan dari latar belakang di atas adalah bagaimana karakter nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui karakter nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang dihasilkan.

1.4 Batasan Masalah

1. Sekam padi yang digunakan yaitu dari beras putih dan diambil dari limbah industri penggilingan padi di Kecamatan Megaluh, Jombang.
2. Variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan yaitu 2 ; 2,5 ; dan 3.
3. Templat organik yang digunakan berupa TMAOH.
4. Karakterisasi dilakukan menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah memberikan informasi kepada masyarakat bahwa limbah abu sekam padi memiliki potensi yang besar sebagai sumber silika dalam pembuatan nanozeolit Y.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam Padi

Sekam padi merupakan bagian pelindung terluar padi (*Oryza sativa*). Dari proses penggilingan dihasilkan sekam sebanyak 20-30%, dedak 8-12%, dan beras giling 52% bobot awal gabah. Pada proses penggilingan padi, sekam akan terpisah dari butiran beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Diperlukan tempat penyimpanan sekam padi yang luas sehingga biasanya sekam padi dibakar untuk mengurangi volumenya. Jika hasil pembakaran sekam padi ini tidak digunakan, akan menimbulkan masalah lingkungan (Hsu dan Luh, 1980).

Sekam tersusun dari jaringan serat-serat selulosa yang mengandung banyak silika dalam berbentuk serabut-serabut yang sangat keras pada keadaan normal, sekam berperan penting melindungi biji beras dari kerusakan yang disebabkan oleh serangan jamur, dapat mencegah reaksi ketengikan karena dapat melindungi lapisan tipis yang kaya minyak terhadap kerusakan mekanis selama pemanenan, penggilingan, dan pengangkutan (Haryadi, 2006). Salah satu proses alternatif untuk meningkatkan manfaat sekam padi adalah dengan pirolisis. Pirolisis merupakan proses dekomposisi suatu zat material yang dilakukan pada suhu relatif tinggi. Hasil pirolisis sekam padi berupa char mengandung karbon dan silika dengan komposisi tergantung pada kondisi pirolisis (Danarto, dkk., 2010).

2.2 Komposisi Sekam Padi dan Abu Sekam Padi

Sekam padi terdiri dari unsur organik seperti selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Selain itu, sekam padi juga mengandung unsur anorganik, berupa abu dengan kandungan utamanya adalah silika 94-96%. Komposisi anorganik dari abu sekam padi berbeda, tergantung dari kondisi geografis, tipe padi, dan tipe pupuk yang digunakan (Shukla, 2011). Menurut Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian (2009) sekam padi memiliki kandungan abu sebesar 17,71%. Kandungan kimia dari abu hasil pembakaran sekam padi dengan variasi suhu pengabuan adalah seperti yang tercantum pada Tabel 2.1 :

Tabel 2.1 Komposisi abu sekam padi variasi suhu

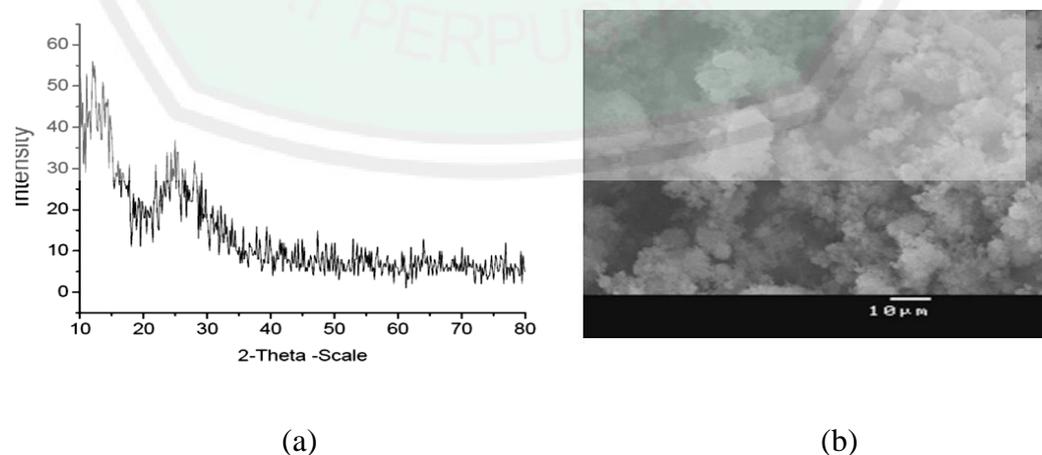
Suhu	400 °C	600 °C	700 °C
% Berat	(%)	(%)	(%)
SiO ₂	88,05	88,67	92,15
MgO	1,13	0,84	0,15
SO ₃	0,83	0,81	0,79
CaO	2,02	1,73	1,60
K ₂ O	6,48	6,41	3,94
Na ₂ O	0,76	1,09	0,99
TiO ₂	0,00	0,00	0,00
Fe ₂ O ₃	0,74	0,46	0,00

Sumber : Hwang, (1997)

Zat-zat anorganik dalam sekam padi seperti mineral-mineral dalam jumlah yang sedikit dapat dihilangkan melalui perlakuan dengan asam menggunakan H₂SO₄, HCl, atau HNO₃. Jumlah logam yang dapat dihilangkan menggunakan H₂SO₄ lebih rendah dari HCl dan HNO₃. Hal ini dapat disebabkan logamik sulfat

yang terbentuk tidak mudah larut dalam air sehingga H_2SO_4 tidak cocok untuk menghilangkan beberapa jenis logam yang terdapat dalam sekam padi. Perlakuan dengan HNO_3 cenderung menghilangkan logam besi (Fe) saja tetapi tidak dapat menghilangkan logam yang lain dalam sekam padi. Berdasarkan hasil penelitian dengan variasi asam tersebut menunjukkan HCl merupakan asam yang paling efektif digunakan untuk menghilangkan logam dari sekam padi (Chakraverty, 1988).

Karena kandungan silikanya yang tinggi, sekam padi merupakan salah satu sumber silika nabati yang berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai alternatif silika mineral sebagai bahan baku pembuatan zeolit sintetis. Silika yang terkandung dalam makhluk hidup seperti hewan dan tumbuhan bersifat amorf. Berikut hasil karakterisasi silika sekam padi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada Gambar 2.1 :

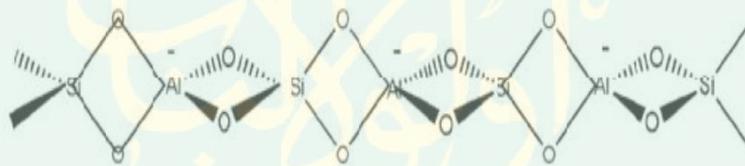


Gambar 2.1 (a) Hasil XRD silika sekam padi, (b) Hasil SEM silika sekam padi (Mohammed, dkk., 2012)

2.3 Zeolit Y

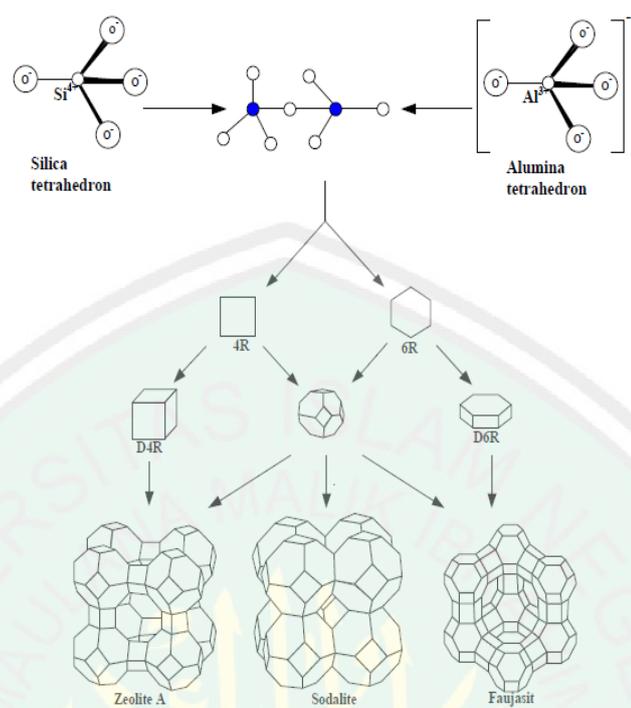
Zeolit adalah mineral kristal alumina silikat berpori terhidrat yang mempunyai struktur kerangka tiga dimensi terbentuk dari tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Kedua tetrahedral di atas dihubungkan oleh atom-atom oksigen, menghasilkan struktur tiga dimensi terbuka dan berongga yang didalamnya diisi oleh atom-atom logam biasanya logam-logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Smart, 1993).

Umumnya struktur zeolit adalah suatu polimer anorganik berbentuk tetrahedral unit TO_4 , dimana T adalah Si^{4+} atau Al^{3+} dengan atom O berada diantara dua atom T, seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.2 :



Gambar 2.2 Struktur kimia zeolit (Haag, 1984)

Zeolit Y merupakan jenis faujasit yang kaya akan silika dengan perbandingan rasio molar Si/Al antara 1,5-3. Faujasit adalah jenis zeolit yang tersusun dari 10 unit sangkar beta sebagai unit pembangun sekundernya. Zeolit Y dibuat *Secondary Building Units* (SBU) yaitu unit 4,6 dan 6,6 (Gate, 1992). Pembentukan SBU zeolit faujasit pada Gambar 2.3.



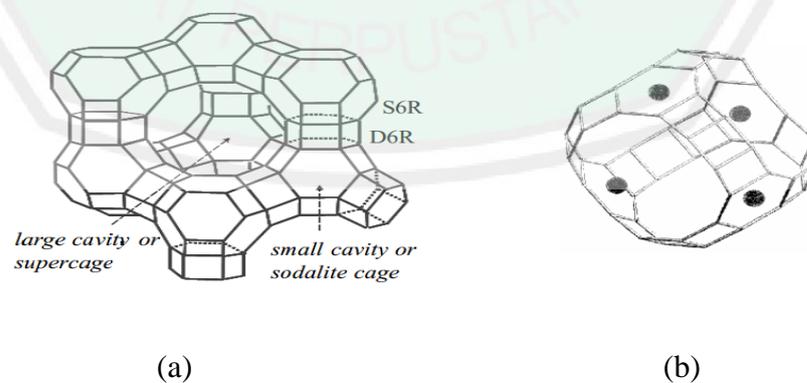
Gambar 2.3 Unit struktur zeolit A, sodalit dan faujasit (Masoudian, dkk., 2013)

Zeolit Y biasanya berbentuk Na-zeolit dengan rumus kimia $\text{Na}_{56}(\text{AlO}_2)_{56}(\text{SiO}_2)_{136} \cdot 25\text{H}_2\text{O}$. Zeolit Y terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota enam yang dihubungkan dengan atom oksigen. Masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggota dua belas yang disebut jendela (*window*) dan membentuk pori besar (*cavity/supercage*) (Kasmui dkk, 2008).

Struktur zeolit *faujasite* terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi *tetrahedral* SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk *oktahedral* terpancung (*sodalite*). Jika 6 buah *sodalite* terhubung oleh prisma *hexagonal* akan membentuk tumpukan *tetrahedral*. Jenis tumpukan ini membentuk lubang besar

(*supercages*) dan berdiameter 13Å. Lubang-lubang (*supercages*) dapat terbentuk dari 4 kristal *tetrahedral* yang tersebar, yang masing-masing mempunyai 12 cincin oksigen dan berdiameter 7,4 Å. Lubang-lubang tersebut bila saling bersambung (12) maka akan membentuk sistem pori-pori yang besar dari zeolit. Setiap atom aluminium di koordinat *tetrahedral* dalam kerangka membawa muatan negatif (Szostak, 1989).

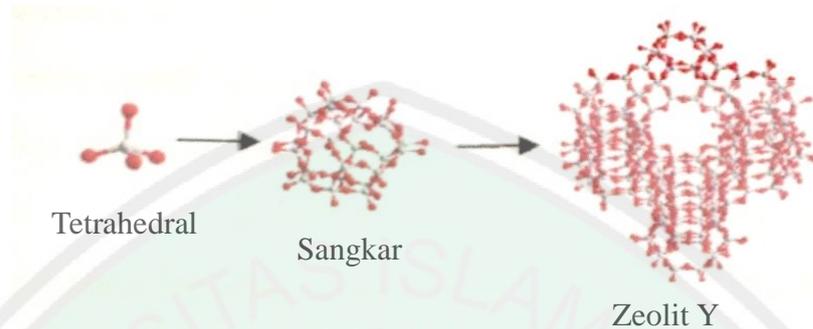
Setiap unit sel pada struktur zeolit Y berbentuk kubik ($a = 24,7\text{Å}$) dengan bentuk simetri $Fd-3m$. Zeolit Y memiliki pecahan kosong volume 0,48 dengan rasio Si/Al 2,43. Jika suhu mencapai 793°C , maka dapat menyebabkan struktur zeolit Y rusak (Rahman dkk, 2009). Kegunaan penting zeolit Y adalah sebagai padatan pendukung katalis untuk reaksi hidrodengkah fraksi berat minyak bumi (Kasmui dkk, 2008). Struktur dasar zeolit Y dan *supercage* zeolit Y disajikan dalam Gambar 2.4.



Gambar 2.4 (a) Struktur dasar zeolit Y dan *supercage* zeolit Y (Monsalve, 2004) dan (b) Pori (*Cavity/Supercage*) zeolit Y (Koller dkk, 1997)

Proses pemodelan struktur satu unit zeolit Y seperti terlihat pada Gambar

2.5 (Kasmui dkk, 2008) :



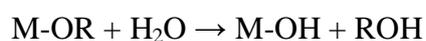
Gambar 2.5 Proses pembentukan zeolit Y (Kasmui dkk, 2008)

2.4 Sintesis Zeolit Y

Zeolit dapat disintesis dengan berbagai metode, salah satu metode yang sering digunakan dalam sintesis zeolit yaitu metode solgel. Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Metode ini merupakan salah satu “*wet methode*” atau metode basah karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya (Purwanto, 2008). Proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinu (gel). Beberapa tahapan dalam proses sol-gel yaitu (Fernandez, 2011) :

A. Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Reaksi yang terjadi yaitu (Fernandez, 2011) :



B. Kondensasi

Tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan senyawa hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M.

Reaksi yang terjadi yaitu (Fernandez, 2011) :



C. Pemeraman (Ageing)

Proses aging merupakan suatu proses pematangan gel yang terbentuk akibat adanya reaksi kondensasi pada proses sebelumnya. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan (Fernandez, 2011). Gel yang terbentuk kemudian dipanaskan dengan menggunakan metode hidrotermal untuk membentuk kristal zeolit.

Hidrotermal merupakan proses kristalisasi dalam sintesis zeolit. Pemanasan dengan menggunakan hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada temperatur relatif tinggi (± 100 °C) dalam wadah tertutup sehingga terjadi peningkatan tekanan (Oye, dkk., 2001). Menurut Akbar, dkk. (2011), peningkatan temperatur pada sintesis zeolit akan mempercepat pembentukan. Temperatur berperan penting pada sintesis zeolit, karena dapat memudahkan proses pengeringan dan pembentukan kristal.

Zeolit Y dari abu sekam padi telah berhasil disintesis oleh Anggoro dan Purbasari (2009) menggunakan metode solgel-hidrotermal tanpa templat organik

dengan komposisi molar 2,24 Na₂O: 1 Al₂O₃: 8 SiO₂: 112 H₂O. Waktu pemeraman yang digunakan yaitu selama 24 jam pada suhu ruang. Gel yang terbentuk selanjutnya dikristalisasi pada suhu 100 °C dengan variasi waktu kristalisasi (24, 48, dan 144 jam). Variasi waktu kristalisasi dilakukan karena merupakan faktor penting yang mempengaruhi hasil sintesis. Berdasarkan hasil yang diperoleh, waktu optimum untuk sintesis zeolit Y dari abu sekam padi yaitu selama 48 jam dengan kristalinitas zeolit Y yang dihasilkan sebesar 74%.

Fathizadeh dan Ordou (2011) melakukan sintesis zeolit Y dengan metode sol-gel dan proses hidrotermal dengan variasi pH pada pembentukan gel. Waktu pemeraman yang digunakan yaitu selama 24 jam pada suhu ruang. Berdasarkan hasil yang diperoleh, gel dapat terbentuk ketika pH diatas 12,6 kemudian dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 7 jam. Hasil yang diperoleh yaitu zeolit Y dengan ukuran < 1 μm pada rasio Si/Al 2,43 dan memiliki kristalinitas tinggi. Pada kondisi basa yang cukup tinggi, kelarutan prekursor akan meningkat sehingga reaksi hidrolisis dan proses nukleasi menjadi penentu laju serta reaksi kondensasi menjadi lebih dominan. Dengan demikian, molekul prekursor akan mengalami penggumpalan membentuk gel. Sebaliknya pada kondisi asam, reaksi kondensasi tidak berjalan sempurna sehingga gel tidak dapat terbentuk (Sinko, 2010).

Nanozeolit Y telah berhasil disintesis oleh Rasouli, dkk (2011) menggunakan metode solgel-hidrotermal dengan penambahan templat organik berupa TMAOH. Komposisi molar yang digunakan yaitu 0.72 (TMA)₂O: 0,0094

Na_2O : 0,29 Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O . Pertama dibuat dua campuran berupa sol alumina dan sol silika. Selanjutnya kedua campuran di campurkan hingga homogen, Pada tahap ini sol silika dan sol alumina berkondensasi membentuk gel. Selanjutnya dilakukan pemeraman selama 48 jam pada suhu ruang. Gel yang terbentuk dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 48 jam. Menurut hasil SEM , nanozeolit Y yang dihasilkan memiliki ukuran sebesar 20 ± 5 nm.

Sharma, dkk (2014) telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan metode solgel-hidrotermal dengan penambahan templat organik TMAOH dengan variasi sumber silika (TMAH, CSS, TEOS). Komposisi molar yang digunakan yaitu 5 TMAOH: 0,06 Na_2O : 1 Al_2O_3 : 3,4 SiO_2 : 350 H_2O . Hasil XRD menunjukkan bahwa terbentuklah campuran nanozeolit NaY dan NaA. Adanya campuran nanozeolit NaA dikarenakan kondisi pH yang digunakan terlalu tinggi, adanya kenaikan konsentrasi alkalinitas dapat menyebabkan terbentuknya zeolit A. Menurut Conato, dkk (2015) adanya perubahan perbandingan komposisi Si, Al, dan OH dapat menimbulkan kompetisi pembentukan zeolit X, Y, A, dan P.

Zeolit Y dari abu sekam padi juga telah berhasil disintesis oleh Salama, dkk (2016) menggunakan metode solgel-hidrotermal dengan variasi suhu kristalisasi (2, 4, dan hari). Hasil XRD menunjukkan bahwa pada waktu kristalisasi 2 hari terdapat campuran zeolit Y dan A, pada waktu kristalisasi 4 hari menghasilkan zeolit Y murni, dan pada waktu kristalisasi 5 hari dihasilkan campuran zeolit Y dan P. Waktu kristalisasi merupakan satu faktor penting yang dapat mempengaruhi

hasil sintesis karena pada proses ini terjadi pembentukan kristal (Akbar, dkk., 2011). Apabila waktu kristalisasi kurang ataupun melebihi kondisi optimum pembentukan zeolit Y, maka dapat terjadi transformasi menghasilkan zeolit jenis lain. Menurut Khabuanchalad, dkk. (2008) apabila waktu kristalisasi melebihi waktu optimum pembentukan zeolit Y, maka dapat terbentuklah pengotor berupa zeolit P.

Faktor penting lain yang dapat berpengaruh terhadap kemurnian zeolit yaitu perbandingan komposisi $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$. Apabila terjadi perubahan pada perbandingan komposisi tersebut dari kondisi optimum pembentukan zeolit Y, maka akan memungkinkan terbentuknya zeolit jenis lain (Chen, dkk., 1994). Sintesis zeolit Y telah dilakukan oleh Aveen, dkk (2014) mengenai perbandingan komposisi penyusun zeolit yang dihasilkan dengan berbagai prosedur sintesis. Penentuan komposisi molar dari Na_2O , SiO_2 , Al_2O_3 , dan H_2O dilakukan menggunakan analisa X-Ray Fluorescence. Hasil analisa menunjukkan hasil sebagai berikut :

Tabel 2.2 Hasil XRF penelitian Aveen, dkk (2014)

No	Na_2O (Wt%)	SiO_2 (Wt%)	Al_2O_3 (Wt%)	H_2O (Wt%)	Komposisi molar
1	2,05	28,49	30,23	31,70	2,0 Na_2O :28,4 SiO_2 : 30,2 Al_2O_3 , 31,7 H_2O
2	1,62	31,94	41,99	16,74	1,6 Na_2O :31,9 SiO_2 : 41,9 Al_2O_3 , 16,7 H_2O
3	0,42	30,80	20,22	38,78	0,4 Na_2O :30,3 SiO_2 : 20,2 Al_2O_3 , 38,7 H_2O

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Kelebihan metode sol gel dibandingkan dengan metode konvensional, yaitu memiliki kehomogenan yang lebih tinggi, kemurnian yang tinggi, suhu yang digunakan relatif rendah, tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, serta kehilangan bahan akibat penguapan dapat diminimalkan (Fernandez, 2011).

2.5 Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada Sintesis Zeolit Y

Zeolit sintesis merupakan zeolit yang dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintesis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada tiga kelompok zeolit sintesis (Saputra, 2006) :

1. Zeolit sintesis dengan kadar Si rendah
2. Zeolit sintesis dengan kadar Si sedang
3. Zeolit sintesis dengan kadar Si tinggi

Rasio molar untuk zeolit Y adalah rentang rasio 1-3 (Saputra, 2006).

Sintesis zeolit Y telah berhasil disintesis oleh Htay dan Oo (2008) dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 3,3$ dengan proses aging (pemeraman) pada suhu 50°C selama 24 jam dan kemudian dikalsinasi pada suhu 100°C selama 48 jam. Adanya variasi rasio molar ini berpengaruh pada ukuran partikel zeolit (Armaroli dkk, 2006). Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ berpengaruh pada keasaman zeolit dan kristalinitas zeolit (Khalifah dkk, 2010).

Anggoro, dkk (2007) mempelajari mengenai pengaruh penambahan berat silika terhadap zeolit Y dari abu sekam padi dan diperoleh hasil bahwa semakin bertambahnya berat silika dalam pembuatan zeolit Y dari abu sekam padi dapat meningkatkan derajat kristalinitas zeolit yang dihasilkan. Mohammed, dkk (2012) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan metode sol-gel yang dilanjutkan proses hidrotermal. Waktu pemeraman yang digunakan yaitu 24 jam pada suhu ruang. Gel yang terbentuk di kristalisasi pada suhu 110 °C selama 24 jam dan dihasilkan zeolit Y murni pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,8.

Zahro (2014) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu ampas tebu dengan variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (2, 2,5, dan 3). Waktu pemeraman yang digunakan yaitu selama 1 jam. Menurut hasil XRD, zeolit Y pada rasio 2,5 memiliki kemurnian paling tinggi. Sharma, dkk (2014) telah mensintesis zeolit NaY dengan metode hidrotermal. Waktu pemeraman yang digunakan yaitu selama 24 jam pada suhu ruang. Selanjutnya dikristalisasi pada suhu 90 °C selama 7 hari. Zeolit NaY terbentuk pada rasio 2,06. Fathizadeh dan Ordou (2011) telah mensintesis zeolit Y dengan suhu 100 °C selama 7 jam dan pemeraman selama 24 jam. Zeolit Y terbentuk pada rasio 2,43. Selain itu,. Berdasarkan kajian di atas, pada penelitian ini akan dilakukan dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2, 2,5 dan 3 untuk mengetahui pengaruh variasi tersebut pada sintesis zeolit Y

2.6 Nanopartikel

Nanopartikel adalah partikel berukuran antara 1-100 nanometer. Penelitian nanopartikel sedang berkembang pesat karena dapat diaplikasikan secara luas seperti dalam bidang lingkungan, elektronik, optis, dan biomedis (Hu, 2010). Secara umum, sifat nanozeolit tidak berbeda dengan sifat zeolit, hanya saja nanozeolit lebih unggul. Salah satu sifat yang paling menonjol adalah peningkatan reaktivitas dari material tersebut. Semakin kecil ukuran material maka luas permukaannya semakin besar sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi secara fisika maupun kimia dengan material lainnya semakin banyak (Yulizar, 2004). Hal ini menjadi salah satu pertimbangan ekonomis bagi pengguna nanozeolit untuk mendapatkan kualitas produk yang tinggi menggunakan material dalam jumlah yang sedikit.

Sintesis nanozeolit pada umumnya dilakukan dengan penambahan suatu molekul organik yang berperan sebagai templat. Templat organik merupakan *structure direct agent* (SDA) atau agen pengarah struktur pembentukan zeolit. Adanya penambahan templat organik dapat meningkatkan alkalinitas dan kejenuhan larutan yang sangat berpengaruh pada proses kristalisasi. Templat organik dengan ukuran serta bentuk yang berbeda akan menghasilkan tipe framework yang berbeda juga. Jenis template organik yang berbeda dapat menghasilkan framework zeolit yang sama, sebaliknya satu jenis templat organik dapat digunakan untuk berbagai macam framework zeolit. Templat organik yang

biasanya digunakan dalam pembentukan struktur faujasit yaitu TMA^+ (*tetramethyl ammonium*) (Mintova dan Ng, 2013). Macam-macam templat organik yang digunakan untuk berbagai jenis zeolit dapat dilihat pada Tabel 2.3 :

Tabel 2.3 Templat organik untuk berbagai jenis zeolit

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

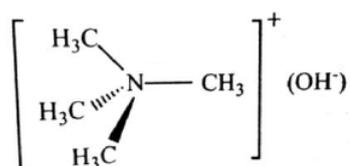
Sumber : (Mintova dan Ng, 2013).

Templat organik TMA^+ dapat berupa TMAOH (Tetrametilamonium hidroksida) maupun TMABr (Tetrametilamonium Bromida). Muhammad, dkk (2007) telah melakukan sintesis nanozeolit NaY menggunakan dua templat yaitu TMAOH dan TMABr. Ukuran nanozeolit NaY yang dihasilkan dengan penambahan templat organik TMAOH saja yaitu sebesar 119 nm. Sedangkan ukuran nanozeolit NaY yang dihasilkan dengan penambahan dua templat organik campuran TMAOH dan TMABr yaitu sebesar 268 nm. Berdasarkan hasil tersebut, TMAOH lebih efektif dalam mengarahkan pembentukan nanozeolit NaY dibandingkan TMABr.

Widiastuti, dkk., (2014) telah melakukan sintesis zeolit A menggunakan templat organik TPAOH dengan memvariasikan konsentrasi TPAOH. Hasil karakterisasi PSD (*Particle Size Distribution*) menunjukkan bahwa semakin

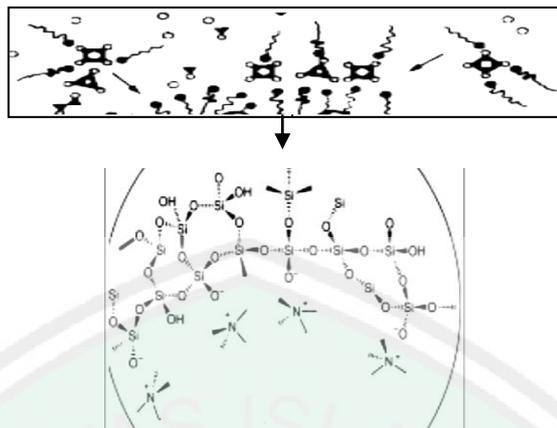
banyak konsentrasi TPAOH yang ditambahkan, maka diperoleh ukuran kristal zeolit A yang semakin kecil. Dengan demikian, penambahan templat dapat mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan. Menurut Rakoczy dan Traa (2003) adanya penambahan templat mengakibatkan bertambahnya jumlah agen mineralizer berupa ion OH yang dapat meningkatkan kelarutan Si dan Al sehingga mempercepat laju nukleasi. Mineralizer adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan melarutnya, sehingga yang biasanya tidak dapat larut dalam air dengan menambahkan mineralizer dapat menjadi larut (Schubert dan Housing, 2000).

Dalam sintesis nanozeolit, adanya molekul organik berperan penting dalam pencegahan terjadinya agregasi/penggumpalaan. Penambahan templat organik tidak hanya berperan dalam mengontrol ukuran kristal akan tetapi lebih berperan penting dalam menstabilkan suspensi pembentuk kristal. Pada penelitian ini templat yang digunakan yaitu TMAOH. Struktur dari TMAOH yaitu sebagai berikut :



Gambar 2.6 Struktur TMAOH (Effendy, 2006)

Mekanisme interaksi templat organik dalam pembentukan zeolit tertera pada Gambar 2.7:



Gambar 2.7 Interaksi templat dalam pembentukan zeolit (Warsito, dkk., 2008)

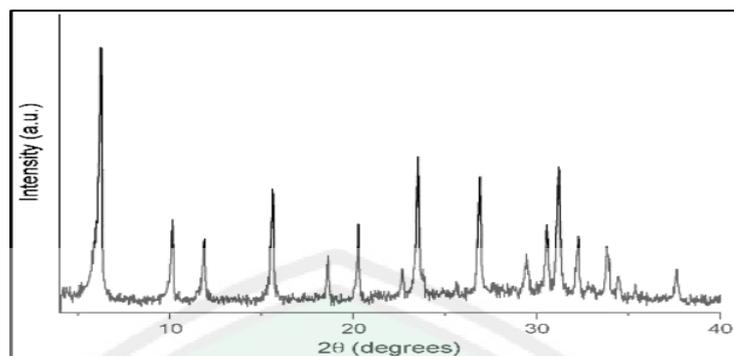
Penambahan molekul TMA^+ dalam campuran akan bereaksi cepat dengan kerangka anionik yaitu ion silikat dalam proses perakitan struktur untuk membentuk suatu embrio zeolit (Mazak, 2006). Adanya muatan positif pada molekul TMA^+ akan mengakibatkan timbulnya gaya tarik menarik elektrostatis dengan anion pembentuk zeolit $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang bermuatan negatif. Selanjutnya, secara spontan gabungan templat dengan molekul anorganik akan membentuk suatu struktur yang kemudian dilanjutkan pepadatan dengan proses pemanasan. Kerangka zeolit yang tepat mengelilingi templat organik akan distabilkan oleh templat organik tersebut, akibatnya pembentukan zeolit tersebut akan lebih disukai, sehingga molekul pengarah dapat dikatakan sebagai molekul penstabil dalam sintesis zeolit. Efek stabilitas dari templat organik ini terutama disebabkan oleh interaksi elektrostatis (Tovina, 2009).

Menurut Prasomsri, dkk (2015) spesies silika dalam keadaan basa memiliki muatan negatif yang akan distabilkan oleh surfaktan kationik melalui interaksi elektrostatis yang kuat. Apabila konsentrasi surfaktan yang

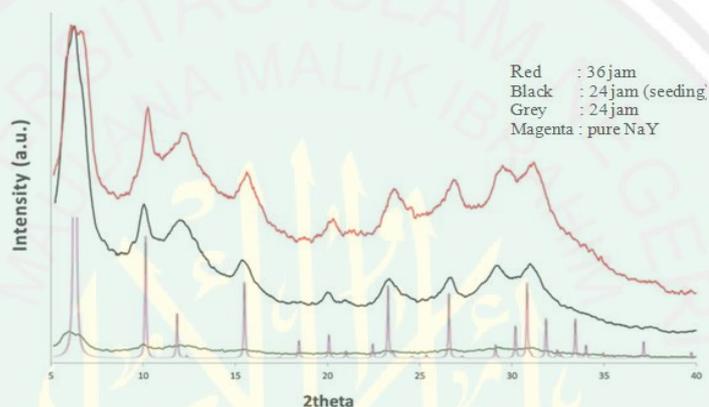
ditambahkan cukup tinggi, maka secara spontan akan membentuk misel-misel.

Beberapa penelitian telah melaporkan bahwa sintesis nanozeolit Y dengan penambahan templat organik TMAOH dihasilkan nanozeolit dengan ukuran partikel yang lebih seragam. Taufiqurrahmi, dkk (2011) telah mensintesis nanozeolit NaY dengan penambahan templat organik berupa TMAOH menggunakan metode sol-gel. Waktu pemeraman yang digunakan yaitu 3 hari. Gel yang terbentuk dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 6 hari. Nanozeolit NaY yang dihasilkan memiliki ukuran partikel sebesar 50 nm. Berikut ini perbedaan difraktogram nanozeolit Y menggunakan penambahan templat organik dan tanpa templat organik pada Gambar 2.8.

Sharma, dkk (2014) telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik TMAOH dengan variasi sumber silika TMAS (*Tetramethylammonium Silicate*), CSS (*Colloidal Silica Suspension*), dan TEOS (*Tetraethylorthosilicate*). Waktu pemeraman yang digunakan selama 24 jam pada suhu ruang. Kondisi kristalisasi yaitu pada suhu 90 °C selama 7 hari. Hasil nanozeolit NaY memiliki ukuran partikel berturut-turut 40, 70, dan 85 nm. Selain itu, Moamen, dkk (2014) telah berhasil melakukan sintesis nanozeolit Y dengan penambahan templat organik TMAOH menggunakan metode sol-gel. Kondisi kristalisasi pada suhu 100 °C selama 48 jam. Nanozeolit NaY yang dihasilkan memiliki ukuran sebesar 32 nm.



(a)



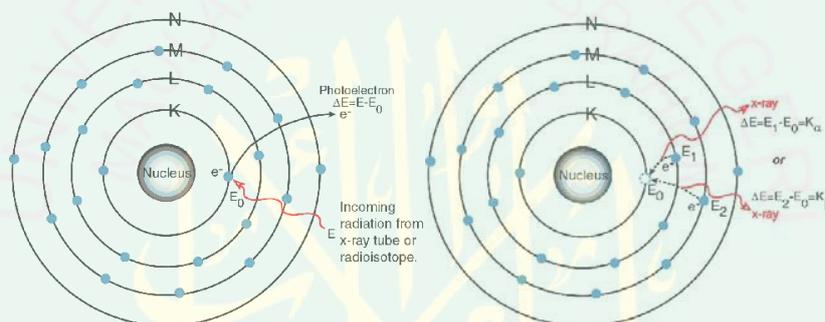
(b)

Gambar 2.8 (a) Nanozeolit dengan templat organik (Sadeghi, dkk., 2014)
 (b) Nanozeolit Y tanpa templat (Mastropietro, dkk., 2014)

2.7 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar-X dari sumber sinar-X (Jenkin, 1988). Bagian dari skema XRF ditunjukkan Gambar 2.8 nomor 1 menunjukkan selama proses jika *X-ray* mempunyai energi yang cukup maka elektron akan terlempar dari kulitnya yang lebih dalam (tereksitasi), menciptakan *vacancy* pada kulitnya, *vacancy* itu

mengakibatkan kondisi yang tidak stabil pada atom. Untuk menstabilkan kondisi maka elektron dari luar ditransfer untuk menutupi *vacancy* tersebut seperti ditunjukkan oleh nomor 2. Proses tersebut memberikan karakteristik dari *X-ray*, yang energinya berasal dari perbedaan energi ikatan antar kulit yang berhubungan. Karena spektrum *x-ray* maka pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan *multiple peak* pada intensitas yang berbeda (Astini, 2008).



Gambar 2.9 Prinsip kerja XRF (Astini, 2008)

Berikut contoh hasil data kandungan abu sekam padi yang diperoleh menggunakan analisis XRF :

Tabel 2.4 Hasil XRF abu sekam padi

Komposisi	% Berat
SiO ₂	89,00
Al ₂ O ₃	1,20
Fe ₂ O ₃	1,28
K ₂ O	1,22
CaO	1,00
C	18,24

Sumber : Mohammed, dkk (2012)

2.8 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis difraksi sinar-X (XRD) merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X (mempunyai λ sebesar 0,5-2,5 Å dan energi +107 eV) yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal. Pengamburan sinar-X oleh unit-unit padatan kristalin, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Indrawati, 2009).

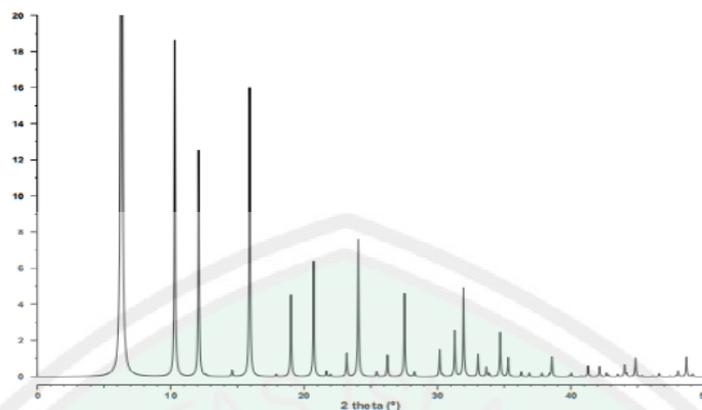
Sinar-X yang didifraksikan oleh setiap kristal mineral bersifat spesifik, dan bergantung bagaimana atom menyusun kisi kristal mineral tersebut serta bagaimana atom sejenis tersusun. Ketika sinar-X menumbuk sampel dan terdifraksi, maka jarak antar atom pada lapisan permukaan kristal dapat ditentukan berdasarkan hukum Bragg, yaitu:

$$d = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \dots\dots\dots(2.1)$$

dimana :

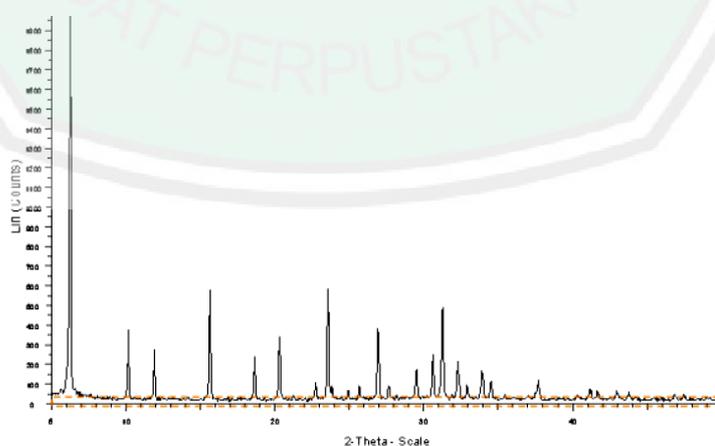
- n = orde sinar
- θ = merupakan sudut difraksi
- d = yaitu jarak antar bidang
- λ = merupakan panjang gelombang sinar

Analisis kualitatif jenis mineral zeolit dilakukan dengan membandingkan difraktogram hasil sintesis dengan difraktogram standard dari ICDD (*International Centre Diffraction Data*). Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difraktogram yang identik. Berikut difraktogram zeolit Y standar pada Gambar 2.10:



Gambar 2.10. Difraktogram zeolit Y standar (Treacy dan Higgins, 2001)

Berdasarkan difraktogram di atas, puncak pertama zeolit Y akan muncul pada $2\theta = 6 - 10^\circ$. Apabila puncak pertama hasil difraktogram zeolit Y sintesis tidak muncul pada 2θ tersebut, maka sintesis zeolit Y yang dilakukan kurang berhasil. Pembentukan zeolit Y kompetitif dengan zeolit P. Puncak pertama zeolit P akan muncul pada $2\theta = 10^\circ$. Terbentuknya zeolit P menjadikan kemurnian zeolit Y berkurang. Difraktogram zeolit Y sintesis dari abu sekam padi disajikan pada Gambar 2.12:



Gambar 2.11. Difraktogram zeolit Y dari abu sekam padi (Rahman, dkk 2009)

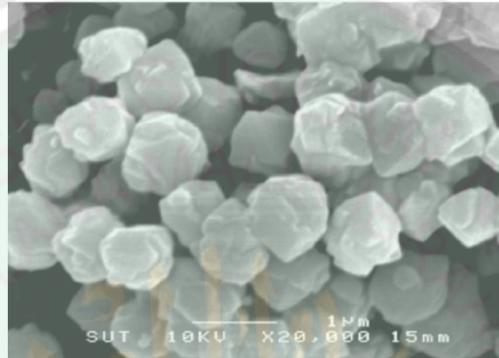
Berdasarkan Gambar 2.11 terlihat bahwa puncak pertama yang muncul pada difraktogram di atas yaitu pada $2\theta = 6^\circ$ yang merupakan dari zeolit Y. Puncak-puncak yang lain muncul di daerah 2θ yang sesuai dengan difraktogram zeolit Y standar sehingga dapat disimpulkan produk yang terbentuk merupakan zeolit Y murni. Selain itu, ketajaman puncak yang dihasilkan memiliki intensitas yang relatif tinggi, hal ini menunjukkan tingginya kristalinitas produk yang terbentuk.

2.9 Analisis Morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

SEM merupakan suatu instrument yang digunakan untuk mengamati morfologi permukaan dari suatu sampel padatan menggunakan berkas elektron untuk menggambarannya. Prinsip kerja SEM ialah Suatu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron yang dihasilkan dapat menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas tersebut, sehingga akan menghasilkan gambar ke dalam bidang 300 – 600 kali lebih baik dari pada mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan gambar tiga dimensi (Whyman, 1996).

Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui bentuk permukaan, keseragaman partikel dan ukuran dari zeolit. Data tersebut digunakan sebagai data pendukung dari hasil karakterisasi menggunakan XRD. Apabila difraktogram yang diperoleh memiliki intensitas yang tinggi, maka menunjukkan keseragaman kristal yang terbentuk teratur. Keteraturan kristal ini dapat diketahui dari hasil

karakterisasi menggunakan SEM. Zeolit yang kristalin akan menghasilkan gambar yang jelas dan tajam (runcing), sedangkan bentuk zeolit yang amorf akan menghasilkan gambar SEM yang tidak jelas (Rahman, dkk, 2009). Berikut hasil SEM dari zeolit Y dapat dilihat dari Gambar 2.12 :



Gambar 2.12 Hasil SEM dari zeolit Y (Wittayakun, dkk., 20018)

2.10 Sintesis dan Karakterisasi dalam Prespektif Islam

Islam mengajarkan kepada umatnya untuk terus belajar baik dalam segi ilmu agama maupun ilmu pengetahuan alam. Al-quran merupakan sumber ilmu bagi umat yang perlu digali dan dipelajari lebih dalam. Ayat-ayat yang dianugerahkan Allah kepada manusia hendaknya dikaji dan dimanfaatkan sebaik-baiknya. Dalam Al-quran, Allah menganjurkan umatnya untuk senantiasa menggunakan akalnya guna memikirkan dan merenungkan segala ciptaan Allah SWT di alam semesta sebagaimana dalam Q.S Ali-Imran Ayat 190-191 :

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

“*Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal (190), (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka (191)."*”

Abi Fida dalam tafsir *al-Qur'an al-Adzim* menafsirkan firman Allah *إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ* dijelaskan bahwa ihwal ketinggian dan keluasan langit, kerendahan dan ketebalan bumi serta tanda-tanda kekuasaan yang besar terdapat pada keduanya, baik tanda-tanda yang bergerak maupun yang diam, lautan, hutan, pepohonan, barang tambang, serta berbagai jenis makanan, warna dan buah-buahan yang bermanfaat. Selanjutnya Firman Allah *وَآخْتَلَفَ اللَّيْلُ وَالنَّهَارُ* dijelaskan bahwa pergantian malam dan siang yang pergi dan datang serta susul-menyusul dalam hal panjang, pendek dan sedang, semua itu merupakan penetapan dari yang Maha perkasa lagi Maha mengetahui (Al-fida, 1991). Penggalan ayat terakhir *لَا يَتْلُوا لِي آلَاءِ رَبِّ* dijelaskan dengan makna *tazakkur* (mengingat) dan *tafakkur* (berfikir) ia akan sampai kepada khidmah yang ada di balik proses mengingat dan berfikir, yaitu mengetahui, memahami dan menghayati, bahwa dibalik fenomena alam dan segala sesuatu yang ada di dalamnya menunjukkan adanya sang penciptaan. Adanya aturan-aturan yang dibuatnya serta karunia dan berbagai manfaat yang terdapat di dalamnya (alam semesta) (Nata, 2002). Ayat diatas menunjukkan kepada manusia agar merenungkan segala ciptaan-Nya karena Allah menciptakan segala yang ada di bumi tanpa ada yang sia-sia.

Salah satu ciptaan Allah yang perlu ditingkatkan nilai gunanya yaitu sekam padi. Sekam padi merupakan kulit terluar dari tanaman padi yang kaya akan silika, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit.

Sebagaimana firman Allah dalam surat ar-Rahman ayat 11-12:

فِيهَا فَنَكِهَةٌ وَالنَّخْلُ ذَاتُ الْأَكْمَامِ ﴿١١﴾ وَالْحَبُّ ذُو الْعَصْفِ وَالرَّيْحَانُ ﴿١٢﴾

“Di bumi itu ada buah-buahan dan pohon kurma yang mempunyai kelopak mayang (11). Dan biji-bijian yang berkulit dan bunga-bunga yang harum baunya (12).”

Menurut tafsir Ibnu Katsir, yang dimaksud dengan *وَالْحَبُّ ذُو الْعَصْفِ* *“Dan biji-bijian yang berkulit”* yakni kulit yang menutupi biji-bijian tersebut. Kata *الْعَصْفُ* berarti daun tumbuhan berwarna hijau yang telah dipotong bagian atasnya, dan ia disebut al ‘ashfu (*kulit*) jika telah mengering, dalam hal ini yaitu sekam padi. Allah SWT menciptakan tanaman biji-bijian dengan berbagai manfaat, bahkan kulitnya pun memiliki banyak manfaat jika diteliti lebih dalam.

Penelitian ini merupakan salah satu pembuktian sederhana dari penciptaan Allah yang tidak sia-sia yaitu limbah sekam padi. Sebagaimana firman Allah dalam surah ar Ruum ayat 8 :

أَوَلَمْ يَتَفَكَّرُوا فِي أَنفُسِهِمْ ۗ مَا خَلَقَ اللَّهُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا إِلَّا بِالْحَقِّ وَأَجَلٍ مُّسَمًّى ۗ وَإِنَّ كَثِيرًا مِّنَ النَّاسِ بِلِقَائِ رَبِّهِمْ لَكٰفِرُونَ ﴿٨﴾

“Dan mengapa mereka tidak memikirkan tentang (kejadian) diri mereka? Allah tidak menjadikan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya melainkan dengan (tujuan) yang benar dan waktu yang ditentukan. dan Sesungguhnya kebanyakan di antara manusia benar-benar ingkar akan pertemuan dengan Tuhannya (8).”

Al-Jazair menafsirkan Surah ar Ruom ayat 8, "Allah tidak menjadikan langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya melainkan dengan (tujuan) yang benar dan waktu yang ditentukan...." Maksudnya, Allah SWT tidak menciptakan langit dan bumi dan yang diantaranya sia-sia, Allah menciptakannya agar senantiasa selalu diingat dan disyukuri. Apabila sampai pada waktu yang telah ditentukan untuk keduanya, lalu membangkitkannya kembali untuk dihisap, dan inilah penetapan bahwa setelah kehancuran akan ada lagi kehidupan yang lain. Kajian diatas menganjurkan kepada manusia untuk selalu memikirkan dan merenungkan segala ciptaan Allah SWT karena segala sesuatu yang ada di bumi dan langit memiliki tujuan dan manfaat yang baik.

Sintesis zeolit NaY menggunakan limbah sekam padi sebagai sumber silika merupakan suatu upaya untuk memaksimalkan potensi limbah sekam padi menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat yaitu zeolit.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Maret sampai Juni 2016 di Laboratorium Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dengan beberapa tahapan meliputi: preparasi abu sekam padi dan sintesis nanozeolit Y akan dilakukan di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, kemudian akan dilanjutkan tahap karakterisasi nanozeolit Y di Laboratorium Kimia Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut : seperangkat alat gelas, *sentrifuge*, neraca analitik, *magnetic stirrer* dan *hot plate*, desikator, oven (*Fishcher Scientific*), tanur listrik (*Fishcher Scientific*), spatula, botol hidrotermal, *X-Ray Fluorescence* (Philips, PW1400), *X-Ray Diffraction* (Philips, PW1710), dan *Scanning Electron Microscopy* (JEOL JSM-6400).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan yaitu silika dari abu sekam padi di Kecamatan Megaluh Jombang, aquades, natrium hidroksida (99 %, Merck), aluminium oksida sebagai sumber aluminat (98 %, Sigma-Aldrich), asam klorida (37 %, Merck), tetrametil amonium hidroksida (25 %, Sigma-Aldrich), indikator universal, kertas saring Whatman 42, dan aluminium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakter nanozeolit Y dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel dengan penambahan templat organik. nanozeolit Y disintesis dengan komposisi molar $0,72 (\text{TMA})_2\text{O} : 0,0094 \text{Na}_2\text{O} : x \text{Al}_2\text{O}_3 : 1 \text{SiO}_2 : 108,82 \text{H}_2\text{O}$. Variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan yaitu 2 ; 2,5 ; dan 3.

Hasil sintesis nanozeolit Y di karakterisasi menggunakan XRD untuk memperoleh informasi tentang kemurnian, kristalinitas, dan ukuran partikel. SEM untuk mengetahui morfologi nanozeolit Y.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

1. Preparasi abu sekam padi sebagai sumber silika
 - a. Karakterisasi abu sekam padi dengan XRF

2. Ekstaksi silika dari abu sekam padi
 - a. Karakterisasi silika sekam padi dengan XRF
 - b. Karakterisasi silika sekam padi dengan XRD
3. Sintesis nanozeolit Y
4. Karakterisasi nanozeolit Y menggunakan:
 - a. *X-Ray Diffraction (XRD)*
 - b. *Scanning Electron Microscope (SEM)*
5. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika (Pratomo, dkk., 2013)

Sekam padi dicuci terlebih dahulu dengan cara direndam menggunakan aquades selama 2 jam. Selanjutnya, dikeringkan di bawah sinar matahari sampai kering. Kemudian dihaluskan dan ditanur pada suhu 700 °C selama 6 jam. Setelah itu, abu sekam padi diayak 100 mesh. Lalu abu ditimbang sebanyak 5 gram dan dicuci menggunakan 30 mL HCl 1 M dengan pengadukan. Selanjutnya disaring dan endapan dicuci dengan aquades hingga pH netral. Kemudian dikeringkan dengan cara dioven pada suhu 100 °C selama 1 jam.

3.5.2 Ekstraksi Silika Dari Abu Sekam Padi (Adziima, dkk., 2013)

Abu sekam padi ditambahkan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (b/v) dan diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 5 jam pada suhu 80 °C.

Dipisahkan endapan dengan filtrat melalui penyaringan. Filtrat dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 10 menit yang kemudian ditambah HCl 3 M hingga pH mendekati 7 dan terbentuk endapan putih silika. Endapan silika yang dihasilkan kemudian disaring menggunakan kertas saring. Endapan silika lalu dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor yang berupa senyawa garam NaCl dan endapan SiO₂ dikeringkan pada suhu 110 °C selama 2 jam. Silika yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui prosentasi kandungan silika dan kemurniannya. Selanjutnya karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dari silika sekam padi yang dihasilkan.

3.5.3 Sintesis Nanozeolit Y (Rasouli, dkk., 2011)

Komposisi molar yang digunakan 0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : x Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O. Pembuatan nanozeolit Y dilakukan dengan mencampurkan semua bahan yang digunakan untuk sintesis sesuai dengan Tabel 3.1. Kemudian diaduk dengan *stirrer* dan dieramkan selama 72 jam pada suhu ruang. Selanjutnya campuran dipindahkan ke dalam botol hidrotermal plastik tertutup dan dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 48 jam. Kemudian disaring, endapan yang diperoleh diambil dan dicuci dengan aquades. Endapan selanjutnya dikeringkan dengan suhu 100 °C selama 12 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk menghilangkan bahan organik dan air. Komposisi bahan untuk sintesis tertera pada Tabel 3.1 :

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis variasi rasio molar (2; 2,5 dan 3)

Rasio	TMAOH	NaOH	Al ₂ O ₃	SiO ₂	H ₂ O
2	25,86 mL	0,036 g	2,602 g	3,534 g	78,25 mL
2,5	25,86 mL	0,036 g	2,08 g	3,534 g	78,25 mL
3	25,86 mL	0,036 g	1,73 g	3,534 g	78,25 mL

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF)

Karakterisasi dengan XRF dilakukan pada silika abu sekam padi hasil preparasi. Mula-mula sampel ditempatkan pada tempat sampel (*sampel holder*) dan disinari dengan sinar-X. Selanjutnya akan diperoleh data berupa prosentase unsur yang terkandung di dalam sampel yang diuji.

3.5.4.2 Karakterisasi Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada nanopartikel zeolit Y hasil modifikasi. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan sinar-X menggunakan radiasi Cu-K α pada λ sebesar 1.541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2θ sebesar 5 - 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik. Hasil difraktogram yang diperoleh akan dibandingkan dengan difraktogram standar dari referensi yang diambil dari ICDD (*International Centre Diffraction Data*) (Treacy dan Higgins, 2001).

3.5.4.3 Karakterisasi dengan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Karakterisasi dengan SEM dilakukan terhadap Nanozeolit Y hasil sintesis variasi rasio molar Si/Al (2 : 2,5 : 3). Nanozeolit Y yang dihasilkan ditempatkan pada sampel holder SEM yang telah dilapisi karbon. Selanjutnya dianalisis menggunakan instrument SEM.

3.5.5 Analisis Data

3.5.5.1 Analisis Ukuran Partikel

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X (XRD), maka ukuran partikel dapat ditentukan menggunakan persamaan berikut :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots(3.1)$$

Error! Reference source not found.dengan :

- D = ukuran kristal
- λ = panjang gelombang berkas sinar X
- β = FWHM (*full width half maximum*) $\pi / 180$
- θ = besar sudut dari puncak dengan intensitas tinggi

3.5.5.2 Analisis Kemurnian

Analisis kemurnian dilakukan dengan membandingkan difraktogram yang dihasilkan dengan difraktogram standar dari referensi yang diambil dari ICDD (*International Centre Diffraction Data*) (Treacy dan Higgins, 2001). Selain itu, persen kemurnian nanozeolit Y dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas nanozeolit Y dengan intensitas total sesuai persamaan :

$$\% \text{ nanozeolit Y} = \frac{\text{Jumlah intensitas nanozeolit Y}}{\text{Jumlah intensitas total}} \times 100 \% \dots\dots (3.3)$$

3.5.5.3 Analisis Morfologi

Berdasarkan data berupa gambar morfologi yang diperoleh dari *Scanning Electron Microscope (SEM)* dapat dianalisis keseragaman kristal secara kualitatif.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis nanozeolit Y dilakukan melalui beberapa tahapan yang meliputi preparasi abu sekam padi, ekstraksi silika, pencampuran bahan sintesis nanozeolit Y, dan karakterisasi. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ terhadap nanozeolit Y yang dihasilkan. Sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk memperoleh informasi mengenai kristalinitas, ukuran partikel, serta kemurnian. Karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi dari sampel hasil sintesis.

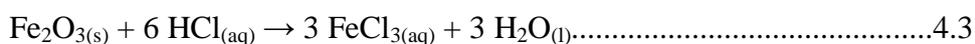
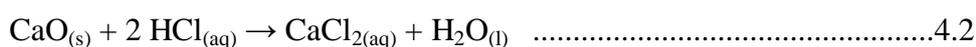
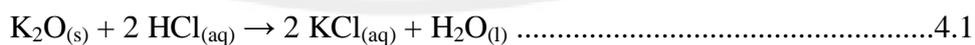
4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Abu sekam padi digunakan sebagai sumber silika untuk sintesis nanozeolit Y pada penelitian ini. Sekam padi diambil dari industri penggilingan padi di Megaluh, Jombang. Preparasi abu sekam padi diawali dengan proses pembersihan sekam padi menggunakan aquades untuk memisahkan sekam dengan kotoran fisik berupa debu, pasir, tanah, dan lain-lain.

Proses pengabuan dilakukan dengan membakar sekam padi yang telah dihaluskan pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam. Pembakaran ini bertujuan untuk menghilangkan senyawa organik dalam sekam padi. Pada suhu tinggi senyawa organik akan terdekomposisi menjadi senyawa yang lebih sederhana dan akan mudah menguap (Krishnarao, 2001). Hasil pembakaran berupa abu sekam padi

berwarna putih keabu-abuan. Perubahan warna abu sekam padi sangat berhubungan dengan kesempurnaan proses pembakaran. Sekam padi yang terbentuk dari hasil pemanasan pada suhu 600°C selama 30 sampai 90 menit berwarna hitam, selama 120 sampai 150 menit berwarna hitam keabu-abuan, dan selama 180 sampai 240 menit berwarna putih (Vempati, dkk., 2006). Proses pengabuan pada penelitian menghasilkan abu sekam padi berwarna abu-abu terang.

Abu sekam padi dicuci menggunakan HCl 1 M dengan perbandingan 1:6 (*b/v*) dan diaduk menggunakan *stirrer* pada suhu ruang selama 2 jam. Pencucian dilakukan untuk melarutkan oksida logam lain selain SiO₂ (Kalapathy, dkk., 2000 dan Widati, dkk., 2010). Penggunaan HCl dikarenakan SiO₂ relatif tidak reaktif terhadap Cl₂, H₂, asam-asam dan sebagian besar logam pada suhu 25 °C atau pada suhu yang lebih tinggi (Cotton, 1989). Selain itu, menurut Chakraverty (1998) HCl merupakan asam yang paling efektif untuk mengurangi logam dalam abu sekam padi. Reaksi pelarutan oksida logam terhadap HCl menurut Pratomo, dkk. (2013) adalah sebagai berikut:



Abu sekam padi sebelum dan setelah dicuci dengan HCl 1 M kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui perubahan persentase

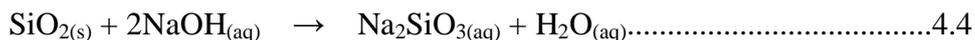
kandungan SiO_2 . Hasil karakterisasi ditunjukkan pada Tabel 4.1. Berdasarkan data tersebut prosentase silika pada abu sekam padi sebelum dan setelah dicuci HCl 1 M mengalami peningkatan dari 79,2% menjadi 89,0%. Hal ini dikarenakan pengotor logam telah berkurang saat pencucian dengan HCl 1 M.

Tabel 4.1. Komposisi kimia abu sekam padi

Komponen Kimia	Konsentrasi Unsur (%)	
	Sebelum Pencucian	Setelah Pencucian
Si	79,2	89,0
K	12,9	5,21
Ca	3,87	2,48
Cr	0,912	0,20
Mn	0,803	0,38
Fe	1,39	1,92
Ni	0,29	0,23
Cu	0,17	0,14
Zn	0,07	0,01
Yb	0,05	0,0
Eu	0,08	0,07
Re	0,2	0,2

4.2 Ekstraksi SiO_2 dari Abu Sekam Padi

Proses ekstraksi bertujuan untuk mendapatkan silika dari abu sekam padi dengan kemurnian yang lebih tinggi. Ekstraksi silika diawali dengan proses penambahan basa kuat berupa NaOH 7 M dan diaduk selama 5 jam pada suhu 80 °C. Adanya reaksi antara NaOH dengan abu sekam padi menyebabkan silika yang terkandung dalam abu larut karena kelarutan silika dalam basa kuat sangat besar (Vogel, 1990) sehingga silika dapat dipisahkan dengan logam-logam pengotor yang tidak dapat larut dalam NaOH. Reaksi yang terjadi (Zaemi, dkk., 2013):



Larutan natrium silikat yang terbentuk berwarna kuning kecoklatan ditambahkan dengan HCl 3 M untuk mendapatkan endapan silika karena silika tidak larut dalam asam. Pada proses ini terbentuklah endapan putih yang diduga senyawa SiO₂, penambahan asam dihentikan pada pH 7. Hasil ekstraksi dapat dilihat dari Gambar gel SiO₂ yang terlampir dalam Lampiran 7. Endapan silika selanjutnya dicuci dengan aquades hingga pH netral untuk menghilangkan ion pengganggu berupa Cl⁻ sisa dari pengendapan silika menggunakan asam klorida pada proses sebelumnya. Adanya ion Cl⁻ dalam filtrat hasil pencucian dapat dideteksi dengan penambahan AgNO₃ 0,1 M menghasilkan endapan putih. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada persamaan 4.5 (Adziimaa, dkk., 2013):

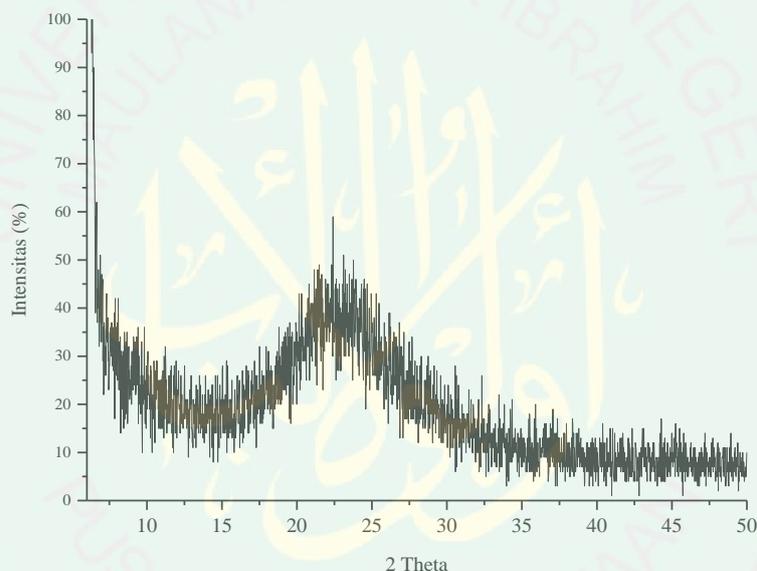


Hasil ekstraksi dapat diketahui dari data analisis *X-Ray Flourosence* yang tertera pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Komponen silika sekam padi

Komponen Kimia	Konsentrasi Unsur (%)
Si	94,7
K	1,0
Ca	1,8
Sc	0,02
Cr	0,099
Mn	0,46
Fe	0,97
Ni	0,26
Cu	0,19
Zn	0,05
Eu	0,1
Re	0,4

Silika yang dibutuhkan untuk sintesis nanozeolit yaitu silika amorf. Pada umumnya, silika yang dihasilkan dari pembakaran pada suhu terlalu tinggi yaitu silika kristalin sehingga akan sulit bereaksi dengan NaOH saat pembentukan nanozeolit (Wittayakun, dkk., 2008). Oleh karena itu dilakukan karakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasenya dengan rentang $5^\circ \leq 2\theta \leq 50^\circ$ seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1.



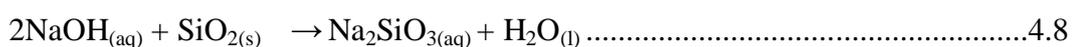
Gambar 4.1 Difraktogram silika sekam padi

Pola difraksi yang dihasilkan pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa terdapat gundukan pada 2θ 20-25 $^\circ$ dengan intensitas yang sangat rendah dan seragam sehingga tidak terlihat secara spesifik puncaknya. Hal ini menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan bersifat amorf. Menurut Della, dkk., (2002) reaktifitas silika berhubungan dengan fasa silikanya, dimana silika kristalin kurang reaktif dibandingkan dengan amorf.

4.3 Sintesis Nanozeolit Y

Sintesis nanozeolit Y dilakukan menggunakan metode sol-gel hidrotermal dengan penambahan templat organik berupa tetrametil amoniumhidroksida (TMAOH). Bahan yang digunakan yaitu silika sekam padi sebagai sumber silika dan aluminium oksida (Al_2O_3) sebagai sumber alumina. Pada penelitian ini digunakan tiga variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ meliputi 2, 2,5, dan 3 dengan komposisi molar $0,72 (\text{TMA})_2\text{O} : 0,0094 \text{Na}_2\text{O} : x \text{Al}_2\text{O}_3 : 1 \text{SiO}_2 : 108,82 \text{H}_2\text{O}$ yang mengacu pada Rasouli, dkk., (2011). Proses sol-gel yang terjadi meliputi hidrolisis, kondensasi, dan pemeraman kemudian dilanjutkan proses hidrotermal (pemanasan) untuk menyempurnakan pembentukan kristal nanozeolit.

Sintesis nanozeolit diawali dengan mencampurkan semua bahan sesuai dengan hasil perhitungan. Tercampurnya NaOH dengan SiO_2 dan Al_2O_3 menghasilkan natrium alumina dan natrium silika. Pada tahap ini prekursor terhidrolisis oleh air sehingga menghasilkan sol berupa koloid putih dengan reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012):



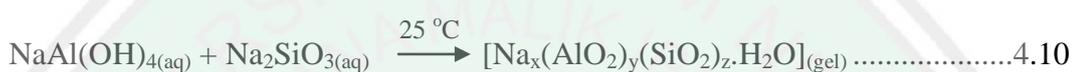
Fungsi NaOH dalam sintesis nanozeolit yaitu sebagai kation penyeimbang, aktivator peleburan untuk membentuk natrium silika dan natrium alumina yang

mudah larut sehingga dapat dikonversi membentuk zeolit, serta untuk mendapatkan kondisi basa. Sintesis nanozeolit Y dilakukan pada kondisi basa karena pada kondisi tersebut akan terjadi polimerisasi ion-ion pembentuk nanozeolit. Fathizadeh dan Ordou (2011) telah melakukan sintesis zeolit Y dengan variasi penambahan NaOH sehingga dapat diketahui efek pH (12,47; 12,68; 12,84; dan 13,25) terhadap pembentukan gel. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa pada pH 12,47 tidak dihasilkan gel, dan pembentukan gel tersebut mulai terjadi pada pH 12,68. Pada penelitian ini, pH yang digunakan yaitu sebesar 14, sehingga kemungkinan terbentuknya gel dari ion $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ dapat terjadi.

Penambahan molekul organik berupa TMAOH difungsikan sebagai templat yang mengarahkan dalam pembentukan struktur nanozeolit. Templat merupakan kation surfaktan yang akan berinteraksi dengan kerangka anionik pembentuk nanozeolit. Dalam bentuk larutan, TMAOH akan terionisasi menjadi TMA^+ dan OH^- . TMAOH cenderung melepaskan ion OH^- dikarenakan tidak ada interaksi pembentukan ikatan hidrogen interioniknya. Sehingga molekul TMAOH sangat mudah melepaskan OH^- dan memiliki sifat kebasaaan yang sangat kuat (Effendy, 2006). Adanya ion TMA^+ yang memiliki muatan positif akan berinteraksi dengan anion pembentuk zeolit yaitu $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Perbedaan muatan inilah yang menyebabkan timbulnya gaya tarik menarik elektrostatik antar molekul templat organik dengan zeolit. Adanya interaksi tersebut merupakan penyebab terjadinya

penstabilan kerangka zeolit oleh templat organik, oleh karena itu pembentukan zeolit akan lebih disukai (Warsito, dkk., 2008 dan Zhao, 1996).

Interkasi antara templat organik dengan anion pembentuk zeolit akan berlangsung secara kontinyu disertai adanya reaksi kondensasi membentuk ikatan Si-O-Al. Adanya reaksi tersebut ditandai dengan berubahnya sol menjadi gel. Reaksi yang terjadi yaitu (Ojha, dkk., 2004):



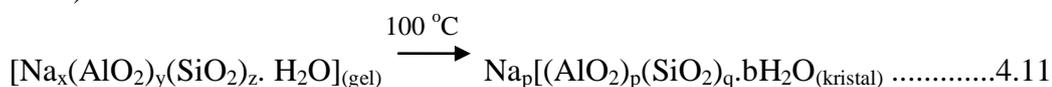
Proses pembentukan gel dimaksimalkan pada tahap pemaraman/pematangan gel selama 72 jam sehingga jaringan gel yang dihasilkan akan lebih kaku dan kuat setelah proses tersebut. Tahap ini berperan penting karena pembentukan gel merupakan suatu proses awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal nanozeolit. Pada proses ini dihasilkan gel berwarna putih.

Perubahan sol menjadi gel dapat diamati dengan adanya perubahan kekentalan yang semakin meningkat pada larutan yang dihasilkan, hal ini berkaitan dengan adanya gaya antar molekul yang terjadi. Menurut Effendy (2008) menyatakan bahwa semakin kuat gaya antar molekul yang ada, maka zat akan semakin sulit mengalir dan akibatnya kekentalannya semakin tinggi. Pada kondisi gel, terjadi penggabungan partikel-partikel hasil hidrolisis yaitu Si(OH)_4 dan Al(OH)_4^- diawali dengan saling tumpang tindihnya (*overlapping*) spesi tersebut diikuti dengan pelepasan molekul H_2O menjadi polimer Si-O-Al (Tovina,

2009). Proses kondensasi ini terjadi secara kontinyu sehingga akan dihasilkan suatu jaringan.

Gel yang terbentuk kemudian dilanjutkan dengan proses hidrotermal pada suhu 100 °C selama 48 jam. Proses hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada suhu relatif tinggi (± 100 °C) dalam wadah tertutup (Oye, dkk., 2001). Tahap ini bertujuan untuk menyempurnakan pertumbuhan kristal dan meningkatkan keteraturan kristal. Pada proses ini, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya membentuk susunan yang lebih teratur. Menurut Warsito, dkk., (2008) pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa, dan larutan lewat jenuh. Apabila gel amorf sisa larut kembali, maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti sampai gel amorf tersebut habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil (pemadatan struktur).

Pada proses hidrotermal, kekentalan cairan semakin berkurang karena telah terjadi proses pemadatan struktur dengan adanya pemanasan. Perubahan kekentalan yang terjadi merupakan akibat adanya kenaikan temperatur yang dapat memperbesar jarak antara molekul-molekul pada cairan sehingga kekuatan gaya antar molekul berkurang dan kekentalan cairan juga berkurang (Effendy, 2008). Reaksi yang terjadi pada proses hidrotermal yaitu (Zhely dan Widiastuti, 2012):



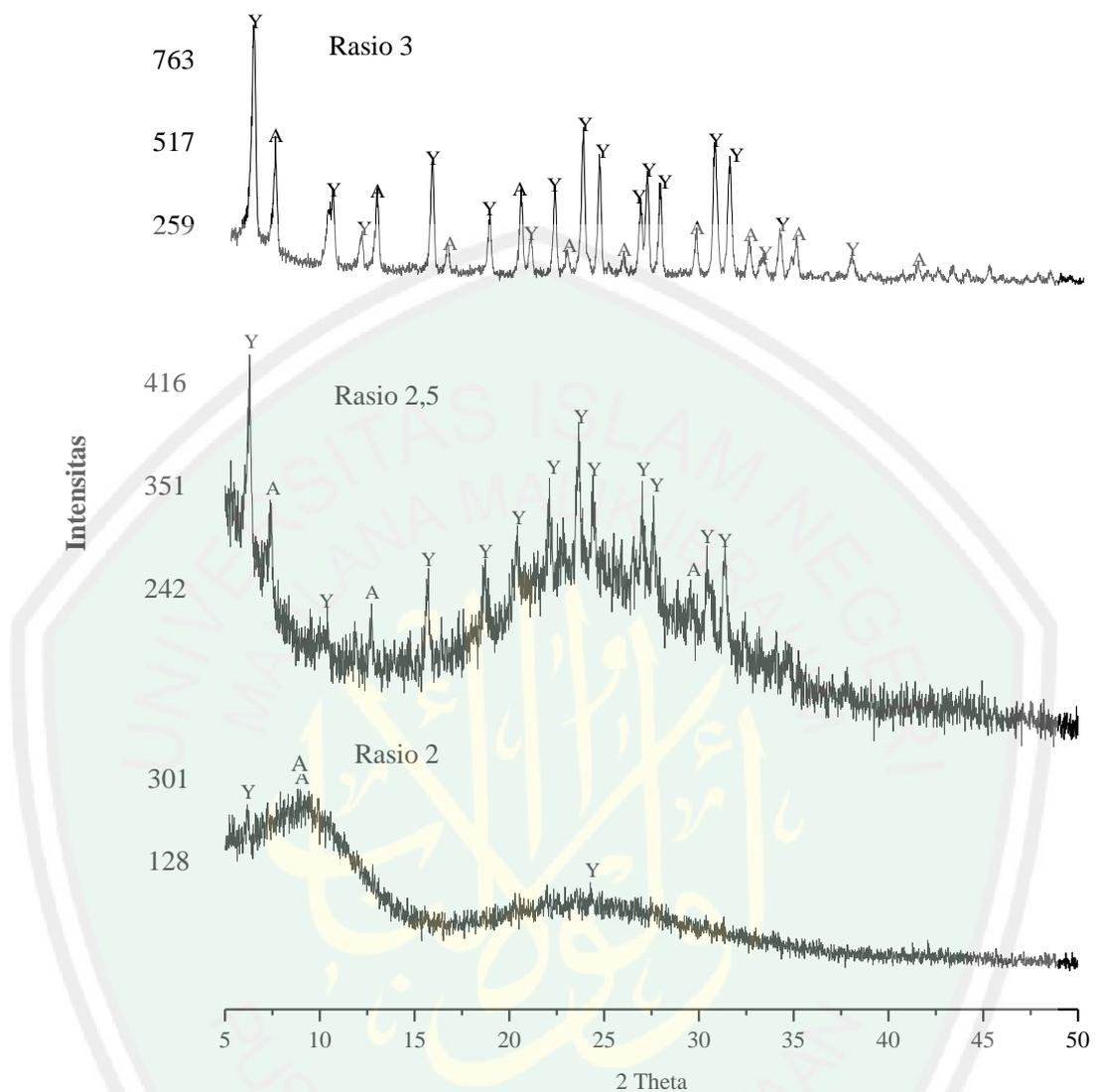
Padatan yang terbentuk dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa-sisa NaOH kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam untuk menguapkan air yang terperangkap pada pori nanozeolit. Padatan yang telah kering selanjutnya dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk mendekomposisi templat organik sehingga menghasilkan pori yang terbuka. Pada tahap akhir dihasilkan padatan berwarna putih.

4.4 Karakterisasi

4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Fase kristal, kemurnian, serta ukuran dari nanozeolit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) dengan kondisi operasi radiasi CuK α sebesar 1,540 Å dengan sudut 2 θ sebesar 5 – 50 °. Analisis hasil dilakukan dengan cara membandingkan puncak sampel dengan standar *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Teacy dan Higgins, 2001) yang dapat dilihat pada Lampiran 5.

Difraktogram nanozeolit hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.2. Hasil tersebut menunjukkan bahwa ada 2 jenis mineral yang terkandung dalam sampel yaitu nanozeolit A dan nanozeolit Y. Dengan demikian, nanozeolit hasil sintesis yang terbentuk berupa campuran antara nanozeolit A dan nanozeolit Y dengan nanozeolit Y paling dominan.



Gambar 4.2 Difraktogram nanozeolit Y rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2; 2,5 dan 3

Adanya pengotor berupa nanozeolit A dalam sintesis ini dikarenakan unit pembangun sekunder (SBU) penyusun nanozeolit A dan Y sama. Nanozeolit Y dapat disusun dari unit pembangun sekunder 6,6 dan 4,6. Sedangkan nanozeolit A dapat disusun dari unit sekunder 4,4 dan 4,6. Oleh karena itu, terdapat kemungkinan terbentuknya zeolit A maupun zeolit Y dari SBU tersebut.

Sharma, dkk (2014) melakukan sintesis nanozeolit Y dengan waktu pemeraman selama 24 jam, dan kondisi kristalisasi pada 90 °C selama 7 hari menghasilkan nanozeolit campuran yaitu nanozeolit Y dan A. Hal ini disebabkan adanya kondisi pH yang tidak optimum dalam pembentukan zeolit Y. Perubahan perbandingan komposisi Si, Al, dan OH dalam sintesis dapat menimbulkan terbentuknya zeolit jenis lain (Conato, dkk., 2010).

Faktor lain yang dapat mempengaruhi terbentuknya campuran nanozeolit A dan Y yaitu suhu kristalisasi dan waktu kristalisasi. Apabila kondisi kristalisasi bergeser dari kondisi optimum pembentukan zeolit Y maka dapat menimbulkan adanya campuran zeolit lain. Pada penelitian ini digunakan suhu 100 °C selama 48 jam sebagai kondisi kristalisasinya. Salama, dkk (2016) melakukan sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi suhu (80, 90, 100 °C). Pada suhu 100 °C terbentuklah campuran zeolit A. Selain itu juga dilakukan penelitian mengenai variasi waktu kristalisasi (2, 4, 5 hari), pada waktu kristalisasi 2 hari diperoleh campuran zeolit Y dan A, pada 4 hari diperoleh zeolit Y murni, dan pada waktu kristalisasi 5 hari diperoleh campuran Y dan P.

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat diketahui bahwa nanozeolit Y paling murni dihasilkan pada rasio 2,5 dengan sedikit campuran nanozeolit A. Pada rasio 2,5 ada 3 puncak nanozeolit A yang muncul yaitu pada 2θ 7,4374; 12,7053; dan 29,5885 dengan intensitas yang rendah. Pada rasio 3 puncak nanozeolit A yang muncul lebih banyak sehingga kemurniannya menurun. Sedangkan pada rasio 2,

hanya ada 3 puncak yang muncul yaitu puncak nanozeolit Y pada 2θ 6,1675 dan 24,0784, puncak nanozeolit A pada 2θ 9,3977. Dengan demikian, nanozeolit Y hasil sintesis dengan kemurnian paling tinggi terbentuk pada rasio 2,5. Rasio ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan Rahman, dkk (2009) yaitu sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan rasio 2,43 menghasilkan nanozeolit Y murni.

Keberhasilan sintesis dipengaruhi oleh banyak faktor antara lain perbandingan komposisi Si, Al, dan OH, waktu kristalisasi, waktu pemeraman, suhu kristalisasi, dan juga sumber silika dan alumina yang digunakan. Setiap zeolit dengan tipe yang berbeda memiliki kondisi optimum tertentu dalam pembentukannya. Dengan demikian, apabila kondisi sintesis kurang ataupun melebihi dari kondisi optimum terbentuknya zeolit yang diinginkan, maka akan terbentuklah pengotor berupa zeolit lain (Conato, dkk., 2015). Selain itu, terdapat kemungkinan reaktan yang digunakan tidak bereaksi dengan sempurna yang menyebabkan berubahnya perbandingan Si, Al, dan OH dalam sintesis sehingga terbentuklah zeolit campuran.

Kristalinitas suatu material dapat diamati dari intensitas puncak yang dihasilkan pada difraktogram. Puncak yang terlihat jelas, tajam, dan memiliki intensitas yang tinggi menandakan susunan kristal yang semakin teratur sehingga dapat dikatakan memiliki tingkat kristalinitas yang tinggi begitupula sebaliknya. Berdasarkan Gambar 4.2 dan data pada Lampiran.4 dapat disimpulkan bahwa

semakin tinggi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ maka kristalinitas yang dihasilkan semakin tinggi.

Menurut Sutarno, dkk (2003) kenaikan rasio molar Si/Al menyebabkan kristalinitas semakin bertambah dikarenakan interaksi antara anion silikat dengan surfaktan lebih baik dibandingkan dengan interaksi antara anion alumina dengan surfaktan. Hal ini dikarenakan, pada pH basa, anion silika memiliki muatan negatif lebih tinggi dibandingkan dengan anion alumina. Semakin bertambahnya rasio, maka keberadaan Si semakin bertambah, sehingga interaksi antara surfaktan dengan anion pembentuk zeolit lebih disukai.

Banyaknya puncak nanozeolit Y yang muncul berkaitan dengan kemurniannya. Semakin banyak puncak nanozeolit Y yang muncul, maka kemurnian nanozeolit Y yang dihasilkan semakin tinggi. Analisis lain dilakukan untuk menghitung prosentase kandungan nanozeolit Y dalam sampel. Berdasarkan perhitungan yang dapat dilihat pada Lampiran 5, maka diperoleh hasil sebagaimana ditunjukkan pada Tabel 4.3. Hasil terbaik berdasarkan data tersebut, nanozeolit Y paling murni terbentuk pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5.

Tabel 4.3 Hasil analisis kuantitatif prosentase nanozeolit Y

Sampel	% Nanozeolit Y
Nanozeolit sintesis rasio 2	Amorf
Nanozeolit sintesis rasio 2,5	89,55
Nanozeolit sintesis rasio 3	79,0

Data lain yang dapat mendukung hasil kemurnian terbaik nanozeolit Y sintesis yaitu data yang diperoleh melalui analisis refinement (penghalusan struktur) menggunakan program Rietica. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen dengan data standart dan mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dari material yang disintesis. Model awal atau input yang digunakan yaitu nanozeolit Y standar yang memiliki bentuk simetri $Fd3m$ dan kisi kristal kubik dengan parameter sel $a=b=c= 24,2576$ (Å) dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001). Hasil akhir refinement tertera pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Parameter sel satuan nanozeolit Y menggunakan program Rietica

Sampel	Space Group	Kisi Kristal	a=b=c (Å)	$\alpha=\beta=\gamma$	Rp (%)	Rwp (%)	GoF (χ^2)
Rasio 2	$Fd3m$	Kubik	24,4769	90°	15,31	10,23	0,635
Rasio 2,5	$Fd3m$	Kubik	24,2592	90°	20,78	19,31	1,656
Rasio 3	$Fd3m$	Kubik	24.3249	90°	36,03	43,63	12,67

Berdasarkan Tabel 4.4 nilai parameter kisi pada data sampel sedikit mengalami perubahan dibandingkan dengan data standarnya. Hal ini disebabkan adanya pergeseran atau perbedaan sudut difraksi (Istiqomah,dkk., 2014). Derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen dengan data standar ditunjukkan dari nilai Rp, Rwp, dan *goodnes-of-fit* (GoF). Nilai Rp dan Rwp merupakan nilai residu kesalahan (mendekati 0) menunjukkan semakin miripnya kurva intensitas percobaan dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bisa diterima jika $\leq 20\%$. Gof adalah nilai indikator penyesuaian terbaik dari percobaan. Parameter hasil

refinement yang telah dilakukan dapat dikatakan *acceptable* (bisa diterima) apabila nilai GoF (*Good of Fitness*) mencapai kurang dari 4% (Widodo dan Darminto, 2010).

Analisis kuantitatif lanjut yang dilakukan yaitu menghitung ukuran kristal dari nanozeolit Y hasil eksperimen. Keberhasilan sintesis nanozeolit Y dapat diketahui dari ukuran kristal yang dihasilkan. Apabila ukuran kristal dari nanozeolit Y sintesis berkisar antara 1-100 nm maka sintesis nanozeolit Y dinyatakan berhasil. Ukuran kristal nanozeolit Y dihitung menggunakan persamaan Debye Schererr dan hasil perhitungannya tertera pada Tabel 4.5. Perhitungan dilakukan dengan mengambil 3 titik yang memiliki intensitas tinggi sehingga dianggap mewakili seluruh sampel nanozeolit Y.

Tabel 4.5 Ukuran kristal nanozeolit Y sintesis

Sampel	2 theta(°)	Ukuran Kristal (nm)
Nanozeolit rasio 2	6,1675	32,50
	24,0784	90,30
Nanozeolit rasio 2,5	6,2911	95,26
	15,6701	59,94
	24,4311	40,51
Nanozeolit rasio 3	6,1917	47,57
	15,6341	47,95
	24,4712	48,60

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat disimpulkan bahwa ukuran kristal nanozeolit Y rasio 2 berkisar antara 30-90 nm, pada rasio 2,5 berkisar antara 40-100 nm. Sedangkan pada rasio 3 ukuran kristal nanozeolit yang dihasilkan

berkisar antara 45-50 nm. Ukuran kristal pada rasio 3 lebih homogen dibandingkan dengan rasio 2,5. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa zeolit yang dihasilkan dalam penelitian ini merupakan nanopartikel. Salah satu faktor yang mempengaruhi ukuran selain suhu dan waktu pemeraman yaitu adanya molekul organik. Adanya penambahan molekul organik berupa TMAOH menyebabkan konsentrasi ion OH^- dalam sintesis semakin meningkat. Bertambahnya jumlah OH^- dapat meningkatkan laju nukleasi dan kelarutan Si dan Al sehingga dapat mempengaruhi ukuran yang dihasilkan (Rakoczy dan Traa, 2003).

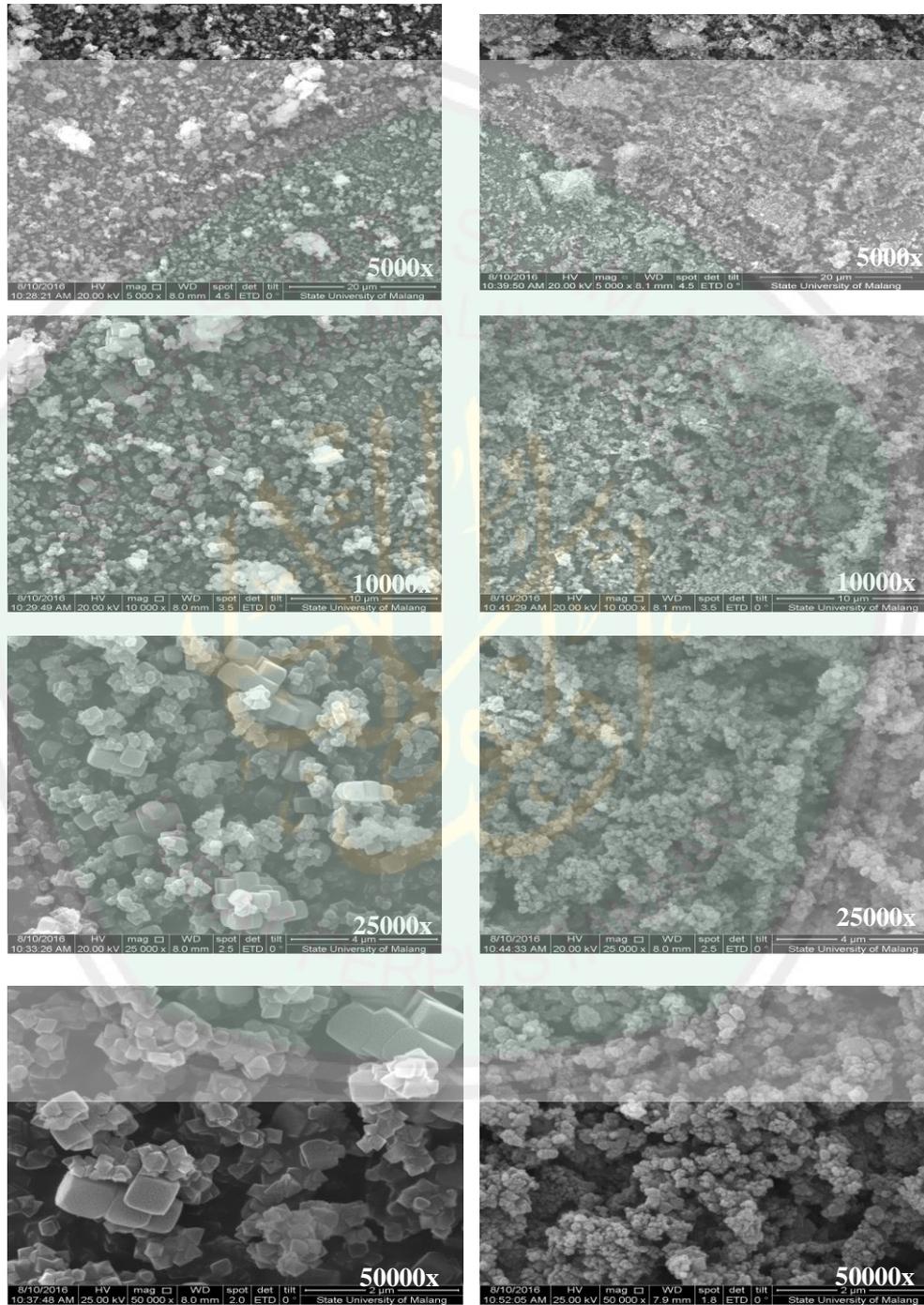
Zeolit Y dengan ukuran nanopartikel telah berhasil disintesis oleh Toto (2016) dengan lumpur lapindo sebagai sumber silikanya tanpa penambahan templat organik menghasilkan nanozeolit Y dengan ukuran berkisar antara 40-90 nm. Ukuran kristal sangat mempengaruhi kinerja dari zeolit tersebut, semakin kecil ukuran kristal suatu material maka luas permukaannya semakin luas sehingga sisi aktif yang akan berinteraksi dengan senyawa lain akan semakin banyak (Yullizar, 2004). Oleh karena itu, berdasarkan hasil perhitungan pada Tabel 4.5 diharapkan nanozeolit tersebut akan memiliki kinerja yang lebih bagus.

4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Morfologi permukaan dari suatu material dapat dilihat melalui karakterisasi menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM). Gambar yang dihasilkan dari karakterisasi SEM dapat menunjukkan keseragaman serta bentuk

dari kristal yang menyusun suatu material , dalam penelitian ini yaitu nanozeolit

Y. Hasil karakteriasi SEM terlihat pada Gambar 4.3.



(a)

(b)

Gambar 4.3 Nanozeolit Y a) rasio 2,5 dan b) rasio 3

Berdasarkan Gambar 4.3, morfologi nanozeolit Y pada rasio 2,5 sangat terlihat jelas, tajam dengan bentuk kristal kubik, sedangkan pada rasio 3 morfologi yang dihasilkan kurang jelas serta bentuk kristalnya kurang tajam. Hal ini sesuai dengan hasil analisis kisi kristal nanozeolit Y menggunakan *Rietica* pada Tabel 4.4 bahwa pada rasio 2,5 nilai ketidakcocokan dengan standar lebih kecil dibandingkan dengan rasio 3, artinya tingkat kemurnian nanozeolit Y pada rasio 2,5 lebih tinggi daripada rasio 3. Oleh karena itu, hasil SEM tersebut menunjukkan bahwa bentuk kristal kubik terlihat lebih jelas pada rasio 2,5 dibandingkan dengan rasio 3.

Ukuran kristal yang terlihat pada morfologi nanozeolit Y menunjukkan bahwa pada rasio 2,5 ukuran kristal yang terbentuk berbeda-beda sehingga tidak seragam. Sedangkan pada rasio 3 ukuran kristalnya terlihat kecil-kecil dengan keseragaman yang lebih tinggi. Hal ini sesuai dengan hasil perhitungan data XRD menggunakan persamaan Deybe-Scherrer pada Tabel 4.5 bahwa ukuran kristal nanozeolit Y pada rasio 2,5 berkisar antara 40-100 nm, sedangkan pada rasio 3 ukuran kristalnya berkisar antara 45-50 nm.

4.5 Penggunaan Abu Sekam Padi Prespektif Islam

Bahan utama yang digunakan dalam sintesis nanozeolit yaitu silika dan alumina. Penelitian ini memanfaatkan abu sekam padi sebagai sumber silikanya. Sekam padi merupakan salah satu limbah yang dihasilkan dari industri penggilingan padi yang memiliki kandungan silika tinggi. Allah SWT telah

menciptakan tumbuh-tumbuhan di bumi ini dengan banyak manfaat untuk kemaslahatan hidup manusia sebagaimana firmanNya dalam Surah Luqman ayat 10:

حَلَقَ السَّمَوَاتِ بِغَيْرِ عَمَدٍ تَرَوْنَهَا ۖ وَاللَّيْلِ فِي الْأَرْضِ رَوَيْتَ أَنْ تَمِيدَ بِكُمْ وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ
وَأَنْزَلْنَا مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿١٠﴾

“Dia menciptakan langit tanpa tiang yang kamu melihatnya dan Dia meletakkan gunung-gunung (di permukaan) bumi supaya bumi itu tidak menggoyangkan kamu; dan memperkembang biakkan padanya segala macam jenis binatang. dan Kami turunkan air hujan dari langit, lalu Kami tumbuhkan padanya segala macam tumbuh-tumbuhan yang baik.”

Berdasarkan (Shihab, M., 2002) ayat diatas menjelaskan bahwa Allah SWT menurunkan air dari langit sehinggalah terjadilah pencampuran air dengan tanah yang menyebabkan tumbuhnya segala macam tumbuh-tumbuhan yang baik. Tumbuhan yang baik dalam hal ini yaitu tumbuhan yang memberikan manfaat bagi makhluk hidup.

Padi merupakan salah satu tumbuhan yang memiliki banyak manfaat bagi makhluk hidup. Masyarakat pada umumnya hanya memanfaatkan biji dari tanaman padi yaitu sebagai makanan pokoknya, sedangkan limbah yang berupa sekam hanya dibuang begitu saja. Pengolahan limbah sekam padi hanya sebatas dibakar sehingga menghasilkan uap yang dapat menimbulkan polusi udara. Allah SWT telah memerintahkan hambanya untuk selalu menjaga lingkungan di sekitarnya sebagaimana firman-Nya dalam surah al-A'raf ayat 56 :

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ خَوْفًا وَطَمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٥٦﴾

"Dan janganlah kamu berbuat kerusakan di muka bumi sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepadanya dengan rasa takut (tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik".

Menurut tafsir Al-Mishbah, Ayat diatas berisi tentang larangan manusia berbuat melampaui batas yang berakibat pada kerusakan bumi. Ayat ini melanjutkan tuntunan pada ayat yang lalu dengan menyatakan, sesungguhnya rahmat Allah SWT akan senantiasa amat dekat kepada para muhsinin, yakni orang yang berbuat baik dan menjaga bumi dari kerusakan sekaligus memperbaiki dan merawatnya (Shihab.2002).

Sintesis nanozeolit menggunakan sekam padi pada penelitian diharapkan dapat meningkatkan nilai guna dari limbah tersebut. Pemanfaatan limbah sekam padi sebagai sumber silika dalam sintesis nanozeolit merupakan salah satu bukti bahwasanya Allah SWT menciptakan segala sesuatu di bumi ini pasti ada tujuan dan hikmahnya bagi manusia yang mau memikirkannya. Allah SWT telah berfirman dalam surat Shaad ayat 27 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بِنَهْمٍ لِّلَّذِينَ كَفَرُوا فَوَيْلٌ لِّلَّذِينَ كَفَرُوا مِنَ النَّارِ ﴿٢٧﴾

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

Menurut tafsir Al-Mishbah, ayat ini merupakan petunjuk Allah SWT kepada manusia bahwasanya langit, bumi, dan apa yang ada di antara keduanya seperti udara, mineral, batuan, tumbuhan, dan lain-lain yaitu ciptaan Allah tidak ada sia-sia tanpa hikmah. Oleh karena itu, sebagai manusia yang berilmu hendaknya kita memikirkan hikmah dan manfaat dibalik sesuatu yang diciptakan Allah SWT seperti limbah sekam padi yang diolah menjadi produk yang lebih berguna bagi manusia.

Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan tiga variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yaitu 2; 2,5; dan 3. Hasil menunjukkan bahwa adanya perbedaan komposisi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dapat mempengaruhi kemurnian dari nanozeolit Y tersebut. Nanozeolit Y paling murni dihasilkan pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5. Hal ini merupakan suatu pertanda bahwasanya setiap ciptaan Allah SWT itu memiliki kadar dan ukuran-ukuran tertentu. Apabila ukuran/kadar nya tidak sesuai maka hasilnya juga tidak akan baik begitupun juga dengan nanozeolit Y. Sebagaimana dalam surah al-Furqan ayat 2 :

الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُنْ لَهُ شَرِيكٌ فِي الْمَلِكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا ﴿٢﴾

“Yang kepunyaanNya-lah kerajaan langit dan bumi, dan Dia tidak mempunyai anak, dan tidak ada sekutu bagiNya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia telah menciptakan segala sesuatu, dan dia menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya.”

Kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang, atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap

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



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Nanozeolit Y dapat disintesis dari abu sekam padi sebagai sumber silikanya menggunakan metode sol-gel dengan penambahan templat organik. Hasil XRD menunjukkan bahwa ada 2 campuran yang terkandung dalam nanozeolit sintesis yaitu nanozeolit Y dan A. Nanozeolit Y dengan kemurnian tertinggi terbentuk pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5. Ukuran kristal yang dihasilkan pada rasio 2; 2,5; dan 3 berturut-turut yaitu 30-90; 40-100; dan 45-50 nm. Pada nilai 2θ yang sama yaitu 6,2911 ukuran kristal nanozeolit Y rasio 2; 2,5; dan 3 berturut-turut 32,50; 95,26; dan 47,57 nm. Analisa SEM menunjukkan bahwa morfologi nanozeolit Y pada rasio 2,5 terlihat bentuk kristal yang jelas dengan keseragaman yang rendah. Morfologi nanozeolit Y pada rasio 3 memiliki bentuk kristal yang kecil dengan keseragaman cukup tinggi.

5.2 Saran

1. Nanozeolit Y yang dihasilkan pada penelitian ini masih berupa campuran dengan nanozeolit A. Perlu dipertimbangkan beberapa faktor yang mempengaruhi hasil sintesis yaitu pH, waktu pemeraman, suhu kristalisasi, dan waktu kristalisasi.
2. Diperlukan penelitian lebih lanjut tentang aplikasi dari nanozeolit hasil sintesis dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

DAFTAR PUSTAKA

- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., dan Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol.1, no.1, hal. 1-6.
- Akbar, F., Zahrina, I., dan Yemilda, A. 2011. Sintesis ZSM-5 dari Natrium Silikat yang Berasal dari Abu Sawit. *Jurnal Sains dan Teknologi*, 10 (1): 8-11.
- Al-fida, A. 1991. *Tafsir al-Qur'an Adzim*. Beirut: Maktabah al-Nur al-Ilmiah.
- Anggoro, D.D., Fauzan, M.A., dan Dharmaparayana, N. 2007. Pengaruh Kandungan Silikat Dan Aluminat Dalam Pembuatan Zeolit Sintesis Y dari Abu Sekam Padi. *Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*. Semarang : Universitas Diponegoro Semarang.
- Anggoro, D.D., dan Purbasari, A. 2009. The Optimization of Production Zeolite Y Catalyst from RHA by Response Surface Methodology. *Reaktor*, Vol. 12 No. 3, Juni 2009, Hal. 189-194. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Armarolli, T., Simon, L.J., Digne, M., Montanari, T., Bevilacqua, M., Valtchev, V., Patarin, J., dan Busca, G. 2006. Effects of Crystal Size and Si/Al ratio on the surface properties of H-ZSM-5 zeolites. *Applied Catalysis A: General*. Vol.306. Hal. 78-84.
- Astini, V. 2008. Efektivitas Penambahan Karbon Terhadap Proses Reduksi Langsung Besi Oksida. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Atkins, P.W., 1999, *Kimia Fisika*, ed-4. Jakarta: Erlangga.
- Auerbach, S., Carrado, K., dan Dutta, P. 2003. *Hand book of Zeolite Science and Technology*. New York : Marcel Dekker Inc.
- Aveen, H.M., dan Kafia, M.S. 2014. Comparison the Properties of Zeolite NaY Synthesized by Different Procedures. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering, and Technology*. Vol.3, hal 13333-13342.
- Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. 2009. *Sekam Padi Sebagai Sumber Energi Alternatif dalam Rumah Tangga Petani*. Departemen Pertanian.

- Bahri, S. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Malang.
- Barrer, R.M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. Academic Press
- Bekum, H, E, Flaningen, M., and Jansen, J.C. 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*. Amsterdam: Elsevier.
- Chakraverty, A., Mishra, P., dan Banerjee, D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid-Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Materials Science*. Vol 23. 21-24.
- Chen, N.Y., Degnan, T.F., Smith, Jr. 1994. Molecular Transport Reaction in Zeolites: Design and Application of Shape Selective Catalysis. *VCH Publisher*. New York. Hal 8-47.
- Conato, M. T., Oleksiak, M. D., McGrail, P., Motkuri, R. K., dan Rimer, J. D. 2015. Framework Stabilization of Si-rich LTA Zeolite Prepared in Organic-Free Media. *Chem. Commun*, 51: 269-272.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: UI Press.
- Danarto, Y.C., Nur, A., Seiawan, D.P., dan Kuncoro, N.D. 2010. Pengaruh Waktu Operasi Terhadap Karakteristik Char Hasil Pirolisis Sekam Padi Sebagai Bahan Pembuatan Nano Struktur Supermikroporous Carbon. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*. Yogyakarta.
- Della, V.P., I. Kühn, D. Hotza., (2002), Rice husk ash an aternate source for active silica production, *Materials Letters*, Vol. 3895.
- Effendy. 2006. *Teori VSEPR, Kepolaran dan Gaya Antarmolekul*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Eko, T., dan Anggoro, T. 2005. Pembuatan Zeolit Sintesis HY : Pengaruh Suhu dan Waktu Kristalisasi. *Laporan Penelitian Mahasiswa Teknik Kimia*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Fathizadeh, M., dan Ordou, N. 2011. Controlling Yield of NaY Zeolite Synthesis by Hidrothermal Methode. *International Journal of Industrial Chemistry*. Vol 2 No.4 hal. 190-195. Iran.

- Fernandes, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Gates, Bruce C.1992. *Catalytic Chemistry*. Singapore: John Wiley and Sons Inc.
- Ginting, L. Hermawan, S., dan Encey, T. 2005. Pembuatan Perangkat Lunak Analisis Kualitatif Difraksi Sinar-X dengan Metode Hanawatt. *Prosiding Seminar Nasional Sains dan Teknik Nuklir*. P3Tkn-BATAN : Bandung.
- Grant, M.N., dan Suryanarayana. 1998. *X-Ray Diffraction : A Practical Approach*. New York : Plenum Press.
- Haag, W.O., 1984. *Catalysis by Zeolite Science and Technology in Zeolite : Related Microporous Materials*. Amsterdam. Elsevier.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization and Modifications*. Malaysia: Universitas Teknologi Malaysia.
- Haryadi. 2006. *Teknologi Pengolahan Beras*. Gadjah Mada University Press.
- Holmes, S.M., dkk. 1998. *In situ FTIR Study of the Formation of MCM-41*. Faraday. Chemistry Departmen. Manchester: UMIST.
- Hsu, H.W., dan Luh, B.S. 1980. *Rice Product And Utilization*. Editor: Bor Shiun Luh. New York : Avi Publishing Company Inc. Hal. 736-740.
- Htay, M., dan Oo, M. 2008. *Preparation of Zeolite Y Catalyst for Petroleum Cracking*. World Academy of Science. Engineering and Technology.
- Hwang, C.L., dan Chandra, S. 1997. The Use of Rice Husk Ash in Concrete. *Waste Materials Used in Concrete Manufacturing*. USA: Noyes Publications.
- Hu, H., Landon, O., dan Ayo, A. 2010. Characterizing and Modeling Mechanical Properties of Nanocomposites-Review and Evaluation. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 9 No.4 pp. 275-319.
- Imam, P.T., Arneli, dan Suseno, A. 2013. Pengaruh Konsentrasi NaoH pada Pengambilan Silika dari Abu Sekam Padi untuk Sintesis Zeolit dan Aplikasi sebagai Builder Detergen.*Jurnal UNDIP*. 1(1) 25-282. Fakultas Sains dan Matematika. UNDIP.

- Indrawati, L. 2009. *Teknologi Bahan Bangunan Bata dan Genteng*. Balai Penelitian Keramik. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Jenkin, R. 1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Toronto: John Wiley & Sons.
- Jumaeri, Astuti, P., Sulistyaningsih, T., dan Latifah. 2008. Sintesis Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal dan Aplikasinya Sebagai Penukar Ion dalam Proses Pengolahan Air. *Laporan Penelitian Hibah Bersaing*. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
- Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technol.* Vol. 73, hal: 257-262.
- Kasmui, Muhlisin, M.Z., dan Sumarni, W. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Jurnal Kimia: UNNES*.
- Khabuanchalad, S., Khemthong, P., Prayoonpokarach, S., dan Wittayakun, J. 2008. Transformation of zeolite NaY Synthesized from Rice Husk Silica to NaP During Hydrothermal Synthesis. *Suranaree J. Sci. Technol*, 15(3): 225-231.
- Khalifah, S.N., Hartanto, D., dan Prasetyoko, D. 2010. *Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 Mesopori dengan Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$* . Tesis Tidak Diterbitkan. Surabaya: Jurusan Kimia Anorganik. FMIPA ITS.
- Koller, H. Dkk. 1997. ^{13}C and ^{23}Na Solid-State NMR Study on Zeolite Y Loaded with $\text{Mo}(\text{CO})_6$. *Journal Physical Chemistry*. Eindhoven University of Technology : Netherlands.
- Krishnarao, R. V., Subrahmanyam J., Kumar, T. J., (2001), Studies on the formation of black in rice husk silica ash. *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 21, hal. 99-104
- Masoudian, S.K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X From Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*. 8(1) 54-60. Iran.
- Mastropietro, T.F., Drioli E., dan Poerio. 2014. Low Temperature Synthesis of Nanosized NaY Zeolite Crystals From Organic-Free Gel by Using Supported Seeds. *Journal of The Royal Society of Chemistry*. Vol 4

21951-21957.

- Mazak, M.A., 2006. Modified Zeolite Beta As Catalyst in Friedel-Crafts Alkylation of Resorcinol. *Thesis Chemistry*. Malaysia: UTM.
- Mintova, S., dan Ng, E-P. 2013. *Zeolite Nanoparticles*. Elsevier. France.
- Moamen, A.O.A., Ismail, I.M., Rahman, A.R.O. 2015. Factorial design analysis for optimizing the removal of cesium and strontium ions on synthetic nano-sized zeolite. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 000 (2015) 1–12.
- Mohamed, R.M., Mkhali, R.A., dan Barakat, M.A., 2012. Rice Husk Ash as a Renewable Source for The Production of Zeolite NaY and its Characterization. *Arabian Journal of Chemistry*. Vol 8 hal 48-53.
- Monsalve, A.G. 2004. *Active Acid Sites in Zeolite Catalyzed Iso-butane/cis-2-butene Alkylation*. Germany: Institut fur Technische Chemie der Technischen Universitat Munchen Lehrstuhl II.
- Muhammad, S. dan Munawar, E. 2007. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Heavy Metal Removal. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Vol 6 No. 2, hal 55-62. Universitas Syiah Kuala: Banda Aceh.
- Nata, A. 2002. *Tafsir Ayat-ayat Pendidikan*, Terjemah Tafsir al-Ayah al-Tarbawiy. Jakarta: Raja Grafindo Persada.
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar, N. T. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, Vol. 27 (6): 555–564.
- Oye, G., Sjoblon J. dan Stoker M. 2011. *Synthesis and Characterization of Siliceous and Aluminum-Containing Mesoporous Materials from Different Surfactant Solution, Micropor. Mesopor. Mater.* Volume 27: 171-180.
- Prasad, C.S., Maiti K,N., Venugopal R. 2001. Effect of rice husk ash in whiteware compositions. *Ceramic International*. Vol. 27, hal. 629-635.
- Prasomsri, T., Jiao, W., Weng, S.Z., dan Martinez, J.G. 2015. Mesostructured zeolites: Bridging The Gap Between Zeolites and MCM-41. *The journal of The Royal Society of Chemistry*. Vol 51. Hal 8900-8901.
- Pratomo, I., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*. Universitas Brawijaya Malang. 2(1) : 358-364.

Rahman, M.M., Hasnida, N. dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research*. 1(2), 285-291.

Rakoczy, R.A. and Traa, Y. 2003. Nanocrystalline Zeolite A: Synthesis, Ion Exchange and Dealumination. *Microporous and Mesoporous Materials*. Elsevier. Germany. Vol 60, hal 69-78.

Rasouli, M., Yaghobi, N., Chitsazan, S., dan Sayyar, M.H., 2011. Effect of Nanocrystalline Zeolite Na-Y on Meta-xylene Separation. *Microporous and Mesoporous Materials*. Elsevier. Iran.

Rosman, N., dkk. 2014. Phase Transformation of Rice Husk Ash in the Synthesis of NaY Zeolite: Effect of Ageing in Short Crystalline Duration. *Australian Journal of Basic and Applied Science*. 8(15) hal. 152-159

Sadeghi, M., Sharifi, S.I., dan Hatami, H. 2014. Synthesis of Nanocrystalline Zeolite NaY by Hydrothermal Method and Investigation of its Structure and Morphology. *International Journal of Nano Dimension*. 5(1) hal. 91-95. Iran.

Salama, T.M., Ali, I.O., Gumaa, H., Lateef, M., dan Bakr, M.F. 2016. Novel Synthesis of NaY Zeolite from Rice Husk Silica: Modifier with ZnO and ZnS for Antibacterial Application. *Chemical Science Journal*. Vol 7. Egypt.

Sang, S., Liu, Z., Tian, P., Liu, Z., dan Zhang, Y. 2006. Synthesis of Small Crystals Zeolite NaY. *Material Letters* 60. 1131-1133. China.

Saputra, R. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintesis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*.

Schubert, U., dan Housing, E. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republic of German: Wiley-VCH.

Sharma, P., dkk. 2014. Influence of Silica Precursors on Octahedron Shaped Nano NaY Zeolite Crystal Synthesis. *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 000 (2015) 1-7.

Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.

- Shukla, S.P. 2011. Investigation In to Tribo Potential of Rice Husk (RH) Char Reinforced Epoxy Composite. *Thesis*. Rourkela: National Institute of Technology Rourkela.
- Sinko, K. 2010. Influence of Chemical Conditions on the Nanoporous Structure of Silicate Aerogels. *Material*, 3: 704-740.
- Smallman, R.E. 1991. *Metalurgi Fisik Modern Edisi Keempat*. Jakarta: Gramedia.
- Smart, L, and Moore, E. 1993. *Solid State Chemistry*. First edition. Chapman and Hall University and Professional Division. London.
- Stern, S.T., dan McNeil, S.E. 2008. *Nanotechnology Safety Concerns Revisited*. *Toxicological Science*. 101 (1) : 4 - 21.
- Sutarno, Arryanto, Y., dan Wigati, S. (2003). The Influence of Si / Al Mole Ratio of Precursor Solution on the Structural Properties of MCM-41 From Fly Ash, 3(2), 126–134.
- Tan, K.H. 1991. *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Gadjah Mada University Press: Yogyakarta.
- Taufiqurrahmi, N., Mohamed, A.R., Bhatia, S. 2011. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Characterization. *Material Science and Engineering*. Malaysia: Univesity Sains Malaysia.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. ELSEIVER. Amsterdam.
- Trewin. 1998. *Use the Scanning Electron Microscope in Sedimentology*. Blackwel Science Publications. Oxford 229-273.
- Tovina, Hany. 2009. Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang Ditumbuhkan Pada Permukaan Glassy Carbon. *Skripsi*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA UI.
- Vempati, R. K., Borade R., Hegde R. S., Komarneni S., (2006), Template free ZSM-5 from siliceous rice hull ash with varying C content. *Microporous and Mesoporous Materials*, hal. 134-140.
- Vogel. 1990. Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima Bagian Satu. *Buku Text*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

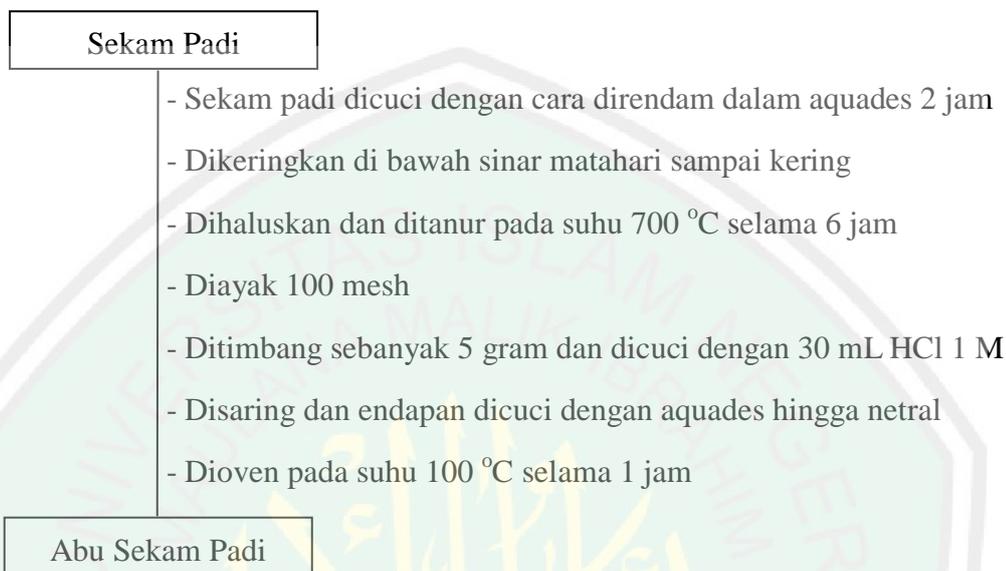
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-CTAB) pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir S1 Tidak Diterbitkan*. Kimia UNDIP.
- Weitkamp, J., Puppe, L., 1999. *Catalysis and Zeolites Fundamentals and Application*, Germany.
- Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis Of Zeolite A From Baggase And Its Antimicrobial Activity On *Candida albicans*. *Jurnal Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Vol. 15 No. 2. Juli 2012.
- Widiastuti, N., Hidayah, M.Z.N., Prasetyoko, D., dan Fansuri, H. 2014. Synthesis of Zeolite X-carbon from Coal Bottom Ash for Hydrogen Storage Material. *Advanced Materials Letters*. Vol 5, hal 453-458.
- Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28, h. 6-19.
- Wittayakun, J., Khemtong, P., dan Prayoonpokarach, S. 2008. Synthesis and Characterization of Zeolite NaY from Rice Husk Silica. *Korean J.Chem.Eng.* Vol 25 No.4 hal. 861-864.
- Yin, H., dkk. 2011. Synthesis of High-Quality Nanocrystalline Zeolite Y Using Pseudoboehmite as Aluminum Source. *Journal Porous Mater* 19: 277-281. China.
- Yoshida, A. Dan Inoue, K. 1986. *Zeolite*. Academic press : London.
- Yulizar, Y. 2004. *Hand Out Kuliah Kimia Nanopartikel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Zaemi, H., Tjahjanto, R.T., dan Darjito. 2013. Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo dengan Penambahan Trimetilklorosilan (TMCS). *Kimia Student Journal*. Vol. 1, No. 2, h. 208-214.

- Zahro, A. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu Variasi Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode Sol-Gel Hidrotermal. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Malang.
- Zhao, Xiu S., Lu. G. Q., and Millar G.J., 1996. Advances in Mesoporous Molecular Sieve MCM-41". *Ind Eng Chem Res*. The University of Queensland, Australia.
- Zhely N.H.M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

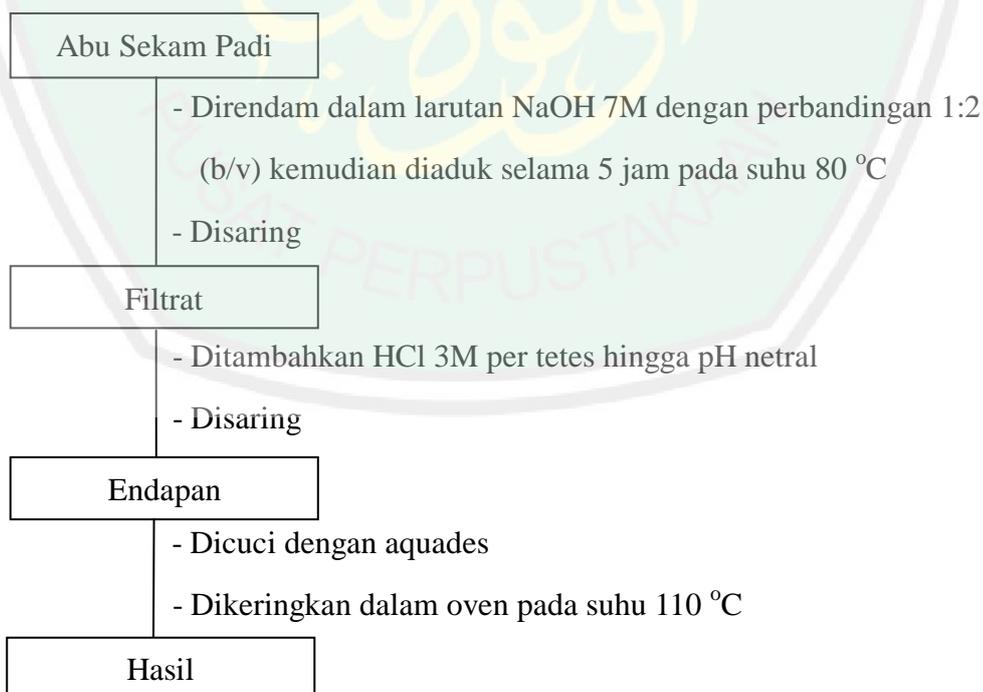


Lampiran 1. Skema Kerja

1. Preparasi Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika (Pratomo, dkk., 2013)



2. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi (Adziima, dkk., 2013)



3. Sintesis Nanozeolit Y (Rasouli, dkk., 2011)

Al₂O₃, SiO₂, TMAOH, NaOH, dan H₂O

- Dimasukkan 2,602 g Al₂O₃, 3,534 g SiO₂, 0,036 g NaOH, dan 25,86 mL TMAOH dalam 78,25 ml H₂O
- Diaduk dengan stirrer dan dieramkan selama 72 jam
- Dipindahkan dalam botol hidrotermal
- Dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 48 jam
- Disaring endapan yang diperoleh
- Dicuci dengan aquades

Endapan

- Dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam
- Dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam

Nanozeolit Y

NB : Pada rasio molar Si/Al 2,5, dan 3, jumlah Al₂O₃ yang diambil yaitu 2,08 gram dan 1,73 gram

4. Karakterisasi Menggunakan XRF

Abu Sekam Padi

- Dihaluskan
- Ditempatkan pada preparat
- Dipress dengan alat pengepress
- Ditempatkan pada sampel holder
- Disinari dengan X-Ray

Hasil

5. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Nanozeolit Y

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus
- Ditempatkan pada preparat
- Dipress dengan alat pengepress
- Ditempatkan pada sampel holder
- Disinari dengan sinar-X dengan radiasi radiasi Cu-K α pada λ sebesar 1.541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2θ sebesar 5 - 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik

Difraktogram

6. Karakterisasi Menggunakan SEM

Nanozeolit Y

- Dihaluskan
- Divakum
- Di press dengan alat pengepress
- Ditempatkan pada sampel holder
- Dianalisis menggunakan instrument SEM

Foto Permukaan

Lampiran 2. Perhitungan Komposisi Bahan

Komposisi Molar :



1. Menghitung Massa TMAOH 25 %



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

$$\text{Mol TMAOH} = 2 \times 0,72 \text{ mol}$$

$$\text{Mol TMAOH} = 1,44 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Gram TMAOH} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 1,44 \text{ mol} \times 91,15 \text{ gram/mol} \\ &= 131,25 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\text{Gram TMAOH} = \frac{100}{25} \times 131,25 \text{ gram}$$

$$= 525 \text{ gram}$$

$$\text{Volume TMAOH} = \text{gram} / \text{densitas}$$

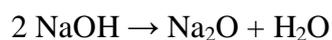
$$= 525 \text{ gram} / 1,015 \text{ gr/cm}^3$$

$$= 517,24 \text{ mL}$$

$$\text{Volume TMAOH} = 1/20 \text{ resep} \times 517,24 \text{ mL}$$

$$= 25,86 \text{ mL}$$

2. Menghitung Massa NaOH 99 %



$$\text{Mol NaOH} = 2 \times \text{mol Na}_2\text{O}$$

$$\text{Mol NaOH} = 2 \times 0,0094 \text{ mol}$$

$$\text{Mol NaOH} = 0,018 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram NaOH} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,018 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 0,72 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram NaOH} &= \frac{100}{99} \times 0,72 \text{ gram} \\ &= 0,727 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram NaOH} &= 1/20 \text{ resep} \times 0,727 \text{ gram} \\ &= 0,0363 \text{ gram}\end{aligned}$$

3. Menghitung Massa SiO₂ 94,7 %

$$\begin{aligned}\text{Mol SiO}_2 &= \text{gram} \times \text{Mr} \\ \text{Gram SiO}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 1 \text{ mol} \times 60,084 \text{ gram/mol} \\ &= 60,084 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram SiO}_2 &= \frac{100}{94,7} \times 60,084 \text{ gram} \\ &= 63,4466 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram SiO}_2 &= 1/20 \text{ resep} \times 63,4466 \text{ gram} \\ &= 3,172 \text{ gram}\end{aligned}$$

4. Menghitung Massa H₂O

$$\text{Mol H}_2\text{O} = \text{gram} \times \text{Mr}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 108,82 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol} \\ &= 1958,76 \text{ gram}\end{aligned}$$

- H₂O dalam NaOH = 1/100 x 0,727 gram = 0,00727 gram
- H₂O dalam TMAOH = 75/100 x 525 gram = 393,75 gram

$$\text{Jumlah} = 393,757 \text{ gram}$$

$$\text{Gram H}_2\text{O} = 1958,76 \text{ gram} - 393,757 \text{ gram}$$

$$= 1565 \text{ gram}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = \text{gram} / \text{densitas}$$

$$= 1565 \text{ gram} / 1 \text{ gr/cm}^3$$

$$= 1565 \text{ mL}$$

$$\text{Volume H}_2\text{O} = 1/20 \text{ resep} \times 1565 \text{ mL}$$

$$= 78,25 \text{ mL}$$

Komposisi Molar Sintesis Nanozeolit Y

Rasio	Komposisi Molar Sintesis Nanozeolit Y	Simbol
2	0,72 (TMA) ₂ O : 0,0094 Na ₂ O : 0,5 Al ₂ O ₃ : 1 SiO ₂ : 108,82 H ₂ O	Y-1
2,5	0,72 (TMA) ₂ O : 0,0094 Na ₂ O : 0,4 Al ₂ O ₃ : 1 SiO ₂ : 108,82 H ₂ O	Y-2
3	0,72 (TMA) ₂ O : 0,0094 Na ₂ O : 0,3 Al ₂ O ₃ : 1 SiO ₂ : 108,82 H ₂ O	Y-3

5. Menghitung Massa Al₂O₃

$$\text{Konsentrasi Al}_2\text{O}_3 = 99 \%$$

- Rasio 2

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = 0,5 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol}$$

$$= 51 \text{ gram}$$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = \frac{99}{100} \times 51 \text{ gram}$$

$$= 52,04 \text{ gram}$$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = 1/20 \text{ resep} \times 52,04 \text{ gram} = 2,602 \text{ gram}$$

- Rasio 2,5

$$\begin{aligned}\text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= 0,4 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\ &= 40,8 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= \frac{99}{100} \times 40,8 \text{ gram} \\ &= 41,63 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = 1/20 \text{ resep} \times 41,63 = 2,08 \text{ gram}$$

- Rasio 3

$$\begin{aligned}\text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= 0,3 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\ &= 34 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= \frac{99}{100} \times 34 \text{ gram} \\ &= 34,69 \text{ gram}\end{aligned}$$

$$\text{Gram Al}_2\text{O}_3 = 1/20 \text{ resep} \times 34,69 \text{ gram} = 1,73 \text{ gram}$$

Komposisi bahan untuk sintesis Nanozeolit Y

Rasio	TMAOH	NaOH	Al ₂ O ₃	SiO ₂	H ₂ O
2	25,86 mL	0,0363 g	2,602 g	3,172 g	78,25 mL
2,5	25,86 mL	0,0363 g	2,08 g	3,172 g	78,25 mL
3	25,86 mL	0,0363 g	1,73 g	3,172 g	78,25 mL

Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

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

$$M \text{ HCl} = \frac{BJ \times 10 \times \%}{Mr}$$

$$= \frac{1,19 \text{ g/ml} \times 10 \times 37}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$M \text{ HCl} = 12,063 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,063 \times V_1 = 1 \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 8,28 \text{ mL}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1 M sebanyak 100 mL, maka diperlukan HCl 37 % sebanyak 8,28 mL.

2. Pembuatan Larutan HCl 3 M

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

$$M \text{ HCl} = \frac{BJ \times 10 \times \%}{Mr}$$

$$= \frac{1,19 \text{ g/ml} \times 10 \times 37}{36,5 \text{ g/mol}}$$

$$M \text{ HCl} = 12,063 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12,063 \times V_1 = 3 \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 24,86 \text{ mL}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 3 M sebanyak 100 mL, maka diperlukan HCl 37 % sebanyak 24,86 mL.

3. Pembuatan Larutan NaOH 7 M

Larutan NaOH 7M (BM = 40 g/mol) dibuat dengan cara melarutkan padatan NaOH dalam 500 mL aquades. Perhitungannya digunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Mol NaOH} = M \times V$$

$$\frac{\text{Massa NaOH}}{\text{BM}} = M \times V$$

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= M \times V \times \text{BM} \\ &= 7 \text{ mol/L} \times 0,5 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 140 \text{ gr} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan NaOH 7 M sebanyak 500 mL, maka diperlukan padatan NaOH sebanyak 140 gram.

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

1. Hasil Karakterisasi XRF



**LABORATORIUM SENTRAL MINERAL DAN MATERIAL MAJU
FMIPA UNIVERSITAS NEGERI MALANG (UM)**

Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 200) / 574895 / 085106001088
Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 07 September 2015
Sampel diuji tanggal : 07 September 2015
Nama Sampel :
5. Abu sekam padi

Compound	Conc (%)	Methods
Si	79.2 +/- 0.1	XRF
K	12.9 +/- 0.08	
Ca	3.87 +/- 0.02	
Cr	0.912 +/- 0.0007	
Mn	0.803 +/- 0.014	
Fe	1.39 +/- 0.008	
Ni	0.29 +/- 0.007	
Cu	0.17 +/- 0.006	
Zn	0.07 +/- 0.003	
Yb	0.05 +/- 0.02	
Eu	0.08 +/- 0.006	
Re	0.2 +/- 0.02	



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

HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 10 Maret 2016
 Sampel diuji tanggal : 11 Maret 2016
 Nama Sampel : ABU SEKAM PADI SETELAH CUCI HCI 1M

Compound	Conc (%)	Methods
Si	89.0 +/- 0.2	XRF
K	5.21 +/- 0.26	
Ca	2.48 +/- 0.02	
Ti	0.091 +/- 0.006	
Cr	0.20 +/- 0.007	
Mn	0.38 +/- 0.009	
Fe	1.92 +/- 0.002	
Ni	0.23 +/- 0.004	
Cu	0.14 +/- 0.006	
Zn	0.01 +/- 0.004	
Eu	0.07 +/- 0.06	
Yb	0.0 +/- 0.01	
Re	0.2 +/- 0.03	



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

HASIL ANALISIS

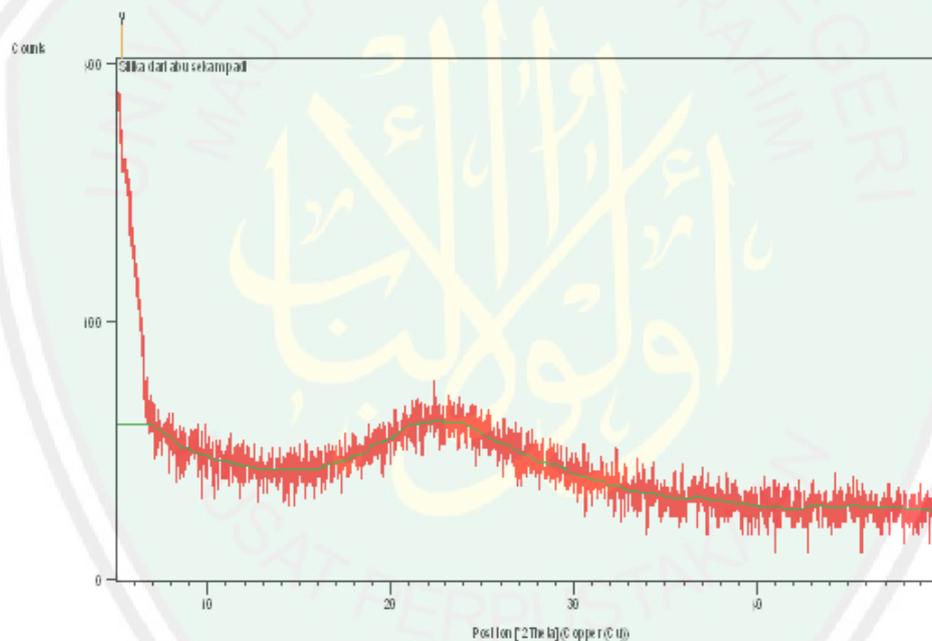
Sampel diterima tanggal : 22 April 2016
 Sampel diuji tanggal : 22 April 2016
 Nama Sampel : SILIKA SEKAM PADI

Compound	Conc (%)	Methods
Si	94.7 +/- 0.1	XRF
K	1.0 +/- 0.02	
Ca	1.8 +/- 0.02	
Sc	0.02 +/- 0.02	
Cr	0.099 +/- 0.008	
Mn	0.46 +/- 0.01	
Fe	0.97 +/- 0.02	
Ni	0.26 +/- 0.009	
Cu	0.19 +/- 0.006	
Zn	0.05 +/- 0.004	
Eu	0.1 +/- 0.03	
Re	0.4 +/- 0.02	

2. Hasil Karakterisasi XRD Silika dari Abu Sekam Padi

Measurement Temperature [°C] : 25.00
 Diffractometer Number : 0
 Anode Material : Cu
 K-Alpha1 [Å] : 1.54060
 K-Alpha2 [Å] : 1.54443
 K-Beta [Å] : 1.39225
 Start Position [°2Th.] : 5.0100
 End Position [°2Th.] : 49.9900
 Generator Settings : 30 mA, 40 kV
 Scan Step Time [s] : 0.7000
 Scan Type : Continuous

Graphics



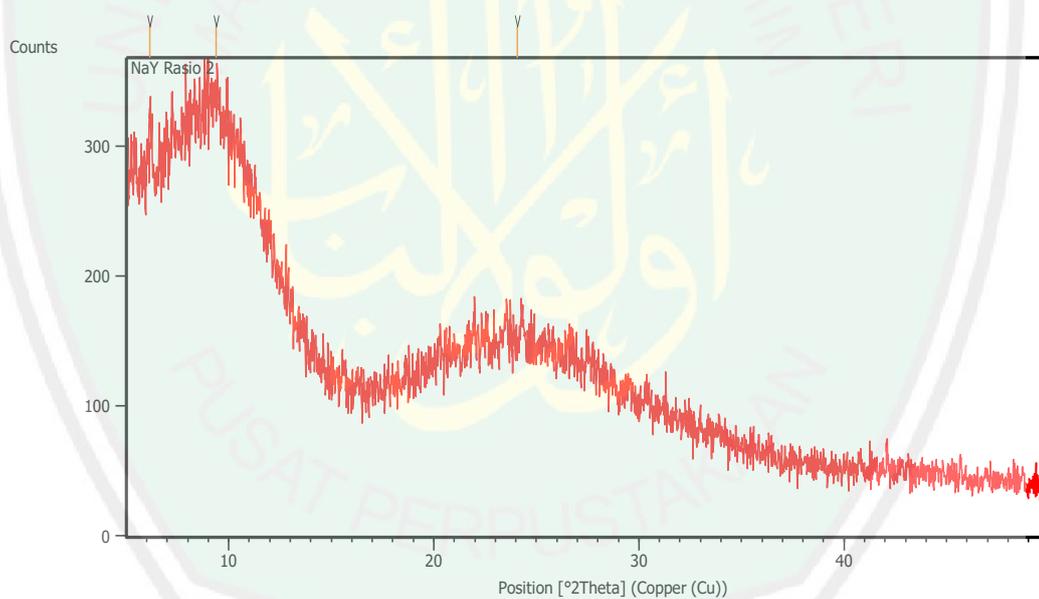
Peak List

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
5.3300	246.10	0.7680	16.56691	100.00

3. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Y Rasio SiO₂/Al₂O₃ 2

Measurement Temperature [°C] : -273.15
 Diffractometer Number : 1
 Anode Material : Cu
 K-Alpha1 [Å] : 1.54060
 K-Alpha2 [Å] : 1.54443
 K-Beta [Å] : 1.39225
 Start Position [°2Th.] : 5.0084
 End Position [°2Th.] : 49.9904
 Generator Settings : 30 mA, 40 kV
 Scan Type : Continuous
 Scan Step Time [s] : 10.1500

Graphics



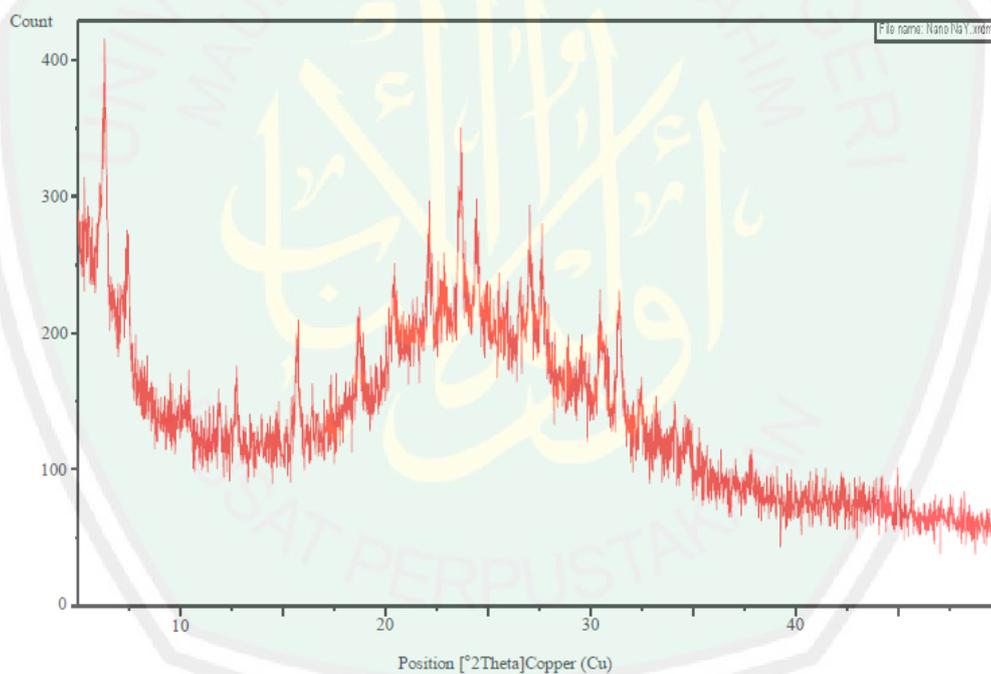
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1675	35.55	0.2448	14.31888	100.00
9.3977	13.72	0.0900	9.40321	38.60
24.0784	4.15	0.0900	3.69305	11.68

4. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Y Rasio SiO₂/Al₂O₃ 2,5

Measurement Temperature [°C] : -273.15
 Diffractometer Number : 1
 Material : Cu
 K-Alpha1 [Å] : 1.54060
 K-Alpha2 [Å] : 1.54443
 K-Beta [Å] : 1.39225
 Start Position [°2Th.] : 5.0084
 End Position [°2Th.] : 49.9904
 Generator Settings : 30 mA, 40 kV
 Scan Type : Continuous
 Scan Step Time [s] : 10.1500

Graphics



Peak List:

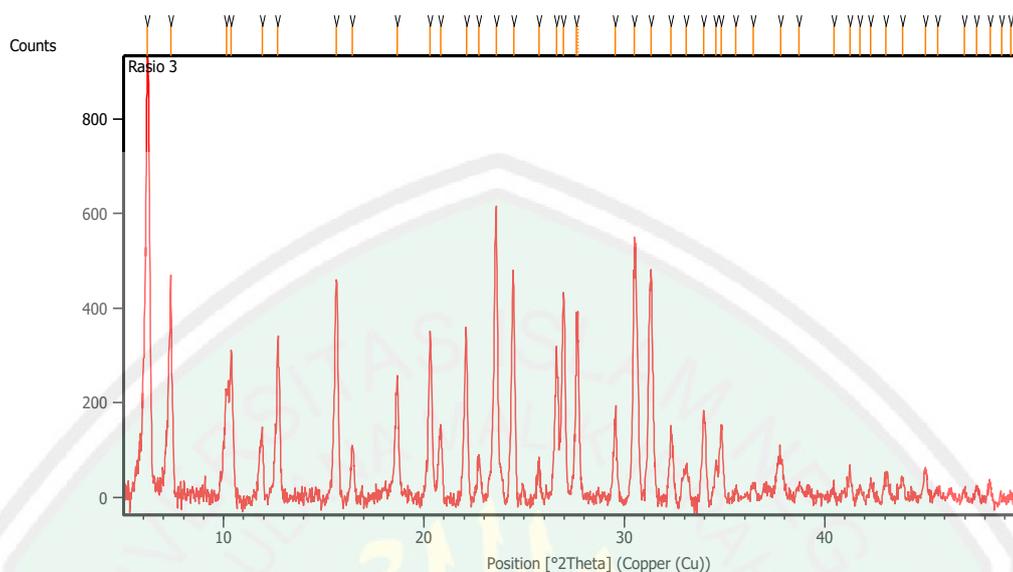
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.2911	158.61	0.0836	14.04954	75.26
7.4374	85.89	0.1338	11.88651	40.76
10.2368	16.84	0.4015	8.64143	7.99

12.7053	33.82	0.2007	6.96747	16.05
15.6701	62.58	0.1338	5.65529	29.69
18.6871	73.54	0.2676	4.74851	34.90
20.3901	111.29	0.2676	4.35557	52.81
22.0980	143.35	0.2007	4.02266	68.02
22.8318	112.42	0.4015	3.89501	53.34
23.6839	210.74	0.1004	3.75678	100.00
24.4311	153.10	0.2007	3.64354	72.65
26.9981	151.02	0.2007	3.30265	71.66
27.5869	142.93	0.1338	3.23349	67.82
29.5885	72.46	0.4015	3.01915	34.39
30.4683	101.19	0.4015	2.93395	48.02
31.3507	118.53	0.2007	2.85335	56.24
32.4329	54.40	0.2007	2.76057	25.82
34.7074	36.50	0.3346	2.58470	17.32

5. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Y Rasio SiO₂/Al₂O₃ 3

Measurement Temperature [°C]	:	-273.15
Diffractometer Number	:	1
Material	:	Cu
K-Alpha1 [Å]	:	1.54060
K-Alpha2 [Å]	:	1.54443
K-Beta [Å]	:	1.39225
Start Position [°2Th.]	:	5.0084
End Position [°2Th.]	:	49.9904
Generator Settings	:	30 mA, 40 kV
Scan Type	:	Continuous
Scan Step Time [s]	:	10.1500

Graphics

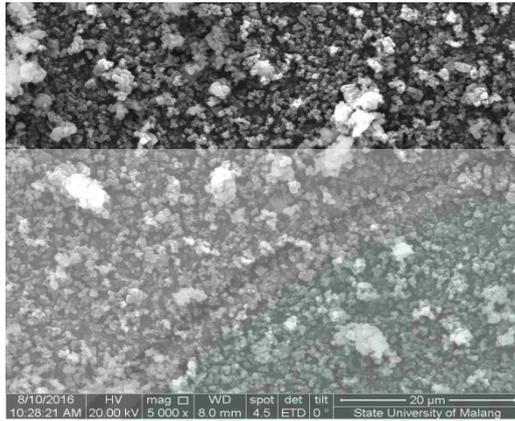


Peak List: (Bookmark 3)

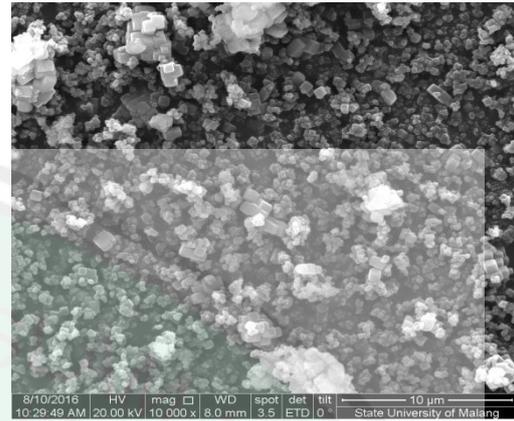
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1917	1095.40	0.1673	14.27480	100.00
7.3642	568.29	0.0669	12.00457	51.88
10.1416	310.21	0.1673	8.72235	28.32
10.3918	384.42	0.1171	8.51287	35.09
11.9359	194.31	0.2342	7.41482	17.74
12.6983	383.98	0.0836	6.97133	35.05
15.6341	520.09	0.1673	5.66823	47.48
16.4183	165.41	0.0836	5.39920	15.10
18.6772	279.50	0.1004	4.75099	25.52
20.2932	367.71	0.0669	4.37617	33.57
20.8403	193.83	0.1004	4.26250	17.70
22.1135	405.43	0.1338	4.01988	37.01
22.7319	121.32	0.1338	3.91191	11.08
23.6159	626.98	0.1004	3.76743	57.24
24.4712	503.62	0.1673	3.63767	45.98
25.7377	114.99	0.1338	3.46146	10.50
26.6172	362.27	0.0836	3.34904	33.07
26.9720	473.01	0.1338	3.30579	43.18
27.6055	312.22	0.1020	3.22868	28.50
27.6973	372.21	0.0612	3.22619	33.98

29.5410	191.85	0.1224	3.02140	17.51
30.4920	511.54	0.1020	2.92930	46.70
31.3551	504.68	0.2448	2.85060	46.07
32.3297	179.27	0.1020	2.76686	16.37
33.0985	106.49	0.2856	2.70432	9.72
33.9504	209.72	0.1224	2.63839	19.15
34.5745	108.27	0.1224	2.59218	9.88
34.8476	182.60	0.1224	2.57249	16.67
35.5643	35.79	0.2448	2.52227	3.27
36.4415	38.65	0.2448	2.46355	3.53
37.8179	88.61	0.3672	2.37699	8.09
38.7196	33.46	0.3264	2.32368	3.05
40.4700	42.61	0.2448	2.22713	3.89
41.2766	81.02	0.1632	2.18545	7.40
41.7544	40.51	0.2448	2.16154	3.70
42.3144	55.61	0.1632	2.13422	5.08
43.0542	52.70	0.3264	2.09925	4.81
43.9038	45.00	0.2448	2.06057	4.11
45.0373	62.52	0.2040	2.01131	5.71
45.6480	19.50	0.2448	1.98581	1.78
46.9840	18.68	0.2448	1.93241	1.71
47.5846	34.11	0.2040	1.90941	3.11
48.2566	43.10	0.2448	1.88438	3.93
48.8448	16.53	0.2448	1.86305	1.51
49.3035	19.99	0.2448	1.84679	1.83

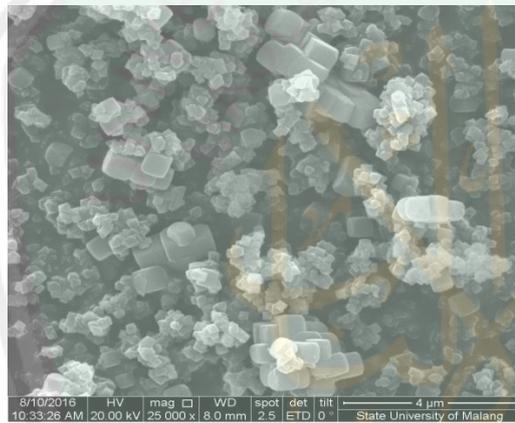
6. Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit Y Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5



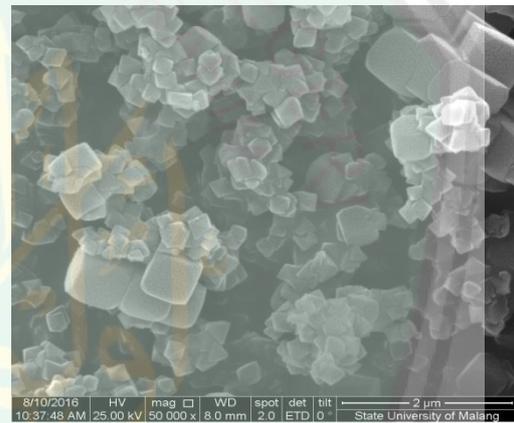
Perbesaran 5000 x



Perbesaran 10000 x

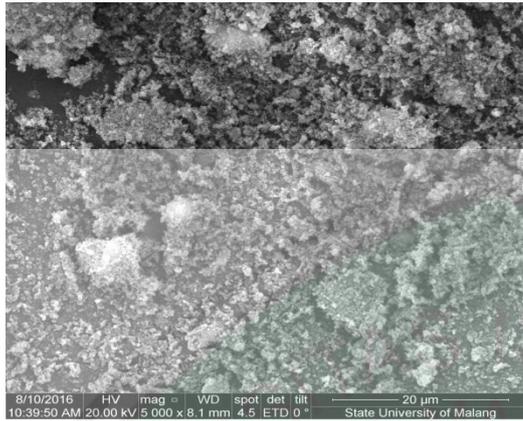


Perbesaran 25000 x

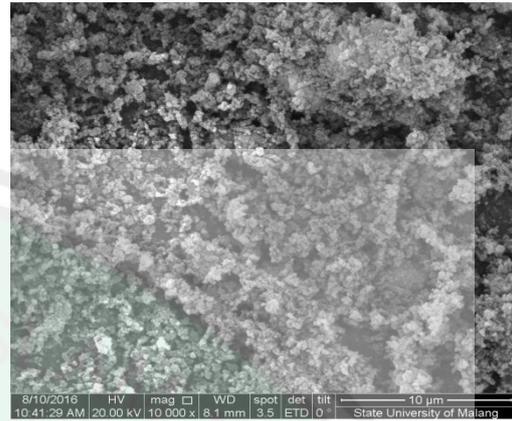


Perbesaran 50000 x

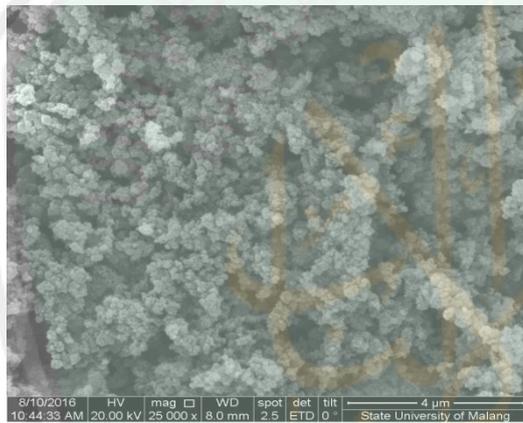
7. Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit Y Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3



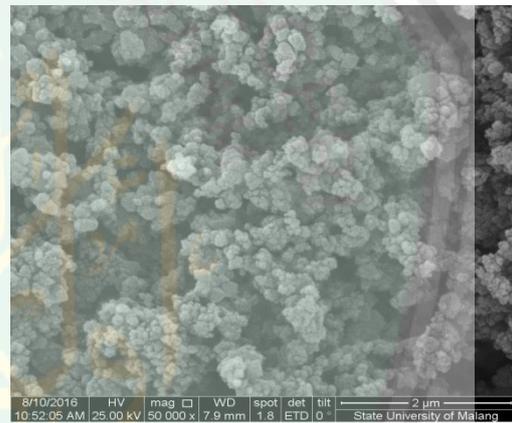
Perbesaran 5000 x



Perbesaran 10000 x



Perbesaran 25000 x



Perbesaran 50000 x

Lampiran 5. Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data

Nama Sampel	Zeolit Y Sampel	Zeolit Y Standar	Zeolit A Sampel	Zeolit A Standar
Zeolit Y Rasio 2	6,1675 24,0784	6,31 24,06	9,3977	10,17
Zeolit Y Rasio 2,5	6,2911 10,2368 15,6701 18,6871 20,3901 22,0980 22,8313 23,6839 24,4311 26,9981 27,5869 30,4683 31,3507 32,4329 34,7074	6,31 10,31 15,92 19,01 20,71 21,98 23,19 23,19 24,06 26,24 27,52 30,16 31,29 31,95 34,69	7,4374 12,7053 29,5885	7,18 12,46 29,03
Zeolit Y Rasio 3	6,1917 10,3918 15,6341 18,6772 20,8403 22,1135 23,6159 24,4712 25,7377 26,6172 27,6055 30,4920 31,3551 33,0985 34,5745 37,8179 41,2766 42,3144 43,9038 45,0373 46,9840 48,2566	6,31 10,31 15,92 19,01 20,71 21,98 23,19 24,06 25,44 26,24 27,52 30,16 31,29 31,95 34,69 37,82 41,28 42,14 44,01 44,84 46,61 48,03	7,3642 12,6983 16,4183 20,2932 22,7319 29,5410 32,3297 35,5643 41,7554 43,0542 45,6480 47,5846 49,3035	7,18 12,46 16,11 20,41 22,85 29,03 32,54 35,75 41,51 43,51 45,40 47,30 49,11

2. Hasil Analisis Menggunakan Program Rietica

1. Nanozeolit Y Rasio 2

```

+-----+
|      Phase: 1      |
+-----+
CELL PARAMETERS      = 24.476995  0.000675  0.004844
                      24.476995  0.000675  0.004844
                      24.476995  0.000675  0.004844
                      90.000008  0.000000  0.000000
                      90.000008  0.000000  0.000000
                      90.000008  0.000000  0.000000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1   | 15.31 | 10.23 | 12.84 | 0.637 | 1.058 | 1185 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.1930E+05 | 0.1260E+06 | 0.1265E+06 | 0.7193E+05 | 0.6353E+00 | 0.1988E+18 |

```

2. Nanozeolit Y Rasio 2,5

```

+-----+
|      Phase: 1      |
+-----+
CELL PARAMETERS      = 24.255920  0.004915  0.014269
                      24.255920  0.004915  0.014269
                      24.255920  0.004915  0.014269
                      90.000008  0.000000  0.000000
                      90.000008  0.000000  0.000000
                      90.000008  0.000000  0.000000
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght | Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1   | 20.78 | 19.31 | 15.00 | 0.296 | 0.438 | 1185 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |
+-----+
| 0.3241E+05 | 0.1560E+06 | 0.1567E+06 | 0.5264E+05 | 0.1656E+01 | 0.4834E+19 |

```

3. Nanozeolit Y Rasio 3

Phase: 1							
CELL PARAMETERS = 24.324923 0.000002 0.001508							
			24.324923	0.000002	0.001508		
			24.324923	0.000002	0.001508		0.001508
			90.000008	0.000000	0.000000		
			90.000008	0.000000	0.000000		
			90.000008	0.000000	0.000000		
Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P	
1	36.03	43.63	12.26	0.304	0.315	1185	
SUMYDI SUMYOBS SUMYCALC SUMWYOBSSQ GOF CONDITION							
0.5245E+05 0.1456E+06 0.1448E+06 0.7887E+05 0.1267E+02 0.1077E+21							

3. Analisis Ukuran Kristal Nanozeolit Y

1. Ukuran Kristal Nanozeolit Y Sintesis

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

1. Nanozeolit Y Rasio Molar SiO₂/Al₂O₃ 2

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

$$2\theta = 6,1675$$

$$\theta = 3,08375$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9985$$

$$B = \frac{0,2448}{180} \times 3,14 = 0,00427$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00427 \times 0,9985} = 32,50 \text{ nm}$$

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

$$2\theta = 24,0784$$

$$\theta = 12,0398$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9780$$

$$B = \frac{0,0900}{180} \times 3,14 = 0,00157$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00157 \times 0,9780} = 90,30 \text{ nm}$$

2. Zeolit Y Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5

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

$$2\theta = 6,2911$$

$$\theta = 3,1455$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9984$$

$$B = \frac{0,0836}{180} \times 3,14 = 0,001458$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,001458 \times 0,9984} = 95,26 \text{ nm}$$

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

$$2\theta = 15,6701$$

$$\theta = 7,835$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9906$$

$$B = \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002334 \times 0,9906} = 59,94 \text{ nm}$$

3. Zeolit Y Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3

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

$$2\theta = 6,1917$$

$$\theta = 3,09585$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9985$$

$$B = \frac{0,1673}{180} \times 3,14 = 0,002918$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002918 \times 0,9985} = 47,57 \text{ nm}$$

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

$$2\theta = 15,6341$$

$$\theta = 7,81705$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9908$$

$$B = \frac{0,1574}{180} \times 3,14 = 0,0027457$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0027457 \times 0,9908} = 47,95 \text{ nm}$$

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

$$2\theta = 24,4311$$

$$\theta = 12,2155$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9773$$

$$B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,003501$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,003501 \times 0,9773} = 40,51 \text{ nm}$$

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

$$2\theta = 24,4721$$

$$\theta = 12,236$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9772$$

$$B = \frac{0,1673}{180} \times 3,14 = 0,002918$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002918 \times 0,9772} = 48,60 \text{ nm}$$

4. Prosentase Zeolit NaY Sintesis

1. Zeolit Y Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5

$$\begin{aligned}\text{Kadar Zeolit NaY (\% Berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit NaY}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\ &= \frac{781,54}{872,74} \times 100 \% \\ &= 89,55 \%\end{aligned}$$

2. Zeolit Y Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3

$$\begin{aligned}\text{Kadar Zeolit NaY (\% Berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit NaY}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\ &= \frac{613,25}{816,8} \times 100 \% \\ &= 75,08 \%\end{aligned}$$

Lampiran 6. Dokumentasi**1. Sekam padi****2. Abu sekam padi****3. Proses ekstraksi silika****4. Proses ekstraksi silika****5. Proses ekstraksi silika****6. Silika hasil ekstraksi**



7. Proses awal sintesis nanozeolit



8. Proses awal sintesis nanozeolit



9. Proses pencampuran bahan



10. Setelah pengadukan 30 menit



11. Hasil nanozeolit Y rasio 2; 2,5; dan 3

Lampiran 7. Data JCPDS

1. Zeolit Y

FAU

Na-Y, Siliceous

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Si}_{192}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Si}_{188.16}\text{O}_{384}]$ CRYSTAL DATA: $Fd\bar{3}m$ (No. 227) origin at centre ($\bar{3}m$) $a = 24.2576 \text{ \AA}$ $b = 24.2576 \text{ \AA}$ $c = 24.2576 \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$ Neutron Rietveld refinement, $R_{\text{exp}} = 0.022$, $R_{\text{wp}} = 0.031$ REFERENCE: J. J. Hriljac, M. M. Eddy, A. K. Cheetham, J. A. Donohue and G. J. Ray, *J. Solid State Chem.* **106** 66-72 (1993).

<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}
1	1	1	6.31	14.005	8	100.0	7	3	1	28.26	3.158	48	0.2	8	6	4	40.03	2.252	48	0.2
2	2	0	10.31	8.576	12	18.6	7	3	3	30.16	2.964	24	1.5	11	1	1	41.28	2.187	24	0.4
3	1	1	12.10	7.314	24	12.5	8	2	2	31.29	2.859	24	0.7	7	7	5	41.28	2.187	24	0.2
4	0	0	14.61	6.064	6	0.3	6	6	0	31.29	2.859	12	1.9	8	8	0	42.14	2.144	12	0.6
3	3	1	15.92	5.565	24	16.0	7	5	1	31.95	2.801	48	0.5	9	7	1	42.66	2.119	48	0.1
4	2	2	17.91	4.952	24	0.1	5	5	5	31.95	2.801	8	4.4	10	6	0	43.51	2.080	24	0.1
5	1	1	19.01	4.668	24	4.3	8	4	0	33.03	2.712	24	1.2	9	7	3	44.01	2.058	48	0.1
3	3	3	19.01	4.668	8	0.2	7	5	3	33.66	2.663	48	0.5	11	3	3	44.01	2.058	24	0.5
4	4	0	20.71	4.288	12	6.4	8	4	2	33.87	2.647	48	0.1	10	6	2	44.18	2.050	48	0.2
5	3	1	21.67	4.100	48	0.3	6	6	4	34.69	2.586	24	2.4	12	0	0	44.84	2.021	6	0.3
4	4	2	21.98	4.043	24	0.1	9	3	1	35.29	2.543	48	1.0	8	8	4	44.84	2.021	24	0.7
6	2	0	23.19	3.835	24	1.3	8	4	4	36.28	2.476	24	0.3	9	7	5	46.61	1.948	48	0.1
5	3	3	24.06	3.699	24	7.6	7	5	5	36.87	2.438	24	0.2	12	4	2	48.03	1.894	48	0.1
4	4	4	25.44	3.501	8	0.3	8	6	2	37.82	2.379	48	0.2	8	8	6	48.03	1.894	24	0.2
5	5	1	26.24	3.397	24	1.2	9	5	1	38.38	2.345	48	0.1	10	8	2	48.65	1.872	48	1.1
6	4	2	27.52	3.242	48	4.6	6	6	6	38.57	2.334	8	1.1							

2. Zeolit A

LTA

Linde Type A, Hydrated

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

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