

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X
DARI ABU SEKAM PADI
MENGUNAKAN VARIASI SUHU HODROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
ARYANI IMELDA RIZQI
NIM. 12630082



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X
DARI ABU SEKAM PADI
MENGUNAKAN VARIASI SUHU HODROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
ARYANI IMELDA RIZQI
NIM. 12630082

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 X
DARI ABU SEKAM PADI
MENGUNAKAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh:
ARYANI IMELDA RIZQI
NIM. 12630082

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 28 Oktober 2016

Pembimbing I

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

Pembimbing II

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



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X
DARI ABU SEKAM PADI
MENGUNAKAN VARIASI SUHU HIDROTHERMAL

SKRIPSI

Oleh:
ARYANI IMELDA RIZQI
NIM. 12630082

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 28 Oktober 2016

Penguji Utama : Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002
Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIPT. 20130902 2 317
Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007
Anggota Penguji : Ahmad Abtokhi, M.Pd
NIP. 19761003 200312 1 004





Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

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

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Aryani Imelda Rizqi
NIM : 12630082
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit X dari Abu Sekam Padi Menggunakan Variasi Suhu Hidrotermal”

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

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

Malang, 28 Oktober 2016

Yang Membuat Pernyataan,



Aryani Imelda Rizqi
NIM. 12630082

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit X dari Abu Sekam Padi Menggunakan Variasi Suhu Hidrotermal”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan personal dalam membangun “role model” budaya pemikiran dan peradaban akademik. Untuk itu, iringan doa dan ucapan teimakasih yang sebesar-besanya penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof. DR. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Suci Amalia, M.Sc, Bapak Ahmad Abthoki, M.Pd dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan skripsi, yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.

5. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.
6. Ayah, Ibu, dan Kakak tercinta yang senantiasa memberikan doa kepada penulis dalam menuntut ilmu dan membangun nilai kejujuran.
7. Kepada teman-temanku angkatan 2012, khususnya temanku tersayang Auriza Umamai Ulfatafia yang selalu memberikan semangat untuk menyelesaikan skripsi.
8. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materil.

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

Malang, 28 Oktober 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
SURAT PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR PERSAMAAN	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
المخلص	xv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan Penelitian	8
1.4 Batasan Masalah	9
1.5 Manfaat Penelitian	9
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Abu Sekam Padi	10
2.2 Zeolit X	12
2.3 Sintesis Nanozeolit X	15
2.3.1 Nanozeolit	15
2.4 Metode Sol-Gel	17
2.4.1 Hidrolisis	17
2.4.2 Kondensasi	17
2.4.3 Pemeraman (<i>Aging</i>)	18
2.4.4 Pengeringan	18
2.5 Metode Hidrotermal	19
2.6 Karakterisasi Sintesis Nanozeolit X	24
2.6.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	24
2.6.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	26
2.6.3 <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR)	30
2.6.4 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	34
2.7 Pemanfaatan Sumber Daya Alam dalam Prespektif Islam	36
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	41
3.2 Alat dan Bahan	41

3.2.1	Alat.....	41
3.2.2	Bahan	41
3.3	Rancangan Penelitian	42
3.4	Tahapan Penelitian	42
3.5	Prosedur Penelitian	43
3.5.1	Preparasi Abu Sekam Padi.....	43
3.5.2	Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi	44
3.5.3	Sintesis Nanozeolit X.....	44
3.5.4	Karakterisasi.....	45
3.5.4.1	<i>X-Ray Fluoresence (XRF)</i>	45
3.5.4.2	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	45
3.5.4.3	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	46
3.5.4.4	<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	46
3.5.5	Analisis Data	47
3.5.5.1	Analisis Kemurnian	47
3.5.5.2	Analisis Ukuran Kristal	47
BAB IV	PEMBAHASAN	
4.1	Preparasi Abu Sekam Padi	48
4.2	Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi	50
4.3	Sintesis Nanozeolit X.....	53
4.4	Karakterisasi Sintesis Zeolit X.....	56
4.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	56
4.4.2	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	61
4.4.3	<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	64
4.5	Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam.....	65
BAB V	PENUTUP	
5.1	Kesimpulan	69
5.2	Saran.....	69
	DAFTAR PUSTAKA	70
	LAMPIRAN	77

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Unit Struktur dari Zeolit A, Sodalit dan Faujasit	12
Gambar 2.2	a. Strukur Zeolit X	13
	b. Kerangka Zeolit X	13
Gambar 2.3	Proses Sol-Gel	19
Gambar 2.4	Prinsip Kerja XRF	24
Gambar 2.5	Difraksi Sinar-X	27
Gambar 2.6	Hasil Karakterisasi XRD Nanozeolit NaX Tanpa Templat Organik dari Bahan Sintetik	28
Gambar 2.7	Hasil Karakterisasi XRD Nanozeolit NaX Tanpa Templat Organik dari Bahan Alam	29
Gambar 2.8	Hasil Karakterisasi XRD Nanozeolit X dengan Templat Organik dari Bahan Sintetik	29
Gambar 2.9	Difraktogram hasil XRD	30
Gambar 2.10	Spektra FTIR Zeolit X	33
Gambar 2.11	Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit X dengan Templat Organik dari Bahan Sintetik	35
Gambar 2.12	Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit X tanpa Templat Organik dari Bahan Alam	36
Gambar 4.1	Difraktogram Silika dari Abu Sekam Padi	52
Gambar 4.2	Difraktogram Nanozeolit X Sintesis	57
Gambar 4.3	Hasil Spektra FTIR Nanozeolit X	62
Gambar 4.4	Hasil SEM Nanozeolit X	65

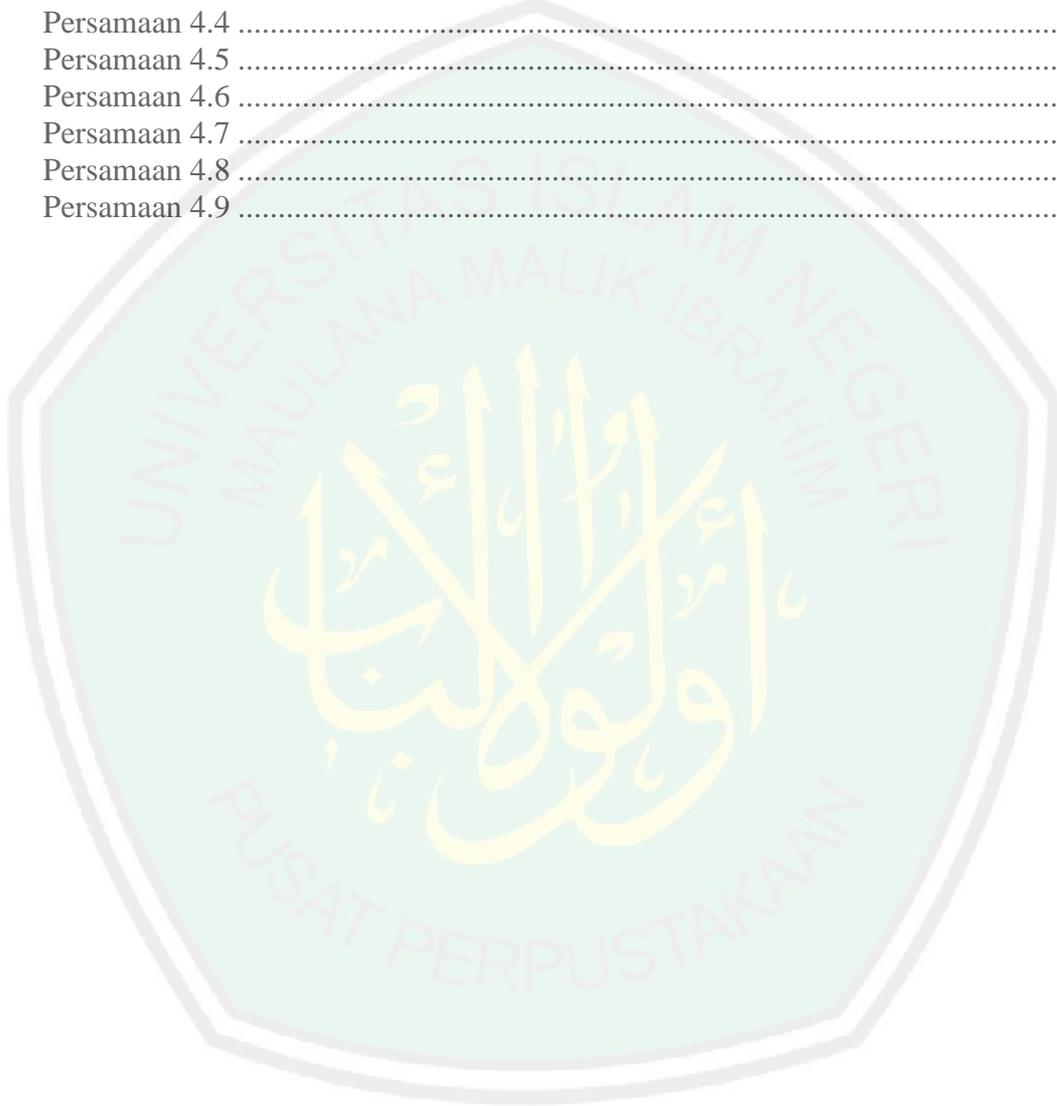
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komponen Kimia Sekam Padi	10
Tabel 2.2 Komponen Kimia Abu Sekam Padi	11
Tabel 2.3 Hasil Analisis dengan XRF	25
Tabel 2.4 Hasil Analisis dengan XRF	25
Tabel 2.5 Hasil Analisa dengan XRF	26
Tabel 2.6 Ketentuan IR untuk zeolit	34
Tabel 3.1 Komposisi Bahan Sintesis	44
Tabel 4.1 Komposisi Abu Sekam Padi Sebelum dan Setelah pencucian.....	49
Tabel 4.2 Komposisi Senyawa Abu Sekam Padi Setelah Ekstraksi	52
Tabel 4.3 Hasil Ananlisis Kuantitatif Komposisi Nanozeolit	58
Tabel 4.4 Hasil Perbandingan Data zeolit Sintesis dengan Standar	58
Tabel 4.5 Parameter Sel Satuan Nanozeolit X menggunakan Rietrica.....	60
Tabel 4.6 Ukuran Kristal.....	61
Tabel 4.7 Hasil Analisa Kualitatif Data FTIR dengan standar	63



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 3.1 Kemurnian	47
Persamaan 3.2 Debye Scherrer	47
Persamaan 4.1	50
Persamaan 4.2	51
Persamaan 4.3	51
Persamaan 4.4	54
Persamaan 4.5	54
Persamaan 4.6	54
Persamaan 4.7	54
Persamaan 4.8	55
Persamaan 4.9	56



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja	77
Lampiran 2 Perhitungan Komposisi Reaktan	82
Lampiran 3 Perhitungan Pembuatan Pelarut.....	85
Lampiran 4 Perhitungan Data dan Analisis Data.....	87
Lampiran 5 Data Hasil Penelitian	94
Lampiran 6 Data Pembanding.....	104
Lampiran 7 Dokumentasi.....	106
Lampiran 8 Persembahan.....	108
Lampiran 9 Motto	109



ABSTRAK

Rizqi, A. I. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit X dari Abu Sekam Padi Menggunakan Variasi Suhu Hidrotermal**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci : Abu sekam padi, nanozeolit X, variasi suhu hidrotermal, templat organik, metode sol-gel

Silika merupakan salah satu komponen terbesar dalam abu sekam padi. Silika dalam abu sekam padi dapat dimanfaatkan untuk bahan baku pembuatan zeolit. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan karakterisasi nanozeolit X dengan variasi suhu hidrotermal.

Tahapan yang dilakukan yaitu preparasi sampel dengan mencuci abu sekam padi menggunakan HCl 1 M. Kemudian dilakukan proses ekstraksi silika dan dilakukan sintesis nanozeolit X. Sintesis nanozeolit X menggunakan metode sol-gel dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5. Prosesnya dicampurkan seluruh bahan dengan komposisi 0,7 TMAOH : 0,003 Na_2O : x Al_2O_3 ; 2,16 SiO_2 : 125 H_2O dan dilakukan pengadukan selama 1 jam dan dieramkan 72 jam. Proses sintesis nanozeolit X dilakukan dengan penambahan templat organik (TMAOH) sebagai agen pengarah struktur. Kristalisasi dilakukan selama 48 jam dengan variasi suhu hidrotermal 70, 85 dan 100 °C. Karakterisasi meliputi penentuan kadar silika dengan XRF, kristalinitas dan kemurnian zeolit hasil sintesis dengan XRD, gugus fungsi dengan FTIR dan morfologi permukaan dengan SEM.

Hasil analisis XRF menunjukkan prosentase silika abu sekam padi sebesar 94,7 %. Hasil XRD menunjukkan bahwa suhu optimum dalam pembentukan zeolit X adalah suhu 100 °C. Ukuran kristal suhu 70, 85 dan 100 °C berturut-turut adalah 16-30 nm; 40-85 nm dan 11-51 nm. Analisis FTIR menunjukkan serapan khas zeolit tipe faujasit pada bilangan gelombang 575, 585 dan 580 cm^{-1} yang merupakan regangan simetris. Analisis SEM menunjukkan morfologi nanozeolit X suhu 100 °C memiliki ukuran kristal yang heterogen dan bentuk kristal yang tidak terlihat jelas.

ABSTRACT

Rizqi, A. I. 2016. **The Synthesis and Characterization of Nanozeolit X of Rice Husk Using Hydrothermal Temperature Variations**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M.Pd; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Sc.

Keywords : rice husk ash, nanozeolite X, variation of hydrothermal temperature, organic template, sol-gel metode

Rice husk ashes have a very high natural mineral component. Silica is one of the largest components in it. Silica in rice husk ashes can be used for the manufacture of zeolite materials. This study aimed to synthesize and characterize nanozeolite X with hydrothermal temperature variations.

The steps that had been taken were the sample preparation with rice husk ashes washing with using HCl 1 M. Then do the extraction process silica and nanozeolite X. synthesized nanozeolite X Synthesis used sol-gel method with a ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5. The process was mixed all the ingredients with the composition of 0,7 TMAOH : 0,003 Na_2O : x Al_2O_3 : 2,16 SiO_2 : 125 H_2O and stirring for 1 hour and it was incubated for 72 hours. Nanozeolite X synthesis process was performed by the addition of organic template (TMAOH) as an agent of a steering structure of the zeolite crystal. Crystallization was done for 48 hours with a temperature variation of hydrothermal of 70, 85 and 100 °C. Characterization included determining of amount of silica by XRF, crystal and purity of zeolite synthesis with XRD, functional group used FTIR and surface morphology was with SEM.

The results of XRF analysis showed the percentage of silica of rice husk ashes were 94.7%. Temperature crystal size was 70, 85 and 100 ° C respectively it was 16-30 nm; 40-85 nm; 11-51 nm. FTIR analysis showed typical absorption-zeolite of type faujasite at wave number was 575, 585 and 580 cm^{-1} which was symmetrical stretch. SEM analysis showed the morphology of nanozeolite X at 100 °C is heterogeneous and crystal shape is not visible distinct.

الملخص

رزقي، أرياني إيميلدا. 2016. **توليف وتوصيف نانو الزيوليت X من الرماد قشر الأرز باستخدام اختلافات الحرارية المائية درجة**. بحث جامعة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولية: سوجي أماليا، الماجستير، المشرف الثاني: أحمد أبطخي، الماجستير، مستشار: سوسي نور الخليفة، الماجستير

كلمات الرئيسية: الرماد قشر الأرز، نانو الزيوليت X، الاختلافات في درجة الحرارة الحرارية المائية، قالب العضوية، الطريقة سول-غيل

الرماد قشر الأرز يحتوي على عنصر المعدنية العالمية عالية جدا. السيليكا هي واحدة من أكبر مكونات فيها. السيليكا في قشر الأرز الرماد يمكن استخدامها لتصنيع مواد الزيوليت. وتهدف هذه الدراسة لتجميع وتوصيف نانو الزيوليت X مع تغيرات درجة الحرارة الحرارية المائية.

الخطوات التي تجري اتخاذها أن إعداد عينة مع غسل الرماد قشر الأرز باستخدام حمض الهيدروكلوريك 1 م ثم تستخدم عملية الاستخراج السيليكا وتوليفها نانو الزيوليت X. التوليف نانو الزيوليت X. استخدام طريقة سول غيل مع نسبة SiO_2/Al_2O_3 . 1,5 . عملية تتم خلط جميع المكونات مع تركيبة $125 H_2O : 2,16 SiO_2 : x Al_2O_3 : 0,003 Na_2O : 0,7 TMAOH$ والتحرك لمدة 1 ساعة و حضنت في 72 ساعات. عملية التوليف نانو الزيوليت X أداء بإضافة قالب العضوية (TMAOH) كوكيل للهيكال القيادة من الكريستال الزيوليت. يتم تبلور لمدة 48 ساعات مع اختلاف درجة حرارة الهيدروحرارية 70, 85, 100 درجة مئوية. ويشمل توصيف تحديد كمية من السيليكا التي كتبها XRF ، التبلور ونقاء الزيوليت تركيب XRD ، تحويل فورييه الأشعة تحت الحمراء ومورفولوجيا السطح مع SEM (مجهر الإلكتروني المسح)

وأظهرت نتائج تحليل XRF نسبة السيليكا الرماد قشر الأرز يعنى 94.7%. درجة الحرارة الكريستال حجم 70, 85, 100 درجة مئوية على التوالي 30-16 نانومتر. 85-40 نانومتر، 51-11 نانومتر. وأظهر تحليل فورييه الأشعة تحت الحمراء نموذجية امتصاص الزيوليت من نوع *faujasite* في موجة 575, 585, 580 سم⁻¹ الذي هو سلاله متناظرة. ويظهر تحليل SEM مستوى التبلور نانو الزيوليت X المنتج التوليف يعنى منخفض.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara agraris yang memiliki kelimpahan sumber daya alam. Sumber daya alam tersebut banyak dimanfaatkan oleh masyarakat Indonesia, salah satunya sumber daya alam yang dihasilkan adalah tanaman padi. Padi merupakan bahan makanan pokok bangsa Indonesia, kebutuhannya semakin meningkat dari tahun ke tahun. Hal ini mengakibatkan meningkatnya limbah sekam atau kulit padi yang dihasilkan. Sekam merupakan bagian terbesar kedua setelah beras. Padi terdiri dari beras (65 %), sekam (20 %), bekatul (8 %) dan bagian lainnya atau hilang (7 %). Sekam tersusun dari bahan-bahan seperti selulosa (40 %), lignin (30 %) dan abu (20 %) yang mengandung silika (Sumaatmadja, 1985).

Sekam padi merupakan sumber daya alam yang dapat diperbaharui dimana keberadaannya sangat melimpah di Indonesia yang merupakan negara agraris. Sejauh ini pemanfaatan abu sekam padi hanya terbatas sebagai abu gosok untuk keperluan rumah tangga. Namun, sebenarnya abu sekam padi memiliki beberapa kegunaan, abu sekam padi dapat digunakan sebagai penukar ion atau kation. Selain itu, sekam padi bisa digunakan sebagai penyerap (*adsorben*), pulp, selulosa, pupuk, media tanaman hidroponik, dan silika (Seleng, dkk, 1994 dan Supriyanto, 2001).

Sekam padi yang oleh sebagian masyarakat dianggap kurang bermanfaat ternyata memiliki beberapa kandungan senyawa kimia salah satunya silika. Hal ini

sesuai dengan ayat Al-Qur'an yang menjelaskan bahwa Allah menciptakan makhluk hidup sekecil apapun banyak hikmah dan manfaatnya.

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

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

Tafsir Al-Maraghi memberikan penjelasan pada surat Ali-Imron ayat 191 bahwa tidak ada segala sesuatu ciptaan Allah SWT yang tidak memiliki arti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak yang mengandung hikmah dan maslahat yang besar namun hanya orang-orang yang senantiasa mengingat Allah SWT serta mau memikirkan tentang segala penciptaanNya yang mampu mengambil hikmah serta manfaat. Menurut Shihab (2003) bahwa orang-orang yang mendalami pemahamannya dan berfikir tajam (*ulul albab*), adalah orang-orang yang berakal, orang-orang yang mau menggunakan pikirannya, mengambil faedah dan ia senantiasa mengingat Allah SWT disetiap waktu baik dalam keadaan berdiri, duduk maupun berbaring. Berdasarkan ayat di atas menjelaskan bahwa limbah sekam padi dapat digunakan sebagai sumber bahan baku dalam pembuatan zeolit merupakan bentuk upaya berfikir manusia guna memanfaatkan ciptaanNya menjadi sesuatu yang bermanfaat.

Abu sekam padi mempunyai sifat khusus yaitu mengandung senyawa kimia salah satunya mengandung silika (SiO_2) (Herina, 2005). Nilai paling umum kandungan silika dari abu sekam adalah 94 - 96 % dan apabila nilainya mendekati atau di bawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah

terkontaminasi dengan zat lain yang kandungan silikanya rendah (Houston, 1972: 33).

Aditama (2015) telah mensintesis zeolit X dari abu vulkanik gunung Kelud, diketahui bahwa kandungan silika dalam abu vulkanik gunung Kelud sebesar 22,2 % sebelum pencucian dengan HCl 1 M. Sedangkan kandungan silika pada abu vulkanik gunung Kelud setelah pencucian sebesar 35,3 %. Assolah (2015) telah mensintesis zeolit X dari silika hasil ekstraksi lumpur lapindo, dan diketahui kandungan silika dalam lumpur lapindo sebesar 61,6 %. Rahman, dkk (2009) berhasil melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi sebagai sumber silika. Preparasi yang dilakukan dengan pencucian sekam padi menggunakan H₂SO₄ 10 % selama 24 jam dan ditanur dengan suhu 500 °C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh kadar silika dengan proses pencucian sebesar 95,85 %, sedangkan tanpa pencucian kadar silika sebesar 90 %. Pratomo, dkk (2013) melakukan penelitian tentang ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan metode pencucian dengan asam dengan dua teknik, yakni pengadukan dan refluks dengan konsentrasi HCl 1, 2 dan 3 M dan ditanur pada suhu 700 °C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh kadar silika dengan teknik pengadukan konsentrasi HCl 1 M sebesar 97,5 %, sedangkan dengan teknik refluks kadar silika sebesar 96,5 %. Folleto (2006) menyebutkan bahwa kandungan kimia yang terdapat pada abu sekam padi adalah SiO₂, K₂O, Na₂O, CaO, MgO, Fe₂O₃, Al₂O₃, SO₃ dan LOI. Di dalam abu sekam padi terdapat sumber SiO₂ yang dapat digunakan dalam pembuatan zeolit, baik melalui proses alkali hidrotermal maupun sintesis pada temperatur kamar. Sekam padi merupakan sumber silika alternatif sebagai pengganti bahan kimia murni. (Ramli, 1995).

Silika dalam sekam padi dapat dimanfaatkan untuk pembuatan zeolit. Kajian dan penelitian tentang penggunaan abu sekam padi sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit telah dilakukan oleh Rahman, dkk (2009) telah berhasil melakukan sintesis zeolit Y dengan metode *seeding* dari abu sekam padi. Hasil yang diperoleh zeolit Y murni tanpa adanya campuran dengan zeolit lain. Prasetyoko dan Putro (2007) berhasil mensintesis zeolit ZSM-5 murni tanpa adanya campuran menggunakan abu sekam padi dengan perbandingan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 50$ dan diperoleh kristalinitas 50,19 %. Eng-Poh Ng, dkk (2015) telah melakukan sintesis zeolit tipe EMT. Hasil yang diperoleh zeolit EMT (EMC-2) dengan kemurnian 75 %. Kandungan silika yang tinggi pada abu hasil pembakaran sekam padi menjadi alasan utama pemanfaatannya menggantikan sumber silika lain yang lebih mahal, selain itu mudah didapat dan tidak membahayakan karena tidak beracun.

Zeolit merupakan mineral yang terdiri dari kristal aluminosilikat terhidrat yang mengandung kation alkali/alkali tanah dalam kerangka tiga dimensinya. Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Selain itu zeolit alam memiliki beberapa keterbatasan antara lain karena ketidakmurniannya yang tinggi, serta ukuran pori-pori tidak seragam. Zeolit sintesis dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dari zeolit alam antara lain terdapat banyak pengotor, kristal yang diperoleh tidak teratur.

Zeolit X merupakan salah satu tipe zeolit sintesis, yaitu zeolit yang memiliki diameter α -cage (*supercage*) 13 Å dan diameter β -cage (kerangka sodalit) 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi dengan rasio Si/Al 1,0 – 1,5 (Thammavong, 2003). Zhely dan Widiastuti (2011)

telah berhasil mensintesis zeolit X-karbon dari abu dasar batu bara dengan metode hidrotermal. Perlakuan hidrotermal dilakukan pada suhu 90 °C dengan variasi waktu yaitu 8, 12, 15, 18 dan 22 jam untuk mengetahui waktu optimum terbentuknya zeolit X-karbon. Hasil yang diperoleh bahwa kondisi optimum pembentukan zeolit X-karbon pada suhu 90 °C dengan waktu 15 jam. Masoudian, dkk. (2013) melakukan sintesis zeolit X dari silika sintetis menggunakan suhu hidrotermal 75 °C dan 100 °C, pada suhu 75 °C selama 4 dan 40 jam dihasilkan zeolit X murni tanpa adanya campuran zeolit lain. Zhang, dkk., (2013) telah berhasil mensintesis zeolit NaX yang berasal dari silika sintetis dengan variasi waktu pembentukan kristal 7, 14, 21, 28, dan 40 hari pada suhu 25 °C, hasil yang diperoleh bahwasanya zeolit NaX terbentuk pada suhu 25 °C selama 28 hari dengan ukuran nanozeolit. Aditama (2015) telah mensintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud dengan variasi suhu hidrotermal 75, 90, dan 100 °C selama 4 jam. Hasil yang diperoleh pada suhu 100 °C terbentuk zeolit X lebih murni. Shen, dkk (2005) telah berhasil melakukan sintesis zeolit X dari silika sintetis pada suhu hidrotermal 100 °C dengan variasi waktu 0,5, 1, 1,5, 2, 6, 10, dan 14 jam. Hasil yang didapat pada suhu 100 °C selama 6 jam zeolit X terbentuk dengan ukuran 2-3 µm. Bondareva, dkk., (2003) berhasil melakukan sintesis zeolit NaX dengan kemurnian tinggi tanpa adanya campuran dari zeolit lain menggunakan metode hidrotermal pada suhu 100-102 °C dengan waktu kristalisasi 6 jam. Htun, dkk., (2012) telah berhasil melakukan sintesis zeolit jenis *faujasite* NaX dari silika dan alumina sintetis. Suhu yang digunakan 100 °C selama 6 jam dengan pengadukan selama 1 jam pada suhu 25 °C dan *aging* selama 1 hari pada suhu ruang. Hasil yang diperoleh zeolit NaX dengan kemurnian 62,40 %.

Nanopartikel didefinisikan sebagai partikel dengan dimensi karakteristik rata-rata <100 nm (Hu, 2010). Nanopartikel memiliki nilai lebih karena nanopartikel memiliki ukuran yang lebih kecil dan luas permukaan yang besar dan sifat fisik yang menguntungkan, termasuk sifat magnetik, sifat optik bersama sifat termal dan sifat kimia seperti reaktivitas, sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi secara fisika maupun kimia dengan material lainnya semakin banyak (Ayoup, dkk., 2009; Yulizar, 2004).

Yang (2011) berhasil melakukan sintesis zeolit ZSM-5 (*zeolite socony mobil-5*) dari silika sintetik dengan ukuran nanopartikel menggunakan dua variasi suhu yakni 100 °C dan 170 °C selama 24 jam tanpa templat organik. Fathizadeh dan Abdolreza, (2011) melakukan berhasil melakukan sintesis nanozeolit NaX dari silika sintetik menggunakan metode hidrotermal dengan pengontrolan pada suhu 60 °C selama 4 hari dan pengadukan tanpa templat organik dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,25. Ukuran zeolit hasil sintesis adalah 105 nm. Ansari, dkk., (2014) melakukan sintesis nanozeolit Na-X dengan teknik pemanasan *microwave* pada suhu 90 - 130 °C selama 15-240 menit dan metode hidrotermal konvensional pada suhu 60 °C selama 4 hari, diperoleh hasil bahwa pada teknik pemanasan *microwave* suhu 90 °C selama 240 menit didapatkan nanozeolit Na-X dengan kristalinitas yang tertinggi yakni 96 %. Ejhieh dan Maryam, (2013) telah berhasil mensintesis nanozeolit Na-X yang bersumber dari silika sintetik untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik. Hasil yang diperoleh bahwa nanozeolit Na-X memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik dalam penjernihan campuran antara larutan *methilen blue* dan *rhodamin b*. Nazila, dkk., (2011) telah berhasil mensintesis zeolit LTA (*linde type A*) nanopartikel yang memiliki kemurnian yang

tinggi dari silika sintetis menggunakan templat organik dengan metode hidrotermal pada suhu 98 °C selama 50 jam. Rasouli, dkk., (2013) berhasil melakukan sintesis nanozeolit X murni dengan ukuran 100 nm dari silika sintetis TEOS (*tetraethylorthosilicate*) dengan metode hidrotermal pada suhu 70-160 °C selama 36-72 jam. Sintesis nanozeolit X dilakukan menggunakan templat organik *tetramethylammonium bromide* ((TMA)₂Br).

Selain penggunaan silika sintetis, zeolit juga dapat disintesis menggunakan silika dari bahan alam. Eng-Poh Ng, dkk., (2015) melakukan sintesis zeolit tipe EMT (EMC-2) dalam ukuran nanopartikel dari abu sekam padi dengan rasio molar Si/Al 1,28 dan diperoleh hasil kemurnian sekitar 75 % dengan diameter 15 nm. Azizi dan Kaviani (2013) telah berhasil melakukan sintesis nanozeolit Na-X dari bahan alam dengan menggunakan metode hidrotermal. Sintesis dilakukan pada suhu rendah yakni 50 °C tanpa menggunakan templat organik. Ghasemi dan Habibollah, (2011) telah berhasil mensintesis nanozeolit NaA dari abu sekam padi tanpa menggunakan templat organik. Akan tetapi, sintesis zeolit X dari abu sekam padi dalam ukuran nanopartikel belum pernah dilakukan.

Berdasarkan penjelasan latar belakang di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi menggunakan templat organik TMAOH (*tetramethylammonium hydroxide*) dengan variasi suhu hidrotermal. Templat organik dalam penelitian ini berguna sebagai media pengarah struktur nanopartikel. Penggunaan variasi suhu ini bertujuan untuk mengetahui pada suhu berapa diperoleh hasil kristal nanozeolit X yang murni. Faktor-faktor yang mempengaruhi sintesis zeolit diantaranya sumber silika, suhu

hidrotermal, dan *aging*. Keuntungan dari penggunaan variasi suhu hidrotermal adalah dapat menghasilkan produk kristal yang homogen, dapat menghasilkan kemurnian bahan yang tinggi karena sampel dimasukkan ke dalam teflon dan bejana baja (reaktor hidrotermal) yang tertutup rapat sehingga terjaga dari kontaminasi luar. Abu sekam padi sebagai sumber silika dalam pembuatan zeolit akan dikarakterisasi menggunakan instrumen XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui persentase kandungan silika dari abu sekam padi. *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kristalinitas nanozeolit X, dan mengetahui keberhasilan dalam sintesis nanozeolit X. Karakterisasi selanjutnya *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi nanozeolit X hasil sintesis dan karakterisasi berikutnya menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan nanozeolit X hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana hasil karakterisasi nanozeolit X dari abu sekam padi menggunakan variasi suhu hidrotermal.

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah maka tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil karakterisasi nanozeolit X dari abu sekam padi menggunakan variasi suhu hidrotermal.

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Sumber silika yang digunakan dalam sintesis nanozeolit X diperoleh dari abu sekam padi beras putih dan diambil dari limbah industri penggilingan padi di Kecamatan Megaluh Jombang.
2. Metode yang digunakan adalah metode hidrotermal.
3. Variasi suhu yang digunakan adalah 70, 85, dan 100 °C.
4. Rasio molar dari $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ adalah 1,5.
5. Karakterisasi hasil sintesis nanozeolit X menggunakan instrumen *X-Ray Fluoresence (XRF)*, *X-Ray Diffraction (XRD)*, *Fourier Transform Infra Red (FTIR)* dan *Scanning Electron Microscope (SEM)*.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi tentang proses sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi yang efektif menggunakan templat organik dengan variasi suhu hidrotermal, sehingga masyarakat lebih dapat memanfaatkan abu sekam padi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Abu Sekam Padi

Sekam padi merupakan lapisan keras yang membungkus kariopsis butir gabah, terdiri atas dua belahan yang disebut *lemma* dan *palea* yang saling bertautan (Aina, 2007: 2). Pada proses penggilingan gabah, sekam akan terpisah dari butir beras dan menjadi bahan sisa atau limbah penggilingan. Dari proses penggilingan gabah akan dihasilkan 16,3-28 % sekam (Nugraha dan Setiawati, 2006). Sekam padi jenis IR 64 merupakan kategori varietas unggul nasional. Sekam padi IR 64 tahan terhadap wereng coklat dan wereng hijau, agak tahan bakteri busuk daun dan tahan virus kerdil rumput (Badan penelitian dan pengembangan pertanian, 2009). Komposisi kimia sekam padi menurut Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian mengandung beberapa unsur kimia penting yang ditunjukkan pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Komponen kimia sekam padi

Komponen	Kandungan (%)
Kadar Air	9,02
Protein Kasar	3,03
Lemak	1,18
Serat Kasar	15,68
Abu	17,71
Karbohidrat Kasar	33,71
Karbon (arang)	1,33
Hidrogen	1,54
Oksigen	33,64
Silika	16,98

Sumber: Badan penelitian dan pengembangan pertanian (2009)

Sekitar 20 % dari bobot padi adalah sekam padi dan kurang lebih 15 % dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam

dibakar (Hara, 1986). Menurut Sarkawi (2003: 136) sekam padi terdiri dari 34 - 44 % selulosa, 23- 30 % lignin, 13 - 39 % abu dan 8 - 15 % air. Abu dari hasil pembakaran sekam padi memiliki komponen kimia yang ditunjukkan pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Komponen kimia abu sekam padi

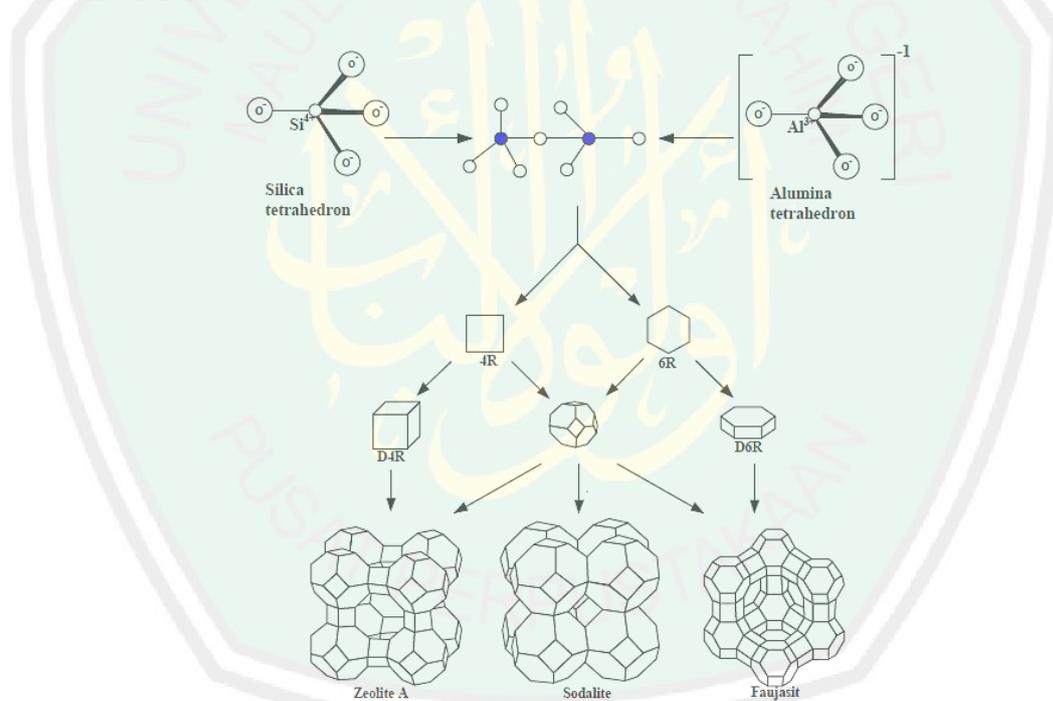
Komponen	Kandungan (%)
SiO ₂	94,4
Al ₂ O ₃	0,61
Fe ₂ O ₃	0,03
CaO	0,83
MgO	1,21
K ₂ O	1,06
Na ₂ O	0,77
SO ₃	-
LOI	-

Sumber: Folleto (2006)

Abu sekam padi sebagai limbah pembakaran memiliki unsur yang bermanfaat untuk peningkatan mutu beton, mempunyai sifat pozolan dan mengandung silika yang sangat menonjol, bila unsur ini dicampur dengan semen akan menghasilkan kekuatan yang lebih tinggi (Bali dan Prakoso, 2002). Abu sekam padi apabila dibakar secara terkontrol pada suhu tinggi (500 – 600 °C) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia (Putro, 2007: 33). Aina (2007: 11) dalam penelitiannya menunjukkan bahwa kristalinitas β -Ca₂SiO₄ dari abu sekam padi yang diabukan pada temperatur 600, 700, dan 800 °C lebih tinggi dibandingkan dengan kristalinitas β -Ca₂SiO₄ dari abu sekam padi yang diabukan pada temperatur 900 °C. Pemanfaatan dan aplikasi dari abu sekam padi sebagai sumber silika sangat luas seperti dalam pembuatan semen, keramik dan lain sebagainya.

2.2 Zeolit X

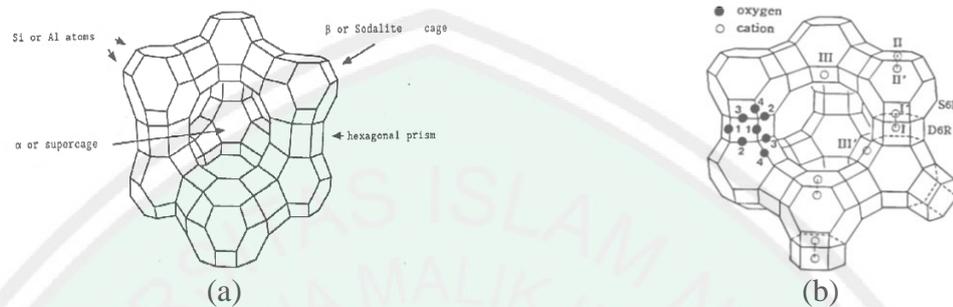
Zeolit X merupakan salah satu tipe zeolit sintetis, yaitu zeolit yang memiliki diameter α -cage (*supercage*) 13 Å dan diameter β -cage (kerangka sodalit) 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi dengan rasio Si/Al 1,0 – 1,5 (Thammavong, 2003). Perbedaan antara zeolit X dengan zeolit jenis lainnya dapat dilihat dari jumlah cincin pada SBU (*Secondary Building Unit*) atau unit pembangun kedua, misalnya zeolit A memiliki 8 cincin, zeolit *faujasite* memiliki 12 cincin (Wang, dkk., 2013). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Unit struktural dari zeolit A, *sodalite* dan *faujasite* (Wang, dkk., 2013)

Kerangka dari zeolit X didasarkan atas unit pembangun kedua yaitu cincin ganda lingkaran 6 (unit D6R). Zeolit ini dibangun oleh unit sodalite dihubungkan oleh unit D6R atau prisma *hexagonal*. Diameter pori-pori mempunyai struktur bangun yang oktahedral pada titik I, II dan III, dimana menunjukkan posisi dari kation Natrium yang berfungsi sebagai bagian yang bertukar ion atau situs yang

dapat berpindah dengan adanya ion lain (Widayat, dkk., 2012), seperti yang terlihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 (a) Struktur zeolit X (Kenneth dan Kieu, 1991) dan (b) Kerangka zeolit X (Yeom, dkk., 1997)

Menurut Widati, dkk. (2010) rumus molekul dari zeolit X sintesis adalah $\text{Na}_{86}[(\text{AlO}_2)_{86}(\text{SiO}_2)_{106}].264\text{H}_2\text{O}$. Zeolit X dapat digunakan pada berbagai aplikasi terutama dalam industri karena stabilitas yang sangat baik dari struktur kristalnya serta jumlah pori dan luas permukaan yang besar (Kwakyee, 2008). Zeolit X digunakan secara komersial sebagai penukar ion untuk pengolahan air. Zeolit ini memiliki kapasitas pertukaran ion yang tinggi (sama dengan zeolit A) dan ukuran pori besar yang memungkinkan untuk pertukaran semua ion yang sulit, termasuk magnesium terhidrasi dan ion besi. Zeolit X memiliki ukuran pori yang besar 7,3 Å dan KTK (Kapasitas Tukar Kation) tinggi sebesar 5 meq/g, yang membuat zeolit ini dapat digunakan sebagai ayakan molekuler dan bahan penukar kation tinggi. Zeolit ini selain dapat digunakan sebagai penukar ion juga dapat berfungsi sebagai katalis. Ebitani, dkk. (2000) telah melakukan penelitian penggunaan katalis zeolit X yang dikapsulkan dengan tembaga/kupri klorida untuk proses

oksidasi senyawa amina. Proses oksidasi dilangsungkan dengan adanya molekul oksigen.

Zhely dan Widiastuti (2011) telah berhasil mensintesis zeolit X-karbon dari abu dasar batu bara dengan metode hidrotermal. Perlakuan hidrotermal dilakukan pada suhu 90 °C dengan variasi waktu yaitu 8, 12, 15, 18 dan 22 jam untuk mengetahui waktu optimum terbentuknya zeolit X-karbon. Hasil yang diperoleh bahwa kondisi optimum pembentukan zeolit X-karbon pada suhu 90 °C dengan waktu 15 jam. Masoudian, dkk (2013) melakukan sintesis zeolit X menggunakan suhu hidrotermal 75 °C dan 100 °C, pada suhu 75 °C selama 4 dan 40 jam dengan waktu pemeraman 25 °C selama 20 jam, dihasilkan zeolit X murni tanpa adanya campuran zeolit lain. Namun, pada suhu 100 °C selama 20 jam dengan pemeraman 25 °C selama 1 jam dan suhu 110 °C selama 40 jam dengan pemeraman 25 °C selama 20 jam, dihasilkan zeolit A dan menurunkan kemurnian dari zeolit X. kristal yang dihasilkan memiliki ukuran 5,9 µm. Zhang, dkk (2013) telah berhasil mensintesis zeolit NaX yang berasal dari silika sintetik dengan variasi waktu pembentukan kristal 7, 14, 21, 28, dan 40 hari pada temperatur kamar (25 °C), hasil yang diperoleh bahwasanya zeolit NaX terbentuk pada suhu 25 °C selama 28 hari dengan rasio Si/Al 1,14 dengan ukuran kristal 100-500 nm. Namun, kristalinitas yang diperoleh sangat kecil. Bondareva, dkk., (2003) berhasil melakukan sintesis zeolit NaX dengan metode hidrotermal pada suhu 100-102 °C dengan variasi waktu kristalisasi 6, 12 dan 24 jam. Hasil yang didapatkan bahwa pada waktu kristalisasi 6 jam didapatkan zeolit NaX murni tanpa adanya campuran zeolit lain dengan kristalinitas 51 %. Sedangkan pada waktu kristalisasi 12 dan 24 jam didapatkan zeolit NaX dengan adanya campuran zeolit NaP.

2.3 Sintesis Nanozeolit X

Nanopartikel merupakan salah satu produk dari nanoteknologi. Nanopartikel adalah sebuah partikel mikroskopi berskala nano yaitu berukuran 1-100 nm. Nanopartikel menarik perhatian di bidang ilmiah karena peranannya sebagai jembatan antara material berukuran normal (*bulk*) dan struktur atomik atau molekular. Sebuah material *bulk* harus memiliki sifat fisik yang konstan tanpa memperhatikan ukurannya, tetapi hal ini tidak dapat diterapkan pada skala nano (Tovina, 2009). Karakterisasi nanopartikel penting diketahui untuk mendapatkan pemahaman dan control dalam sintesis nanopartikel dan aplikasinya.

2.3.1 Nanozeolit

Nanozeolit memiliki ukuran kurang dari 200 nm. Pengurangan ukuran partikel dari mikrometer menjadi nanometer merupakan perubahan penting yang mempengaruhi sifat material, terutama terhadap aplikasinya sebagai katalis dan dalam proses pemisahan. Nanozeolit memiliki luas permukaan yang besar dan aktivitas pada permukaannya lebih besar. Pembentukan nanozeolit memerlukan kondisi yang khusus untuk pembentukan inti kristal. Selanjutnya nanokristal zeolit di *recorver* dengan agregasi minimum yang bertujuan mendapatkan koloid yang stabil, kemudian dimurnikan dengan sentrifugasi berulang-ulang dengan kecepatan tinggi dan diredispersi dalam cairan. Sintesis nanozeolit biasanya menghasilkan ukuran partikel kurang dari 100 nm (Hu, 2010).

Yang (2011) berhasil melakukan sintesis zeolit ZSM-5 dari silika sintetik dengan ukuran nanopartikel menggunakan dua variasi suhu yakni 100 °C dan 170 °C selama 24 jam tanpa templat organik. Hasil yang diperoleh yakni nanozeolit ZSM-5 dengan kemurnian yang tinggi. Ukuran kristal yang diperoleh dari hasil

SEM berkisar 300-600 nm. Sedangkan dari hasil TEM ukuran kristal yang diperoleh berkisar 30-50 nm. Ejhieh dan Maryam, (2013) telah berhasil mensintesis nanozeolit Na-X yang bersumber dari silika sintetis untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik. Hasil yang diperoleh bahwa nanozeolit Na-X memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik dalam penjernihan campuran antara larutan *methilen blue* dan *rhodamin b*.

Nanopartikel memiliki nilai lebih karena nanopartikel memiliki ukuran yang lebih kecil dan luas permukaan yang besar dan sifat fisik yang menguntungkan, termasuk sifat magnetik, sifat optik bersama sifat termal dan sifat kimia seperti reaktivitas, sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi secara fisika maupun kimia dengan material lainnya semakin banyak (Ayoup, M., dkk., 2009; Yulizar, 2004). Dalam penelitian sintesis zeolit dengan ukuran nanopartikel digunakan templat organik yang berfungsi sebagai molekul atau median pengarah struktur.

Senyawa organik dapat digunakan untuk menciptakan rongga dan ukuran zeolit yang dibuat. Bentuk dan ukuran senyawa organik memiliki sifat yang khas, sehingga senyawa organik yang dapat dijadikan sebagai templat digunakan untuk mendapatkan ukuran partikel yang diharapkan (Kusumawardani, 1999). Nazila, dkk., (2011) telah berhasil mensintesis nanozeolit LTA yang memiliki kemurnian yang tinggi dari silika sintetis menggunakan templat organik dengan metode hidrotermal pada suhu 98 °C selama 50 jam dengan rasio Si/Al 1,66. Ukuran dari nanozeolit LTA yang diperoleh dari hasil SEM 60-170 nm. Rasouli, dkk., 2014 berhasil melakukan sintesis nanozeolit X dengan menggunakan tempat organik. Hasil dari nanozeolit X kemudian digunakan sebagai *ion-exchange* dengan kation

Ba, dan diperoleh hasil nanozeolit Ba-X dengan rasio Si/Al sebesar 1,1. Sedangkan hasil analisis SEM diperoleh ukuran kristal nanozeolit X rata-rata 100 nm.

2.4 Metode Sol-gel

Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2011).

2.4.1 Hidrolisis

Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat (Fernandez, 2011).

2.4.2 Kondensasi

Tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan senyawa hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol (Fernandez, 2011).

2.4.3 Pemeraman (*Aging*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses *ageing*. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan (Fernandez, 2011).

2.4.4 Pengeringan

Tahapan terakhir adalah proses penguapan larutan dan cairan yang tidak diinginkan untuk mendapatkan struktur sol gel yang memiliki luas permukaan yang tinggi (Fernandez, 2011).

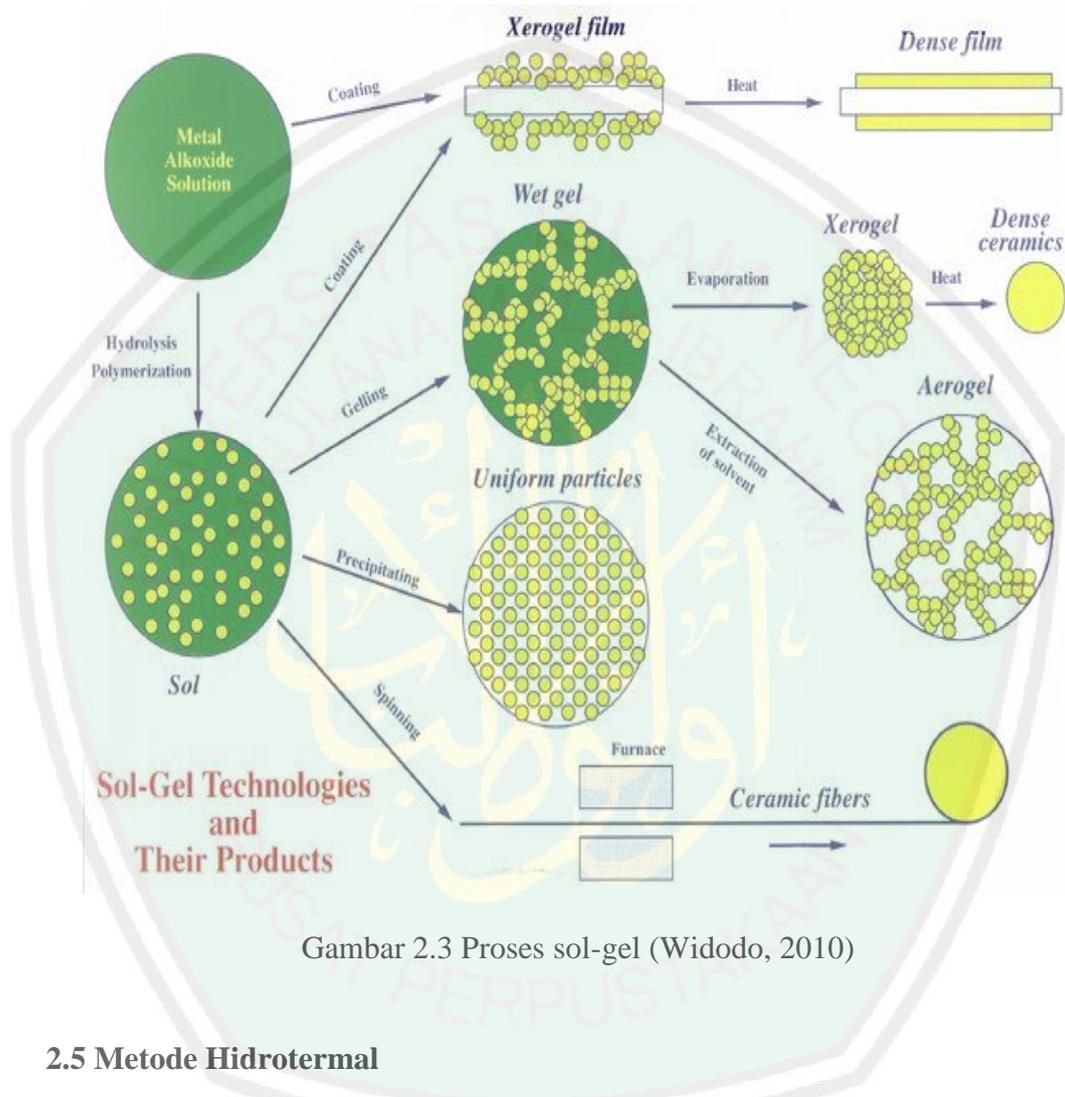
Proses pembuatan sol-gel dalam sintesis zeolit X dilakukan untuk mendapatkan xerogel yang akan dijadikan powder dengan proses pemanasan. Hal ini dijelaskan dalam Gambar 2.3.

Metode sol-gel dikenal sebagai salah satu metode sintesis nanopartikel yang cukup sederhana dan mudah. Metode ini merupakan salah satu "*wet method*" karena pada prosesnya melibatkan larutan sebagai medianya. Pada metode sol-gel, sesuai dengan namanya larutan mengalami perubahan fase menjadi sol (koloid yang mempunyai padatan tersuspensi dalam larutannya) dan kemudian menjadi gel (koloid tetapi mempunyai fraksi solid yang lebih besar daripada sol) (Fernandez, 2011).

Kelebihan metode sol gel dibandingkan dengan metode konvensional, antara lain (Fernandez, 2011):

- a. Kehomogenan yang lebih baik
- b. Kemurnian yang tinggi
- c. Suhu relatif rendah

- d. Tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa
- e. Kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil
- f. Mengurangi pencemaran udara



Gambar 2.3 Proses sol-gel (Widodo, 2010)

2.5 Metode Hidrotermal

Hidrotermal terbentuk dari kata hidro yang berarti air dan termal yang berarti panas, sehingga dapat diperkirakan metode hidrotermal menggunakan panas dan air yang sifatnya merubah larutan menjadi padatan. Pada praktiknya, metode ini melibatkan pemanasan reaktan dalam wadah tertutup (autoclave) menggunakan air. Dalam wadah tertutup, tekanan meningkat dan air tetap sebagai cairan. Metode hidrotermal (penggunaan air sebagai pelarut di atas titik didihnya)

harus dilakukan pada sistem yang tertutup untuk mencegah hilangnya pelarut saat dipanaskan di atas titik didihnya. Jika pemanasan air mencapai di atas titik didih normalnya yaitu 373 K, maka disebut “*super heated water*”. Kondisi saat tekanan meningkat di atas tekanan atmosfer dikenal sebagai kondisi hidrotermal. Kondisi hidrotermal terdapat secara alamiah dan beberapa mineral seperti zeolit alam terbentuk melalui proses ini (ismagilov, 2012).

Sintesis hidrotermal merupakan teknik atau cara kristalisasi suatu bahan atau material dari suatu larutan dengan kondisi suhu dan tekanan tinggi. Sintesis hidrotermal secara umum dapat didefinisikan sebagai metode sintesis suatu kristal yang sangat ditentukan oleh kelarutan suatu mineral dalam air yang bersuhu (temperatur maksimum pada alat 400 °C) dan bertekanan tinggi (tekanan maksimum pada alat 400 Bar). Proses pelarutan dan pertumbuhan kristalnya dilakukan dalam bejana tertentu yang disebut otoklaf (autoclave), yaitu berupa suatu wadah terbuat dari baja yang tahan pada suhu dan tekanan tinggi. Pertumbuhan kristal terjadi karena adanya gradient temperatur yang diatur sedemikian rupa sehingga pada bagian yang lebih panas akan terjadi reaksi larutan, sedangkan pada bagian yang lebih dingin terjadi proses supersaturasi dan pengendapan kristal. Teknologi ini dikenal dengan istilah metode hidrotermal (Agustinus, 2009).

Pada mulanya, hidrotermal merupakan istilah yang digunakan pada lingkungan kegiatan keilmuan geologi. Sudah sejak dahulu para ahli geokimia dan mineralogi mempelajari dan berkiprah dalam penelitian kesetimbangan fase hidrotermal. Peletakan dasar-dasar tentang media reaktif pada suhu dan tekanan tertentu untuk proses hidrotermal telah dilakukan oleh Morey (1953) dari

Carnegie Institution, yang kemudian juga dikembangkan oleh Bridgman dari Harvard University. Boyliss, dkk., (1970) telah melakukan sintesis hidrotermal terhadap dolomit atau kalsit, kuarsa dan kaolinit pada temperatur rendah (200 – 300 °C) dengan tekanan diatas 90 bar. Somiya, dkk., 2000, mengemukakan bahwa sintesis hidrotermal untuk menghasilkan bubuk halus dapat dilakukan dari temperatur yang rendah (100 °C) hingga ke temperatur tinggi (10.000 °C) pada kondisi tekanan 1 atm hingga beberapa kilobar. Sedangkan Bertone, dkk., 2003, telah melakukan sintesis hidrotermal untuk menghasilkan kristal kuarsa yang sangat halus (nanokristal). Berbagai kondisi eksperimen yang dilakukan, mulai dari variasi temperatur reaksi (200 – 300 °C) dengan lama waktu reaksi bervariasi dari 1 hari, 3 hari, 20 hari bahkan hingga 40 hari dengan berbagai macam jenis produk kristal yang dihasilkan (Agustinus, 2009).

Metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, yaitu (Lee, dkk., 1991) :

1. Temperatur relatif rendah untuk reaksi.
2. Dengan menaikkan temperatur dan tekanan dapat menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi yang tidak biasanya.
3. Pada kondisi super-heated water, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. atau bila temperatur dan tekanan tersebut belum mampu, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut.
4. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi.
5. Kemurnian tinggi.

6. Distribusi ukuran partikel yang homogen.

Beberapa contoh penggunaan metode hidrotermal untuk mensintesis senyawa-senyawa anorganik adalah (Trisunaryanti, 2006) :

1. Sintesis kromium dioksida. Kromium dioksida, CrO_2 dipergunakan pada audio tape karena sifat magnetiknya, mengandung kromium pada keadaan oksidasi tidak umum (+4). Mineral ini disintesis dari oksidasi kromium (II) oksida, Cr_2O_3 . Cr_2O_3 dan CrO_3 ditempatkan di dalam autoclave dengan air dan dipanaskan sampai 623 K. Oksigen dialirkan selama reaksi dan karena autoclave tertutup, maka tekanan parsialnya tinggi (440 bar). Tekanan parsial oksigen yang tinggi ini menyebabkan terbentuknya kromium dioksida.
2. Sintesis senyawa TMA-SnS-1 (TMA = tetramethylammonium). TMA-SnS-1 (mempunyai rumus empiris $(\text{NMe}_4)_2\text{Sn}_3\text{S}_7 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, $x=1-3$) disintesis dari reaksi timah dan sumber sulfur pada kondisi hidrotermal dengan adanya kation TMA^+ . Senyawa TMA-SnS-1 mempunyai struktur kompleks.
3. Sintesis senyawa serbuk Co_3O_4 dengan metoda *hydrothermal-ultrasonic*. Dilaporkan bahwa hidrolisis temperatur tinggi dari cobalt (II) nitrat pada medan *ultrasonic* menghasilkan serbuk Co_3O_4 dengan ukuran partikel leboh kecil dibandingkan dengan hidrolisis temperatur tinggi secara konvensional (rata-rata ukuran partikel turun dari 600-650 nm menjadi 60-70 nm). Senyawa produk Co_3O_4 yang diperoleh dari metode *hydrothermal-ultrasonic* mempunyai struktur mesopori.

Fathizadeh dan Abdolreza, (2011) melakukan penelitian mengenai sintesis nanozeolit NaX dari silika sintetis menggunakan metode hidrotermal dengan pengontrolan pada suhu 60°C selama 4 hari dan pengadukan tanpa templat organik dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,25. Diperoleh hasil bahwa rata-rata ukuran partikel hasil sintesis adalah 105 nm dari perhitungan XRD. Namun, dari hasil FESEM diperoleh ukuran kristal zeolit 40-150 nm. Sedangkan dari analisis *dynamic light scattering* (DLS) diperoleh ukuran 112 nm.

Ansari, dkk., (2014) melakukan sintesis nanozeolit Na-X dengan teknik pemanasan *microwave* pada suhu 90-130 °C selama 15-240 menit dan metode hidrotermal konvensional pada suhu 60 °C selama 4 hari, diperoleh hasil bahwa pada teknik pemanasan *microwave* suhu 90 °C selama 240 menit didapatkan nanozeolit Na-X dengan kristalinitas yang tertinggi yakni 96 % dengan ukuran kristal 44 nm. Sedangkan dari hasil analisis *dynamic light scattering* (DLS) diperoleh ukuran partikel 95 nm.

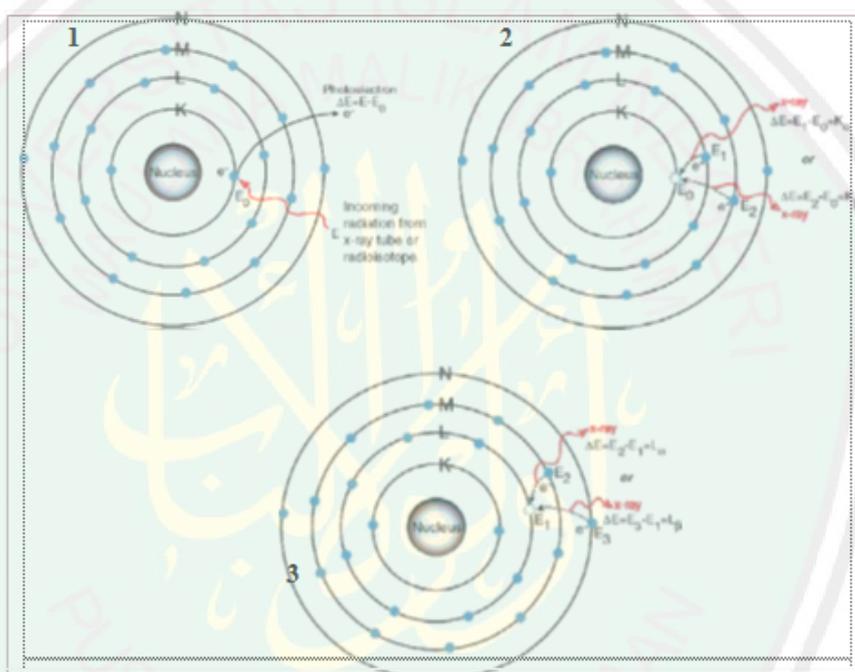
Aditama (2015) telah melakukan sintesis zeolit X dari abu vulkanik Gunung Kelud menggunakan variasi suhu hidrotermal 75, 90 dan 100 °C selama 4 jam. Hasil yang diperoleh zeolit X murni terbentuk pada suhu 100 °C selama 4 jam dengan rasio Si/Al = 2.

Nazila, dkk., (2011) telah melakukan sintesis nanozeolit LTA dari silika sintetis menggunakan suhu hidrotermal 98 °C selama 50 jam. Hasil yang didapatkan nanozeolit LTA dengan kemurnian tinggi. Ukuran yang didapatkan dari hasil SEM 60-170 nm.

2.6 Karakterisasi Sintesis Nano-Zeolit X

2.6.1 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).



Gambar 2.4 Prinsip kerja XRF (dimulai dari no 1 - 3) (Astini, 2008)

Bagian dari skema XRF ditunjukkan Gambar 2.4 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 sepektrum *x-ray* maka pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan *multiple peak* pada intensitas yang berbeda (Astini, 2008).

Ghasemi dan Habibollah, (2011) melakukan sintesis nanozeolit NaA dari abu sekam padi, dan dari hasil analisis XRF diperoleh kadar SiO_2 sebesar 95,913 % yang ditunjukkan pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Hasil analisa dengan XRF (Ghasemi dan Habibollah, 2011)

Komposisi	Abu Sekam Padi (%)	Bubuk Silika Hasil Ekstraksi (%)
Fe_2O_3	0,104	0,047
CaO	0,539	0,085
K_2O	0,103	0,121
SiO_2	95,913	87,988
Al_2O_3	0,192	0,477
MgO	0,24	0,077
Na_2O	-	0,566
P_2O_5	0,302	-
SO_3	0,044	-

Eng-Poh Ng, dkk., (2015) melakukan sintesis zeolit tipe EMT dari abu sekam padi dan diperoleh kadar SiO_2 sebesar 97,1 % yang ditunjukkan pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Hasil analisis dengan XRF (Eng-Poh Ng, dkk., 2015)

Komposisi	Kadar (%)
SiO_2	97,1
Al	-
Na	-
C	0,31
H	0,24
Fe	0,02

Rahman, dkk., (2009) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi sebagai sumber silika dan dari hasil analisis XRF diperoleh kadar SiO_2 sebesar 95,85 %. Pratomo, dkk., (2013) telah melakukan penelitian tentang ekstraksi silika dari abu sekam padi. Perlakuan dilakukan dengan pencucian menggunakan HCl dengan variasi konsentrasi yakni 1, 2, dan 3 M dan tanpa pencucian, dengan teknik pengadukan dan refluks. Kadar silika tertinggi diperoleh dengan pencucian menggunakan HCl 1 M teknik pengadukan yang ditunjukkan pada Tabel 2.5 berikut :

Tabel 2.5 Hasil analisis dengan XRF (Pratomo, dkk., 2013)

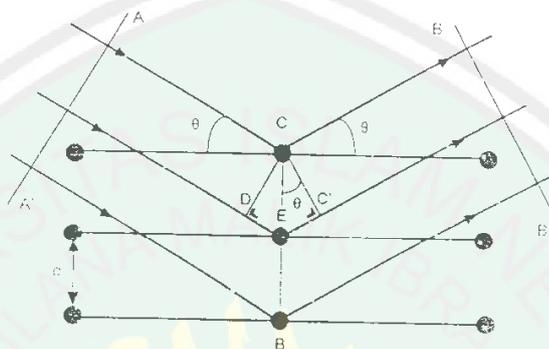
Parameter	Kandungan Kimia (%)								
	SiO_2	CaO	Fe_2O_3	K_2O	TiO_2	CrO	MnO	NiO	CuO
Sebelum	94,9	2,84	0,84	0,69	0,03	0,03	0,37	0,03	0,05
Sesudah	97,5	1,01	0,69	0,4	0,04	0,03	0,16	0,02	0,04

2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD)

XRD adalah metode karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui ciri utama kristal, seperti parameter kisi dan tipe struktur. Selain itu, juga dimanfaatkan untuk mengetahui rincian lain seperti susunan berbagai jenis atom dalam kristal, kehadiran cacat, orientasi, dan cacat kristal (Smallman, 2000). Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fase produk dan menghitung tingkat kristalinitas berdasarkan intensitas tertinggi. Fase padatan sintesis diidentifikasi dengan membandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari *collection of simulated XRD powder patterns for zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001; Cheng, dkk., 2005).

Prinsip kerja dari XRD adalah suatu kristal yang dikenai oleh sinar-X tersebut berupa material (sampel), sehingga intensitas sinar yang ditransmisikan

akan lebih rendah dari intensitas sinar datang. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling menghilangkan (interferensi destruktif) dan ada juga yang saling menguatkan (interferensi konstruktif). Interferensi konstruktif ini merupakan peristiwa difraksi seperti pada Gambar 2.5 (Grant dan Suryanayana, 1998).



Gambar 2.5 Difraksi sinar-X (Grant dan Suryanayana, 1998)

Berdasarkan Gambar 2.5 dapat dituliskan suatu persamaan yang disebut dengan hukum Bragg. Persamaan tersebut adalah (Taqiyah, 2012) :

$$\delta = n \lambda \quad (2.1)$$

$$\delta = DE + EC' \quad (2.2)$$

$$\delta = 2EC' \quad (2.3)$$

$$\delta = 2EC \sin \theta, \quad EC = d \quad (2.4)$$

$$\delta = 2 d \sin \theta \quad (2.5)$$

sehingga beda lintasannya

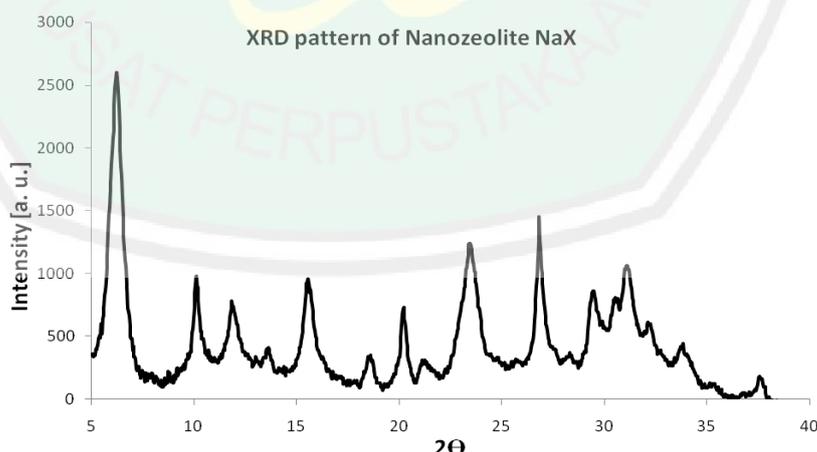
$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.6)$$

dengan λ merupakan panjang gelombang, d adalah jarak antar bidang, n adalah bilangan bulat (1,2,3, ...) yang menyatakan orde berkas yang dihambur, dan θ adalah sudut difraksi.

Suatu material jika dikenai sinar-X maka intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang, hal ini disebabkan

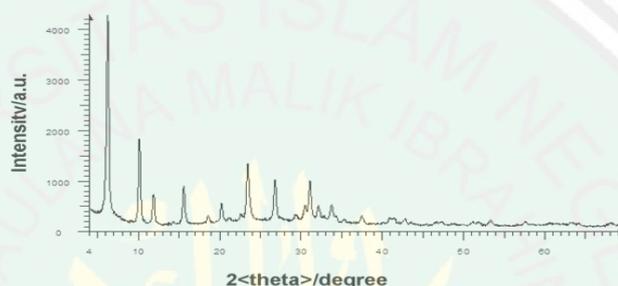
adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya yang sama. Berkas sinar-X yang menguatkan (interferensi konstruktif) dari gelombang yang terhambur merupakan peristiwa difraksi. Sinar-X yang mengenai bidang kristal akan terhambur ke segala arah, agar terjadi interferensi konstruktif antara sinar yang terhambur dan beda jarak lintasnya maka harus memenuhi pola $n\lambda$ (Taqiyah, 2012).

Ketika sampel diuji, teknik difraksi hanya memberikan tampilan data-data dari struktur. Perubahan panjang kerangka mempengaruhi posisi puncak difraktogram. Misalnya penggantian ikatan Al-O ($1,69 \text{ \AA}$) dengan ikatan yang lebih pendek Si-O ($1,61 \text{ \AA}$) menyebabkan unit-unit sel mengkerut. Hal ini akan menurunkan jarak d dan menggeser puncak difraksi ke arah 2θ yang lebih tinggi (Hamdan, 1992).



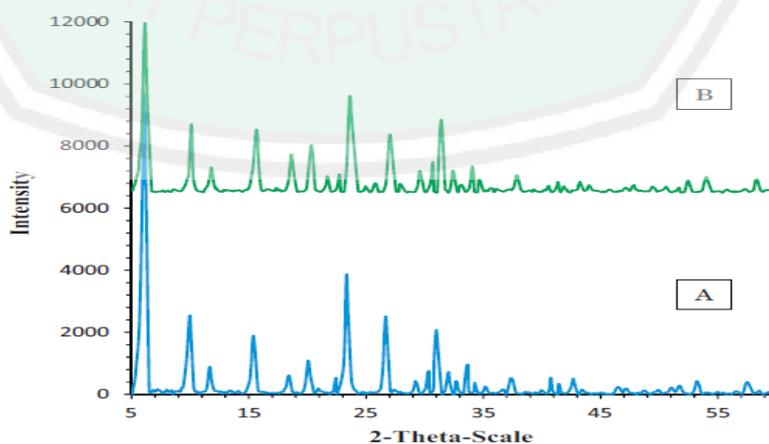
Gambar 2.6 Hasil karakterisasi nanozeolit NaX tanpa templat organik dari bahan sintetik dengan analisa XRD (Fathizadeh dan Abdolreza, 2011)

Berdasarkan Gambar 2.6 diperoleh hasil bahwa analisis XRD menunjukkan sintesis nanozeolit NaX dari bahan sintetis memiliki kristalinitas tinggi, kemurnian yang diperoleh sebesar 95 %, rata-rata ukuran partikel dari nanozeolit NaX adalah 105 nm dan rasio Si/Al 1,25 dengan suhu yang digunakan 60 °C selama 4 hari (Fathizadeh dan Abdolreza , 2011).



Gambar 2.7 Hasil karakterisasi nanozeolit NaX tanpa templat organik dari bahan alam dengan analisa XRD (Azizi dan Kavian, 2013)

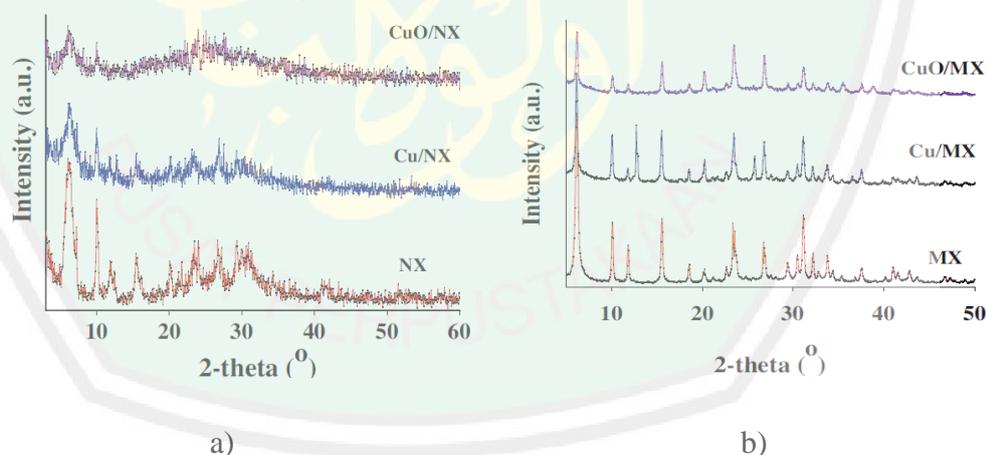
Berdasarkan Gambar 2.7 diperoleh hasil bahwa analisis XRD menunjukkan kristalinitas yang tinggi pada sintesis nanozeolit NaX tanpa templat organik dari bahan alam dengan metode hidrotermal pada suhu 50 °C selama 72 jam. Selain itu, diperoleh hasil nanozeolit NaX murni (Azizi dan Kavian, 2013).



Gambar 2.8 Hasil karakterisasi nanozeolit X menggunakan templat organik bahan sintetis dengan analisa XRD A) nanozeolit H-X dan B) nanozeolit Ba-X (Rasouli, dkk., 2013)

Berdasarkan Gambar 2.8 dapat diketahui bahwa hasil analisis menggunakan XRD sintesis nanozeolit X dari silika sintetik dengan menggunakan templat organik berupa *tetramethylammonium bromide* ((TMA)₂Br) di bawah kondisi hidrotermal pada suhu antara 70-160 °C selama 36-72 jam, memiliki kristalinitas yang hampir identik dengan standar zeolit X (Rasouli, dkk., 2013).

Maryam (2014) telah mensintesis zeolit dengan ukuran nanometer dan mikrometer. Hasil analisis menunjukkan bahwa pada zeolit dengan ukuran nanometer diperoleh difraktogram yang memiliki kristalinitas yang rendah dibandingkan dengan zeolit yang disintesis dengan ukuran mikrometer, sehingga dapat disimpulkan bahwa semakin kecil ukuran suatu kristal maka akan diperoleh difraktogram dengan kristalinitas yang rendah. Difraktogram dari hasil penelitian Maryam (2014) ditunjukkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2.9 Difraktogram hasil XRD a) zeolit ukuran nanometer dan b) zeolit ukuran mikrometer (Maryam, 2014)

2.6.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Spektroskopi inframerah atau *fourier transform infrared (FTIR)* adalah metode analisis yang digunakan untuk identifikasi jenis senyawa dengan berdasarkan spektra absorpsi sinar inframerahnya. Metode ini dapat menentukan

komposisi gugus fungsi dari senyawa sehingga dapat membantu memberikan informasi untuk penentuan struktur molekulnya. Sampel yang digunakan dapat berupa padatan, cairan ataupun gas. Analisa dengan metode ini didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang dihubungkan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi (Sibilia, 1996). FTIR banyak digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa bahan kimia organik maupun anorganik yang didasarkan pada vibrasi ikatan molekular dan tipe ikatan molekul (Hayati, 2007).

Karakterisasi zeolit hasil dengan spektrofotometer inframerah bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat dalam suatu senyawa. Seperti halnya dengan tipe penyerapan energi yang lain maka molekul akan tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi bila menyerap radiasi inframerah. Penyerapan radiasi inframerah merupakan proses kuantisasi dan hanya frekuensi (energi) tertentu dari radiasi inframerah yang akan diserap oleh molekul. Pada spektroskopi inframerah, inti-inti atom yang terikat secara kovalen akan mengalami getaran bila molekul menyerap radiasi inframerah dan energi yang diserap menyebabkan kenaikan pada amplitudo getaran atom-atom yang terikat. Panjang gelombang serapan oleh suatu tipe ikatan tertentu bergantung pada macam ikatan tersebut, oleh karena itu tipe ikatan yang berlainan akan menyerap radiasi inframerah pada panjang gelombang karakteristik yang berlainan. Akibatnya setiap molekul akan mempunyai spektrum inframerah yang karakteristik pada konsentrasi ukur tertentu, yang dapat dibedakan dari spektrum lainnya melalui posisi dan intensitas pita serapan, sehingga dapat digunakan untuk penjelasan struktur, identifikasi dan analisis kuantitatif (Sastrohamidjojo, 1992).

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

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

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

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

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

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

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

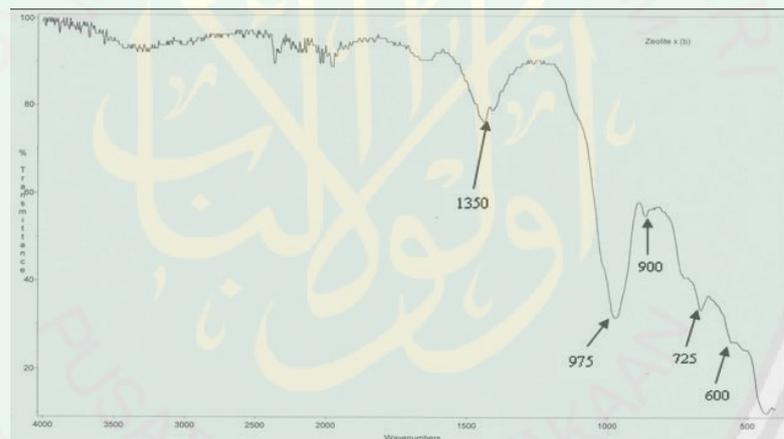
4. Tipe tekukan Si-O atau Al-O ($500-420\text{ cm}^{-1}$)

Daerah ini tidak sensitif terhadap komposisi Si-Al

5. Pembukaan pori

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

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



Gambar 2.10 Spektra FTIR zeolit X (Kiti, 2012)

Gambar 2.10 merupakan gambar spektrum IR zeolit X yang menunjukkan adanya serapan IR yang kuat di daerah spektra bawah 1200 cm^{-1} . Puncak yang kuat diamati pada daerah 480 cm^{-1} yang bergeser ke 600 cm^{-1} . Puncak lainnya yang dapat diamati di daerah 975 dan 1600 cm^{-1} . Hal ini seperti yang disajikan oleh Kwakye (2008) dalam Tabel 2.2, dimana T merupakan Si atau Al:

Tabel 2.6 Ketentuan IR untuk zeolit

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

Sumber: Flanigen, dkk. (1991)

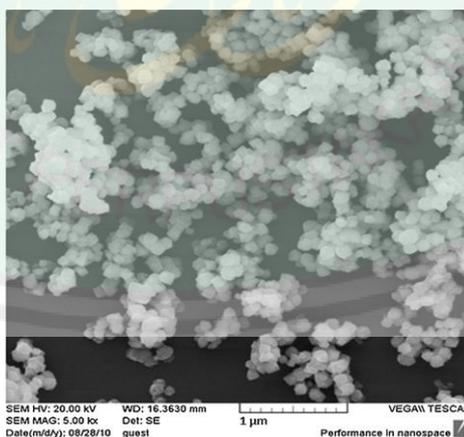
2.6.4 Scanning Electron Microscope (SEM)

SEM merupakan suatu mikroskop elektron yang mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. Gambar yang dihasilkan oleh SEM memiliki karakteristik penampilan tiga dimensi, dan dapat digunakan untuk menentukan struktur permukaan dari sampel. Hasil gambar dari SEM hanya ditampilkan dalam warna hitam putih (Aplesiasfika, 2007). Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat (Whyman, 1996). SEM menerapkan prinsip difraksi elektron, dimana pengukurannya sama seperti mikroskop optik. Prinsipnya adalah elektron yang ditembakkan akan dibelokkan oleh lensa elektromagnetik dalam SEM (Aplesiasfika, 2007).

Proses pemindaian (*scanning process*) SEM secara singkat dapat dijelaskan sebagai berikut. Sinar elektron, yang biasanya memiliki energi berkisar dari beberapa ribu eV hingga 50 kV, difokuskan oleh satu atau dua lensa kondenser menjadi sebuah sinar dengan *spot focal* yang sangat baik berukuran 1 nm hingga 5 nm. Sinar tersebut melewati beberapa pasang gulungan pemindai (*scanning coils*) di dalam lensa obyektif, yang akan membelokkan sinar itu di atas area berbentuk persegi dari permukaan sampel. Selagi elektron-elektron primer mengenai permukaan, mereka dipancarkan secara tidak elastis oleh atom-atom di

dalam sampel. Melalui kejadian penghamburan ini, sinar elektron primer menyebar secara efektif dan mengisi volume berbentuk air mata, yang dikenal sebagai volume interaksi, memanjang dari kurang dari 100 nm hingga sekitar 5 μm ke permukaan. Interaksi di dalam wilayah ini mengakibatkan terjadinya emisi elektron sekunder, yang kemudian dideteksi untuk menghasilkan sebuah gambar. Elektron-elektron sekunder akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal gambar. Kekuatan cahaya tergantung pada jumlah elektron-elektron sekunder yang mencapai detektor (Aplesiasfika, 2007).

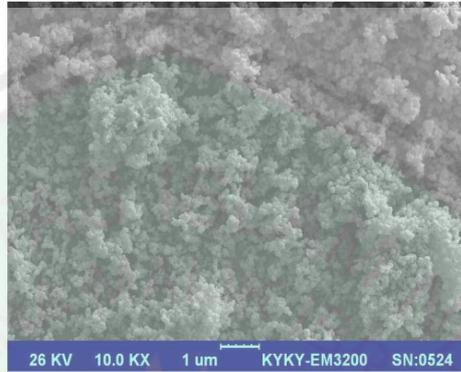
Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Rasouli, dkk., (2013) berhasil mensintesis nanozeolit X dari silika sintetis dengan menggunakan templat organik berupa *tetramethylammonium bromide* ((TMA)₂Br) dibawah kondisi hidrotermal pada suhu antara 70-160 °C selama 36-72 jam, kemudian dianalisis menggunakan SEM dan diperoleh rata-rata ukuran kristal 100 nm. Hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 2.11 berikut :



Gambar 2.11 Hasil karakterisasi nanozeolit X menggunakan templat organik dari bahan sintetis dengan analisa SEM (Rasouli, dkk., 2013)

Berdasarkan penelitian Azizi dan Kavian, (2013) berhasil mensintesis nanozeolit NaX tanpa menggunakan templat organik dari bahan alam dengan

metode hidrotermal pada suhu 50 °C selama 72 jam. Hasil analisis menggunakan SEM menunjukkan ukuran nanozeolit NaX hasil sintesis rata-rata sebesar 23-34 nm (Azizi dan Kavian, 2013).



Gambar 2.12 Hasil karakterisasi nanozeolit X tanpa templat organik dari bahan alam dengan analisa SEM (Azizi dan Kavian, 2013)

2.7 Pemanfaatan Sumber Daya Alam dalam Prespektif Islam

Al Qur'an banyak menyebutkan tentang tanaman yang baik yang memiliki banyak manfaat. Sebagaimana firman Allah pada surat Al-Luqman (31) :10 yang berbunyi :

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

Artinya : 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.

Ayat di atas menunjukkan bahwa Allah menciptakan tumbuh-tumbuhan di muka bumi ini untuk manusia memiliki berbagai manfaat. Menurut Qarni (2007) menafsirkan bahwa Allah SWT menciptakan langit dan meninggikan dari bumi tanpa tiang, seperti yang dilihat oleh manusia, lalu menciptakan gunung-gunung

agar bumi seimbang tidak mudah terguncang. Allah SWT menurunkan air hujan dari awan yang rasanya tawar untuk menyuburkan tanah. ash-Shiddieqy (2000) menafsirkan bahwa dari tanah yang subur itulah tumbuh beraneka tumbuhan yang memiliki banyak manfaat.

Manusia sebagai salah satu makhluk Allah yang paling sempurna dan telah diciptakan sebagai makhluk yang memiliki kedudukan serta martabat yang mulia di dunia. Allah memberikan akal kepada manusia agar manusia selalu berfikir tentang segala sesuatu yang telah diciptakan-Nya. Hal ini dikarenakan Allah menciptakan alam semesta ini tidak ada yang sia-sia. Hal ini di jelaskan dalam surat Al-Anbiya ayat 16 :

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا لَعِبِينَ ﴿١٦﴾

Artinya : *“Dan tidaklah Kami ciptakan Iangit dan bumi dan segala yang ada di antara keduanya dengan bermain-main”* (QS.Al-Anbiya’ : 16).

Dalam ayat ini dijelaskan bahwa Allah menciptakan langit dan bumi serta semua yang terdapat di antaranya, tidaklah untuk maksud yang percuma atau main-main, melainkan dengan tujuan yang benar sesuai dengan hikmah dan sifat-sifat-Nya yang sempurna.

Apabila manusia merenungi atau memikirkan apa-apa yang di bumi ini, baik yang terdapat di permukaannya, maupun yang tersimpan dalam perut bumi itu, niscaya ia akan menemukan banyak keajaiban yang menunjukkan kekuasaan Allah. Seperti halnya tanaman padi, padi merupakan salah satu hasil bumi yang memiliki kontribusi yang paling besar bagi kehidupan manusia. Karena padi merupakan penghasil beras yang termasuk salah satu jenis bahan makanan pokok yang dikonsumsi oleh manusia terutama di Indonesia.

Padi sebagai salah satu sumber bahan pokok yang dikonsumsi oleh manusia akan memberikan dampak bagi lingkungan yakni limbah yang dihasilkan oleh padi semakin meningkat. Dalam hal ini adalah limbah sekam padi. Sekam padi merupakan salah satu jenis limbah dari padi yang banyak dimanfaatkan oleh banyak orang terutama mereka yang tinggal di daerah pedesaan dan juga dekat dengan daerah lumbung padi sebagai keperluan hidup sehari-hari. Oleh karena itu kita sebagai salah satu makhluk Allah yang paling sempurna, ditakdirkan untuk tinggal di bumi yang indah dan penuh dengan nikmat serta diwajibkan untuk beribadah kepada-Nya. Selain itu manusia juga sebagai khalifah (penguasa di muka bumi) memiliki kewajiban untuk mengolah, mengelola, merawat dan menjaga kehidupan di muka bumi. Hal ini dijelaskan dalam surat Al-An'am ayat 165 :

وَهُوَ الَّذِي جَعَلَكُمْ خَلَائِفَ الْأَرْضِ وَرَفَعَ بَعْضَكُمْ فَوْقَ بَعْضٍ دَرَجَاتٍ لِّيَبْلُوكُمْ فِي مَاءِ آتَانِكُمْ إِنَّ رَبَّكَ سَرِيعُ الْعِقَابِ وَإِنَّهُ لَغَفُورٌ رَّحِيمٌ ﴿١٦٥﴾

Artinya : *“dan Dia lah yang menjadikan kamu penguasa-penguasa di bumi dan Dia meninggikan sebahagian kamu atas sebahagian (yang lain) beberapa derajat, untuk mengujimu tentang apa yang diberikan-Nya kepadamu. Sesungguhnya Tuhanmu Amat cepat siksaan-Nya dan Sesungguhnya Dia Maha Pengampun lagi Maha Penyayang “ (QS.Al-An'am : 165).*

Manusia Sebagai khalifah di bumi mengemban amanat besar Tuhan mempunyai dua fungsi dan tugas utama yaitu: melaksanakan pengabdian kepada Tuhan yang telah memberikan kedudukan dan kehormatan sebagai khalifah dan pengemban amanatnya di muka bumi. Pangabdian disini mengandung pengertian yang luas yaitu tunduk dan patuh melaksanakan segala peraturan dan ketentuan-Nya (perintah dan larangan) yang telah ditetapkan. Fungsi dan tugas manusia yang kedua adalah mengolah, mengelola dan memanfaatkan sumber kekayaan

alam untuk mewujudkan kemaslahatan umat manusia dan makhluk-makhluk lainnya (Gani, dkk.,1986).

Selain itu dijelaskan dalam Kitab Tafsir Jalalain tentang surat al an'am 165 yang menyatakan bahwa Dialah yang menjadikan kamu penguasa-penguasa di bumi, kata penguasa ini jamak dari kata khalifah; yakni sebagian di antara kamu mengganti sebagian lainnya di dalam masalah kekhilafahan ini (dan Dia meninggikan sebagian kamu atas sebagian yang lain beberapa derajat) dengan harta benda, kedudukan dan lain sebagainya (untuk mengujimu) untuk mencobamu (tentang apa yang diberikan kepadamu) artinya Dia memberi kamu agar jelas siapakah di antara kamu yang taat dan siapakah yang maksiat. Sesungguhnya Tuhanmu itu adalah amat cepat siksaan-Nya terhadap orang-orang yang berbuat maksiat kepada-Nya dan sesungguhnya Dia Maha Pengampun terhadap orang-orang mukmin serta lagi Maha Penyayang terhadap mereka (Syaf, dkk., 1990).

Ibnu zaid menjelaskan dalam kitab tafsir Ibnu Katsir tentang surat Al An'am 165. Ayat tersebut menerangkan adanya manusia yang menjadikan dan meramaikan bumi melalui generasi demi generasi sampai kiamat tiba. Dengan adanya banyak manusia itu dibeda-bedakan di antara kalian dalam hal rezeki, akhlak, kebaikan, kejahatan, penampilan, bentuk, dan warna. Hanya dialah yang mengetahui hikmah di balik semua. Manusia yang sudah mendapatkan rezeki masing masing akan mengalami proses ujian dari Tuhan. Rezeki itu menguji kalian dalam nikmat yang telah dikaruniakan-Nya kepada kalian. Orang kaya diuji dalam kekayaannya yang menuntutnya harus mensyukuri nikmat itu, dan orang yang miskin diuji dalam kemiskinannya yang menuntutnya untuk bersikap sabar.

Yakni Maha Pengampun lagi Maha Penyayang kepada orang yang taat kepadaNya dan mengikuti rasul-rasul-Nya dalam mengamalkan apa yang mereka sampaikan, baik berupa berita maupun perintah. Menurut Muhammad ibnu Ishaq, makna yang dimaksud ialah Allah Swt. Benar-benar mengasihi hamba-Nya, sekalipun mereka berlumuran dengan dosa (Bakar, 2000).



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret 2016 – Juni 2016 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, pengaduk magnet, spatula, *hot plate*, corong *buchner*, cawan perselen, *stopwatch*, oven merk *Thermo Scientific*, neraca analitik, tanur listrik (*Fischer Scientific*), botol akuades, botol hidrotermal tipe plastik, pH universal, *X-Ray Fluorescence* (XRF) PANalytical tipe minimal 4, *X-Ray Diffraction* (XRD) Philip tipe X'pert MPD, *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR, Shimadzu 8400), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) merk FEI type Inspect S50 dan desikator.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi dari Kecamatan Magaluh Jombang sebagai sumber silika (SiO_2), akuades, natrium hidroksida (99 %, *Merck*), Al_2O_3 (99 %, *Sigma Alderich*), TMAOH (*tetramethylammonium hydroxide*) (*Sigma Alderich*, 25 %), HCl (37%, *Merck*), indikator universal, aluminum foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah untuk mengetahui pengaruh suhu hidrotermal terhadap sintesis zeolit dari abu sekam padi yang menghasilkan nanozeolit X. Sintesis nanozeolit X ini menggunakan 0,7 TMAOH : 0,003 Na₂O : x Al₂O₃: 2,16 SiO₂ : 125 H₂O dan dikristalisasi pada suhu 70, 85, dan 100°C selama 48 jam (Rasouli, dkk., 2013).

Hasil sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi di karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kristalinitas, ukuran partikel, serta keberhasilan sintesis. *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dari nanozeolit X hasil sintesis dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan dari nanozeolit X hasil sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel dari sekam padi dan karakterisasi abu sekam padi dengan XRF (*X-Ray Fluoresence*)
2. Ekstraksi silika dari abu sekam padi dan karakterisasi silika dengan XRF (*X-Ray Fluoresence*)
3. Sintesis nanozeolit X dengan templat organik
4. Karakterisasi
 - a. XRD (*X-Ray Diffraction*)
 - b. FTIR (*Fourier Transform Infra Red*)
 - c. *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

- d. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

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

Sekam padi direndam menggunakan aquades berulang-ulang hingga air rendaman jernih untuk menghilangkan pengotornya berupa kerikil, rumput-rumputan, dan pengotor lainnya. Selanjutnya, sekam padi diambil menggunakan saringan dan dibilas dengan aquades untuk memaksimalkan hilangnya pengotor. Kemudian, dikeringkan di bawah sinar matahari sampai kering untuk menghilangkan kadar airnya. Sekam padi yang kering dihaluskan dengan blender untuk memudahkan proses peleburan sekam padi. Kemudian ditimbang sekam padi sebanyak 50 gram lalu ditanur dengan suhu 700 °C selama 6 jam untuk diperoleh abu sekam padi. Setelah itu, ditimbang abu sekam padi yang diperoleh. Selanjutnya, abu sekam padi diayak dengan ayakan 100 mesh. Kemudian dilakukan karakterisasi abu sekam padi menggunakan *X-Ray Fluoresence* (XRF) untuk mengetahui persentase awal mineral silika dalam abu sekam padi. Selanjutnya, abu sekam padi ditimbang sebanyak 5 gram dan dicuci dengan 30 mL HCl 1 M selama 2 jam dengan cara diaduk dengan *magnetik stirer* untuk menghilangkan pengotor logam oksida. Campuran disaring dengan kertas saring sampai diperoleh endapan abu sekam padi dan filtrat dibuang. Endapan dicuci dengan aquades dan dicek pH filtrat menggunakan pH universal sampai diperoleh pH netral (pH=7) . Setelah itu, abu sekam padi dikeringkan pada suhu 100 °C selama 1 jam menggunakan loyang dalam oven untuk menguapkan kandungan air. Hasil yang diperoleh selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray*

Fluorescence (XRF) untuk mengetahui kadar Silika pada abu sekam padi setelah pencucian dengan HCl 1 M.

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

Abu sekam padi yang sudah dikeringkan ditimbang sebanyak 50 gram lalu ditambahkan dengan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (b/v) dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam pada suhu 80 °C. Dipisahkan endapan dengan filtrat melalui penyaringan. Filtrat dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 10 menit yang kemudian ditambahkan 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. Hal ini dilakukan dengan menambahkan AgNO₃ pada filtrat hingga tidak terdapat endapan kembali. Endapan Silika dikeringkan dengan suhu 100 °C selama 2 jam. Kemudian ekstrak silika kering dikarakterisasi menggunakan XRF untuk menghitung persentase dan kemurnian Si.

3.5.3 Sintesis Nanozeolit X (Rasouli, dkk., 2013)

Bahan dengan komposisi molar yaitu 0,7 TMAOH : 0,003 Na₂O : x Al₂O₃: 2,16 SiO₂ : 125 H₂O. Prekursor awal dibuat dengan mencampurkan NaOH 99 %, aquabides, Al₂O₃ 99 %, TMAOH 25 % dan SiO₂ 94,7 % dengan komposisi masing-masing bahan sesuai pada Tabel 3.1.

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis

No.	Komposisi bahan sintesis
1	0,0097 gram NaOH 99 %
2	74,181 mL aquabides
3	5,934 gram Al ₂ O ₃ 99 %
4	20,116 mL TMAOH 25 %
5	5,482 gram SiO ₂ 94,7 %

Selanjutnya semua campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu ruang hingga larutan homogen. Kemudian larutan dipindahkan ke dalam botol *polypropilen* plastik tertutup dan dieramkan selama 72 jam pada suhu ruang untuk pembentukan inti kristal nanozeolit. Selanjutnya, dikristalisasi dalam oven selama 48 jam pada suhu 70, 85 dan 100 °C untuk menumbuhkan kristal nanozeolit. Hasil campuran disaring dan endapan dicuci dengan aquades sampai diperoleh pH filtrat mencapai 9. Kemudian filtrat dibuang dan endapan yang diperoleh dipindahkan ke cawan penguap. Dikeringkan endapan pada suhu 120 °C selama 1 jam dalam oven untuk menguapkan air. Kemudian dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk mendekomposisi templat organik (TMAOH). Hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas, ukuran partikel serta keberhasilan sintesis, FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dari nanozeolit X hasil sintesis dan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dari nanozeolit X hasil sintesis.

3.5.4 Karakterisasi

3.5.4.1 Analisis Prosentase Unsur dengan *X-Ray Fluoresence* (XRF)

Karakterisasi XRF abu sekam padi dilakukan sebelum dan sesudah dipreparasi dengan cara sebagai berikut: sampel yang akan dikarakterisasi diletakkan dalam *sample holder*, kemudian disinari dengan sinar-X. Setelah itu akan diperoleh data berupa persentase unsur yang terkandung pada sampel yang diuji.

3.5.4.2 *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada nanozeolit X hasil sintesis variasi suhu hidrotermal 70, 85, dan 100°C. Mula-mula cuplikan dihaluskan

hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α pada λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2θ sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik. Hasil difraktogram yang diperoleh akan dibandingkan dengan difraktogram standar dari referensi yang diambil dari JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) dalam bentuk *Powder Diffraction File* (Treacy dan Higgins, 2001).

3.5.4.3 Analisis Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap nanozeolit X hasil sintesis variasi suhu hidrotermal 70, 85 dan 100 °C. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortal dari batu *agate* dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan FTIR. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi pada zeolit X hasil sintesis.

3.5.4.4 Scanning Electron Microscope (SEM)

Sampel nanozeolit X hasil sintesis variasi suhu hidrotermal 70, 85, dan 100 °C dilakukan karakterisasi dengan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dari suatu sampel padat. Sampel ditempatkan pada mesin pelapis emas dan ditempatkan pada instrumen SEM. Diamati mikrografnyanya mulai perbesaran 2500 – 50000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.5 Analisis Data

Nanozeolit X hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 70, 85 dan 100 °C dilakukan perbandingan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap karakter yang dihasilkan.

3.5.5.1 Analisis Kemurnian

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X, maka kemurnian nanozeolit X dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas nanozeolit X dengan intensitas total sesuai persamaan 3.1.

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

3.5.5.2 Analisis Ukuran Kristal

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

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

keterangan :

- D : Ukuran kristal (nm)
- K : Konstanta (0,9)
- λ : Panjang gelombang radiasi (nm)
- β : FWHM (*full width at half max*) $\times \pi$ /Integrasi luas puncak refleksi (radian)
- θ : Sudut peristiwa sinar-X

BAB IV

PEMBAHASAN

Bab ini akan membahas tentang sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi menggunakan variasi suhu hidrotermal. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui bagaimana hasil karakter dari sintesis nanozeolit X dengan variasi suhu hidrotermal menggunakan metode sol-gel. Hasil dari sintesis nanozeolit X akan dilakukan karakterisasi menggunakan instrumentasi XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui tingkat keberhasilan sintesis nanozeolit X, kristalinitas dan kemurnian nanozeolit X, analisis gugus fungsi dari nanozeolit X hasil sintesis menggunakan instrumentasi FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan analisis morfologi permukaan menggunakan instrumentasi SEM (*Scanning Electron Microscope*).

4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Sampel sekam padi yang digunakan sebagai sumber silika (SiO_2) diperoleh dari Kecamatan Megaluh Jombang Jawa Timur. Preparasi sekam padi diawali dengan melakukan pencucian menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor berupa tanah, kerikil, rumput-rumputan dan pengotor lainnya. Selanjutnya dikeringkan di bawah sinar matahari untuk menghilangkan kadar air. Sekam padi kering diblender untuk memperkecil ukuran sehingga mempermudah proses pengabuan. Sekam padi halus ditanur pada suhu $700\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam untuk memperoleh abu sekam padi. Kemudian diayak abu sekam padi dengan ayakan 100 mesh untuk menyeragamkan ukuran partikel. Hasil pengayakan dikarakterisasi menggunakan instrumentasi XRF (*X-Ray Fluoresence*) untuk mengetahui komposisi unsur yang terkandung pada abu sekam padi.

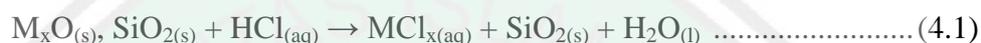
Proses selanjutnya dilakukan preparasi abu sekam padi dengan cara pencucian menggunakan HCl 1 M. Pencucian dilakukan untuk menghilangkan oksida-oksida logam selain SiO₂ yang terkandung dalam abu sekam padi seperti MgO, K₂O dan Ca₂O (Kalapathy, dkk., 2000). Campuran disaring dengan kertas saring dan diperoleh endapan abu sekam padi. Endapan abu sekam padi dicuci dengan akuades sampai diperoleh filtrat dengan pH netral untuk menghilangkan sisa HCl, mineral dan kation-kation terlarut yang ada pada padatan. Abu sekam padi dikeringkan pada suhu 100 °C untuk menghilangkan kadar air. Komposisi senyawa dalam abu sekam padi sebelum dan setelah dilakukan pencucian dengan HCl 1 M ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Komposisi abu sekam padi sebelum dan setelah pencucian dengan HCl 1 M

Senyawa	Konsentrasi (%)	
	Sebelum pencucian HCl 1 M	Setelah pencucian HCl 1 M
Si	79,2	89,0
K	12,9	5,21
Ca	3,87	2,48
Ti	-	0,091
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
Eu	0,08	0,07
Yb	0,05	0,0
Re	0,2	0,2

Berdasarkan Tabel 4.1 prosentase Si yang terkandung dalam abu sekam padi sebelum dilakukan pencucian dengan HCl sebesar 79,2 %. Setelah dilakukan pencucian menggunakan HCl meningkat menjadi 89,0 %. Hal ini dikarenakan berkurangnya kadar beberapa logam tertentu yang tidak dibutuhkan larut dalam HCl, sehingga dapat meningkatkan prosentase kandungan Si dalam abu sekam padi. Oleh karena itu, silika dalam abu sekam padi dapat digunakan sebagai bahan dalam pembuatan zeolit.

Penggunaan HCl dalam proses pemurnian dikarenakan sifat kimia SiO_2 yang tidak larut atau relatif tidak reaktif terhadap Cl_2 , H_2 , sebagian besar logam dan semua asam kecuali HF, sehingga tidak mengurangi rendemen SiO_2 yang terbentuk (Cotton, 1989; Trivana, dkk., 2015). Selama proses pencucian menggunakan HCl terjadi tahapan reaksi kimia yang ditunjukkan pada Persamaan 4.1 (Mardiana, dkk., 2013).

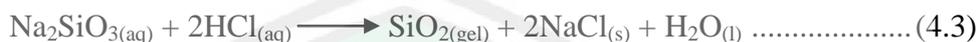


4.2 Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi

Abu sekam padi yang telah dipreparasi kemudian dilakukan ekstraksi untuk mendapatkan produk silika dengan prosentase yang lebih tinggi. Ekstraksi dilakukan dengan cara abu sekam padi kering hasil preparasi ditambahkan larutan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (b/v). Hal ini dilakukan karena larutan NaOH mampu melarutkan silika yang ada dalam abu sekam padi, karena kelarutan silika dalam basa sangat besar. Selain silika, alumina (Al_2O_3) juga larut dalam basa (Vogel, 1990).

Campuran tersebut disaring untuk memisahkan filtrat dengan endapannya. Filtrat yang diperoleh berupa larutan hasil reaksi antara silika dengan NaOH yang memiliki warna kuning keemasan sebagai akibat masih adanya pengaruh HCl pada saat preparasi awal abu sekam padi (Soeswanto, 2011). Larutan natrium silikat yang berwarna kuning keemasan dipanaskan pada suhu $100\text{ }^\circ\text{C}$ selama 10 menit. Kemudian larutan dalam kondisi panas tersebut ditambahkan HCl 3 M. Penambahan HCl dilakukan karena kelarutan silika menjadi sangat kecil pada pH asam. Selain itu penambahan asam dilakukan pada saat kondisi larutan panas

karena silika akan terbentuk dan mengendap pada kondisi tersebut. Tahapan reaksi kimia yang terjadi selama proses ekstraksi sebagai berikut (Zaemi, dkk., 2013) :



Endapan silika yang terbentuk kemudian disaring dan endapan dicuci menggunakan aquades untuk menetralkan silika dengan menghilangkan pengotor berupa senyawa garam NaCl. Proses penghilangan senyawa garam NaCl dilakukan dengan penambahan larutan AgNO₃ pada filtrat saat pencucian hingga tidak terdapat endapan putih kembali. Endapan silika yang terbentuk kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C sampai kering dan dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui prosentase kandungan Si dalam abu sekam padi. Adapun komposisi senyawa dalam abu sekam padi setelah dilakukan proses ekstraksi ditunjukkan pada Tabel 4.2.

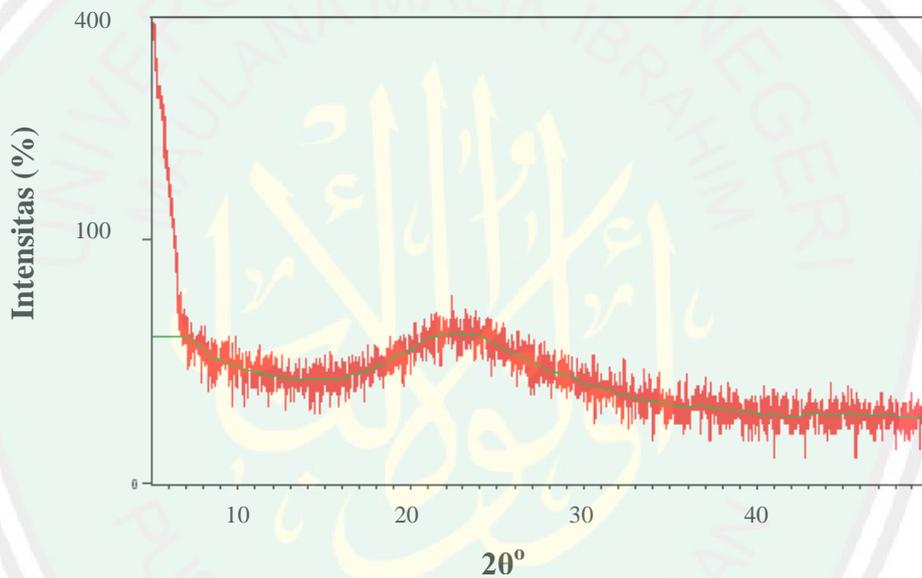
Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui bahwa terjadi peningkatan prosentase dari unsur Si yaitu dari 89,0 % menjadi 94,7 %. Hal ini dikarenakan dengan adanya proses ekstraksi oleh larutan basa sehingga menyebabkan beberapa senyawa larut di dalamnya.

Tabel 4.2 Komposisi abu sekam padi setelah ekstraksi

Senyawa	Konsentrasi (%)
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

Selain dikarakterisasi menggunakan XRF, abu sekam padi hasil ekstraksi juga dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui tingkat kristalinitasnya pada sudut $2\theta = 5-50^\circ$. Hasil difraktogram abu sekam padi ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram silika dari abu sekam padi

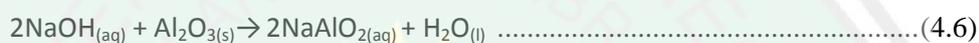
Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa pola difraksi yang dihasilkan terdapat gundukan pada 2θ 20-25° dengan intensitas yang dimilikinya sangat rendah sehingga tidak terlihat jelas puncaknya. Hal ini menunjukkan bahwa silika dalam abu sekam padi memiliki sifat amorf. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi silika amorf lebih reaktif daripada silika kristalin karena adanya gugus hidroksil (silanol) (Kirk dan Othmer, 1984). Oleh karena itu, silika abu sekam padi dapat dijadikan sumber silika dalam sintesis nanozeolit X.

4.3 Sintesis Nanozeolit X

Silika dari abu sekam padi hasil ekstraksi kemudian dilakukan proses sintesis nanozeolit X. Silika ini merupakan bahan utama dalam proses sintesis nanozeolit X. Proses sintesis dalam penelitian ini menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan metode pembuatan material anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, proses ini terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2011).

Sintesis nanozeolit ini dibuat dengan cara variasi suhu hidrotermal 70, 85 dan 100 °C dengan penambahan templat organik berupa TMAOH. Rasio Si/Al yang digunakan sebesar 1,5 dengan komposisi molar 0,7 TMAOH: 0,003 Na₂O : x Al₂O₃: 2,16 SiO₂: 125 H₂O. Selanjutnya sintesis dilakukan dengan cara melarutkan semua bahan sintesis dengan penambahan larutan TMAOH yang merupakan molekul organik yang bertindak sebagai agen yang mengarahkan struktur kristal zeolit. Penggunaan NaOH dalam sintesis zeolit bertindak sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk natrium silikat dan natrium aluminat yang larut dalam air, yang selanjutnya berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal (Sholichah, dkk., 2013). Selanjutnya semua bahan diaduk menggunakan *stirrer* selama 1 jam sampai larutan homogen. Molekul organik (TMAOH) merupakan kation surfaktan yang difungsikan seperti kation untuk menetralkan kerangka yang anionik [SiO₄]⁴⁻ atau [AlO₄]⁵⁻ (Mazak, 2006). Ketika larutan alumina dan larutan silika dicampur dengan TMAOH, maka akan membentuk suatu misel-misel. Gugus-gugus hidrofobik akan berkumpul dan kepala hidrofilik templat akan saling menjauhi gugus hidrofobiknya sehingga terbentuk suatu lingkaran silinder (Warsito, dkk., 2008).

Proses awal pembentukan zeolit terjadi secara kontinyu dengan disertai reaksi kondensasi dan diikuti oleh polimerisasi membentuk ikatan Si-O-Al. Secara spontan molekul organik dengan molekul anorganik akan membentuk suatu struktur, kemudian dilanjutkan dengan pemadatan struktur dengan perlakuan pemanasan (Zhao, 1996). Berikut merupakan reaksi yang terjadi (Zhely dan Widiastuti, 2012):



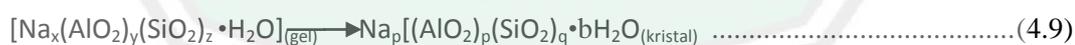
Proses sintesis nanozeolit X ini dilakukan dalam keadaan basa, hal ini dikarenakan dalam larutan campuran terjadi polimerisasi ion-ion pembentuk zeolit. Pada $\text{pH} > 6$ akan terbentuk anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ atau AlO_2^- yang merupakan anion pembentuk zeolit yang berasal dari alumina. Sistem sintesis zeolit dapat dilakukan di beberapa pH diantaranya pada $\text{pH} > 12$ yang akan membentuk $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan ion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yang merupakan ion utama dalam pembentukan kerangka zeolit (Hamdan, 1992). Hasil penelitian menunjukkan bahwa larutan campuran menghasilkan pH 13, sehingga diharapkan reaksi pembentukan zeolit dapat berjalan secara optimum.

Langkah selanjutnya seluruh campuran bahan dilakukan proses pemeraman (*ageing*) yang merupakan proses awal dari pembentukan inti kristal (Warsito, dkk., 2008). Proses pemeraman ini dilakukan selama 72 jam. Pemeraman merupakan suatu proses dimana gel yang telah disiapkan pada suhu kamar selama beberapa waktu, pembentukan gel ini menunjukkan adanya

interaksi antara silikat dan aluminat dimana terjadi perubahan fase sol menjadi fase gel dan terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang kaku, kuat dan menyusut dalam larutan (Widiawati, 2005). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Ojha, dkk., 2004):



Selanjutnya hasil dari pemeraman dilakukan proses hidrotermal pada variasi suhu 70, 85 dan 100 °C selama 48 jam. Proses hidrotermal ini bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal zeolit. Tahap pembentukan kristal ini, gel amorf akan mengalami penataan ulang struktur membentuk susunan yang lebih teratur, hal ini dikarenakan adanya suatu proses pemanasan sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa, dan larutan lewat jenuh pada keadaan metastabil. Jika gel amorf sisa larut kembali, maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti tersebut sampai gel amorf sisa habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil (Warsito, dkk., 2008). Berikut merupakan reaksi yang terjadi pada proses hidrotermal (Zhely dan Widiastuti, 2012):



Hasil dari proses hidrotermal kemudian dilakukan pencucian menggunakan aquades untuk menghilangkan material selain zeolit yang mungkin ada pada saat pembentukan zeolit sampai pH 9. Tahap selanjutnya yaitu pengeringan pada suhu 120 °C yang bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori zeolit. Tahap terakhir dilakukan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk mendekomposisi TMAOH yang tertinggal pada pori

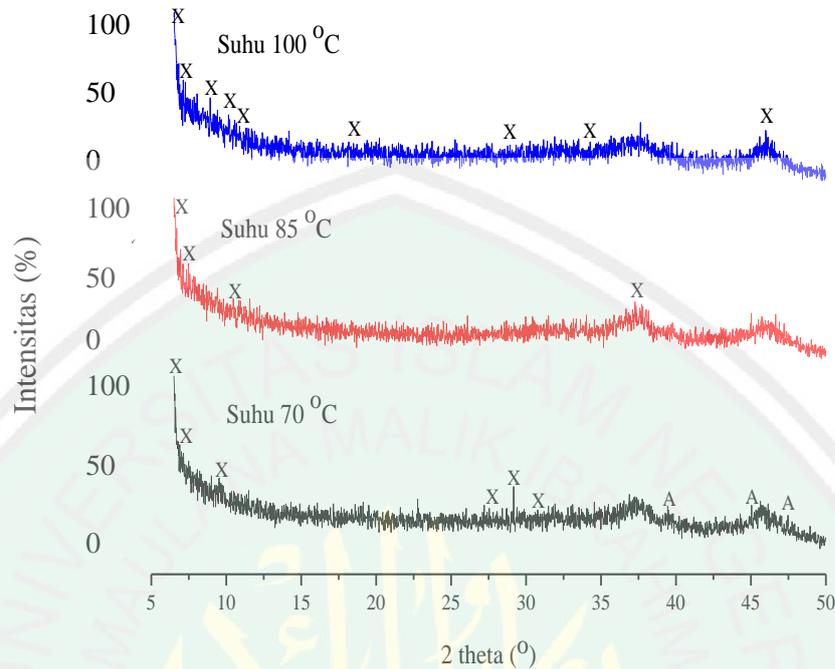
material sehingga diperoleh pori terbuka dan hasil akhir dari sintesis berupa padatan berwarna putih.

4.4 Karakterisasi Nanozeolit Hasil Sintesis

4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi nanozeolit X dengan variasi suhu hidrotermal 70, 85 dan 100 °C dilakukan dengan menggunakan instrumentasi *X-ray Diffraction* (XRD) yang bertujuan untuk menentukan tingkat kristalinitas dan kemurnian dari nanozeolit X hasil sintesis. Tingkat kemurniannya dapat dibandingkan dengan puncak-puncak khas dari zeolit X (standart difraktogram zeolit X) yang berdasarkan pola difraktogram Treacy dan Higgins (2001). Analisis XRD dilakukan pada radiasi $\text{CuK}\alpha$ dengan 2θ 5-50°. Hasil XRD dari sintesis nanozeolit X dengan variasi suhu hidrotermal pada rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 ditunjukkan pada Gambar 4.2.

Berdasarkan Gambar 4.2 menyatakan bahwa ketiga hasil difraktogram nanozeolit X hasil sintesis memiliki kristalinitas yang rendah. Pada suhu 70 °C terdapat campuran antara zeolit X dan zeolit A diantaranya 3 puncak zeolit A dan 6 puncak zeolit X. Pada suhu 85 °C menghasilkan puncak yang lebih sedikit dibandingkan dengan suhu 70 °C. Akan tetapi suhu 85 °C dihasilkan nanozeolit X murni daripada suhu 70 °C karena suhu 85 °C menghasilkan 4 puncak zeolit X. Pada suhu 100 °C menghasilkan 9 puncak zeolit X dan tidak ditemukan puncak zeolit A. Hal ini mengindikasikan bahwa semakin banyak jumlah puncak yang muncul, maka nanozeolit X yang terbentuk memiliki kemurnian yang semakin tinggi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa suhu 100 °C merupakan suhu terbaik untuk membentuk zeolit X murni. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu hidrotermal yang digunakan maka semakin murni nanozeolit X yang dihasilkan.



Gambar 4.2 Difraktogram nanozeolit X sintesis

Hal ini dapat diperkuat dengan analisis kuantitatif untuk mengetahui prosentase komposisi penyusun dari nanozeolit X hasil sintesis yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Berdasarkan Tabel 4.3 diperoleh prosentase kemurnian nanozeolit X hasil sintesis tertinggi yaitu pada suhu 85 dan 100 °C dengan kemurnian 100 % dibandingkan dengan nanozeolit X suhu 70 °C. Akan tetapi kemurnian antara nanozeolit X suhu 85 dan 100 °C lebih murni nanozeolit X pada suhu 100 °C, hal ini dikarenakan puncak zeolit X muncul terbanyak pada suhu 100 °C.

Tabel 4.3 Hasil analisis kuantitatif komposisi nanozeolit X berdasarkan puncak yang muncul pada difraktogram hasil XRD

Produk	Komposisi Zeolit Sintesis (%)	
	Zeolit X	Zeolit A
Zeolit Sintesis Suhu 70 °C	96,9	3,02
Zeolit Sintesis Suhu 85 °C	100	-
Zeolit Sintesis Suhu 100 °C	100	-

Analisis hasil difraktogram dilakukan dengan cara membandingkan puncak pada sampel dengan standar *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*

(Treacy dan Higgins, 2001). Berikut merupakan data hasil perbandingan antara zeolit X hasil sintesis dengan data standar dari zeolit X dan zeolit A yang ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil perbandingan data zeolit hasil sintesis dengan data standar

Suhu 70 °C			Suhu 85 °C			Suhu 100 °C		
Sudut 2θ (°)	Jenis zeolit	Standar zeolit (2θ(°))	Sudut 2θ (°)	Jenis zeolit	Standar zeolit (2θ(°))	Sudut 2θ (°)	Jenis zeolit	Standar zeolit (2θ(°))
5,1700	X	6,12	5,0785	X	6,12	5,0910	X	6,12
5,8587	X	6,12	5,8974	X	6,12	5,7096	X	6,12
9,4954	X	10,00	10,4796	X	10,00	8,0261	X	10,00
27,2397	X	27,37	37,9942	X	37,34	11,3517	X	11,73
29,1538	X	29,21				12,4765	X	12,25
31,9971	X	31,98				19,4117	X	20,07
39,4373	A	39,43				29,7281	X	29,21
45,7399	A	45,44				34,8288	X	35,13
46,9050	A	46,69				46,0174	X	46,31

Berdasarkan Tabel 4.4 dan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa dari ketiga suhu hidrotermal yakni 70, 85 dan 100 °C yang menghasilkan puncak zeolit X terbanyak yakni pada suhu 100 °C. Sedangkan pada suhu 70 °C menghasilkan zeolit X dengan campuran zeolit A dan pada suhu 85 °C menghasilkan puncak zeolit X yang lebih sedikit dibandingkan pada suhu 100 °C. Dapat disimpulkan bahwa semakin banyak puncak zeolit X yang dihasilkan seiring dengan semakin tinggi suhu hidrotermal yang digunakan. Hal ini dikarenakan suhu yang tinggi menyediakan energi yang cukup untuk pertumbuhan inti dan mempercepat proses kristalisasi. Secara fakta, zeolit X mempunyai komposisi yang mirip dengan zeolit A, namun untuk membentuk zeolit X membutuhkan energi yang lebih besar dikarenakan unit pembangun (D6R) lebih kompleks dibandingkan zeolit A (D4R) (Dong, dkk., 2013). Suhu pada proses hidrotermal berpengaruh terhadap karakteristik produk yang dihasilkan (Jumaeri, dkk., 2007).

Analisis lebih lanjut dilakukan proses *refinement* (penghalusan) dengan menggunakan program *Rietrica*. Analisis ini bertujuan untuk mengetahui derajat

kesesuaian antara data hasil eksperimen dengan data standar. Model awal atau *input* yang digunakan adalah zeolit X yang memiliki grup ruang $Fd\bar{3}$ dan kisi kristal kubik dengan parameter sel $a = b = c = 25,028 \text{ \AA}$ dan $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001). Hasil akhir yang diperoleh dari proses *refinement* ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan hasil penghalusan struktur yang menghasilkan derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen. Secara umum pencocokan (*fitting*) dengan metode *Le Bail* bisa dinyatakan *acceptable* (bisa diterima) apabila nilai GoF (χ^2) kurang dari 4 % (Widodo dan Darminto, 2010). Selain itu, keberhasilan penghalusan juga ditunjukkan dengan parameter nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) yang merupakan nilai residu kesalahan (Yashinta, 2011). Jika nilai mendekati 0 menunjukkan semakin miripnya kurva intensitas hasil penelitian dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bisa diterima jika $\leq 20 \%$.

Tabel 4.5 Parameter sel satuan nanozeolit X suhu 70, 85 dan 100 °C menggunakan program *Rietica* dengan metode *Le Bail*

Parameter	Suhu 70 °C	Suhu 85 °C	Suhu 100 °C
Grup ruang	$Fd\bar{3}$	$Fd\bar{3}$	$Fd\bar{3}$
Kisi Kristal	Kubik	Kubik	Kubik
$a = b = c$	25,098318	24,031551	25,047947
$\alpha = \beta = \gamma$	90,00°	90,00°	90,00°
Rp (%)	12,26	12,48	12,34
Rwp (%)	13,20	13,55	14,53
GoF (χ^2)	0,0946	0,1040	0,1229

Data hasil dari analisis XRD dapat juga digunakan untuk analisis kuantitatif mencari ukuran kristal. Ukuran kristal dihitung dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrerr*. Hasil perhitungan ukuran kristal ditunjukkan pada Tabel 4.6.

Ukuran kristal dari ketiga variasi suhu hidrotermal 70, 85 dan 100 °C dari $2\theta^\circ$ yang memiliki tiga intensitas tertinggi rata-rata memiliki ukuran kurang dari 100 nm. Hal ini menunjukkan bahwa sintesis yang telah dilakukan berhasil menghasilkan ukuran nanozeolit. Menurut Hu, 2010 mengatakan bahwa sintesis nanozeolit menghasilkan ukuran kristal kurang dari 100 nm. Pada suhu 70 °C memiliki ukuran kristal berkisar antara 16-30 nm. Ukuran kristal suhu 85 °C berkisar antara 40-90 nm dan suhu 100 °C ukuran kristalnya berkisar antara 11-60 nm, sehingga dari ketiga variasi suhu 70, 85 dan 100 °C pada rentang $2\theta = 5^\circ$ diperoleh ukuran kristal berturut-turut adalah 25,3 nm, 50,5 nm dan 50,5 nm. Hal ini menunjukkan bahwa ukuran kristal dari ketiga variasi suhu hidrotermal tidak memiliki keseragaman, dikarenakan ketiga difraktogram dari nanozeolit X hasil sintesis memiliki kristalinitas yang rendah.

Tabel 4.6 Ukuran kristal nanozeolit X sintesis

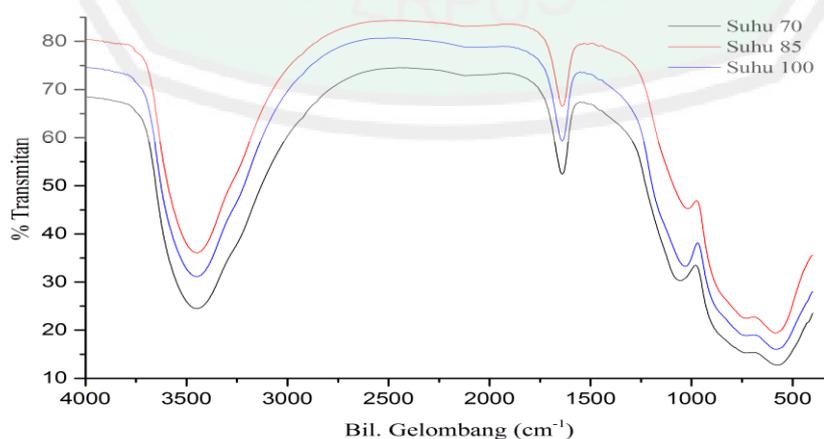
Produk	2θ (°)	Ukuran Kristal (nm)
Nanozeolit X suhu 70 °C	5,1700	25,3
	9,4954	16,8
	27,2397	20,7
Nanozeolit X suhu 85 °C	5,0785	50,5
	10,4796	40,6
	37,9942	85
Nanozeolit X suhu 100 °C	5,0910	50,5
	8,0261	40,4
	46,0174	11,2

Berdasarkan Aditama (2015) dan Assolah (2015) telah melakukan penelitian sintesis zeolit X menghasilkan ukuran kristal di bawah 100 nm yaitu 48,97 dan 59,2 nm yang memiliki kristalinitas tertinggi. Akan tetapi menurut Maryam (2014) telah melakukan sintesis zeolit X ukuran nanometer dan mikrometer menunjukkan bahwasanya pada zeolit X ukuran nanometer menghasilkan ukuran rata-rata 80 nm dengan kristalinitas yang rendah. Sedangkan zeolit X ukuran mikrometer menghasilkan ukuran berkisar antara 310-360 nm dengan kristalinitas yang lebih tinggi.

4.4.2 Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Analisis menggunakan FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dari nanozeolit X hasil sintesis. Analisis nanozeolit X dengan FTIR dilakukan hanya untuk mengetahui gugus fungsi dari struktur zeolit dan tidak dapat memberikan informasi tentang suhu optimum terbentuknya zeolit X pada bilangan gelombang 4000 - 400 cm^{-1} dan ditunjukkan pada Gambar 4.3.

Zeolit terdiri dari beberapa gugus seperti O-Si-O dan O-Al-O yang membentuk struktur *tetrahedral* dan saling sambung membentuk kisi kristal zeolit. Zeolit secara umum memiliki serapan khas pada bilangan gelombang 1200-300 cm^{-1} karena pada bilangan gelombang tersebut terjadi vibrasi pembangun kerangka zeolit. Pada struktur zeolit terjadi dua vibrasi yakni vibrasi internal dan eksternal. Vibrasi internal merupakan vibrasi dari struktur tetrahedral $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ yang sangat sensitif terhadap komposisi dari zeolit, sedangkan pada vibrasi eksternal merupakan vibrasi yang berhubungan dengan adanya ikatan antar $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ struktur tetrahedral yang dipengaruhi oleh topologi kerangka zeolit (Murni dan Helmawati, 2006).



Gambar 4.3 Hasil spektra FTIR nanozeolit X

Puncak spektra pada bilangan gelombang 575, 585 dan 580 cm^{-1} menunjukkan vibrasi rentangan simetris Si-O-Si dari cincin ganda (D4R/D6R) dalam struktur kerangka zeolit (Socrates, 1994). Puncak pada daerah ini merupakan karakteristik dari $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ unit tetrahedral dan puncak ini merupakan puncak yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit (Widiawati, 2005). Puncak spektra pada bilangan gelombang 725, 729 dan 728 cm^{-1} merupakan rentangan simetris O-T-O (T = Si atau Al) internal (Socrates, 1994). Puncak spektra pada daerah ini merupakan puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit (Mozgawa, dkk., 2011 dan Sriatun, 2004). Serapan pada bilangan gelombang 1250 – 900 cm^{-1} merupakan puncak yang berhubungan dengan rentangan O-Si-O atau O-Al-O. Suatu rentangan asimetri internal dari unit bangun primer zeolit memberikan pita serapan yang kuat pada 1020 cm^{-1} (Widiawati, 2005). Puncak spektra pada bilangan gelombang 1054, 1018 dan 1030 cm^{-1} merupakan rentangan asimetri internal. Puncak 3448, 3448 dan 3449 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur/rentangan O-H dari air, Si-OH, dan Al-OH. Puncak 1640, 1639 dan 1640 cm^{-1} menunjukkan tekukan H-O-H. Hasil analisa kualitatif data FTIR yang tertera dalam spektra didapatkan gugus fungsi yang telah teridentifikasi pada Tabel 4.7 berikut:

Tabel 4.7 Hasil analisa kualitatif data FTIR dengan standar zeolit X

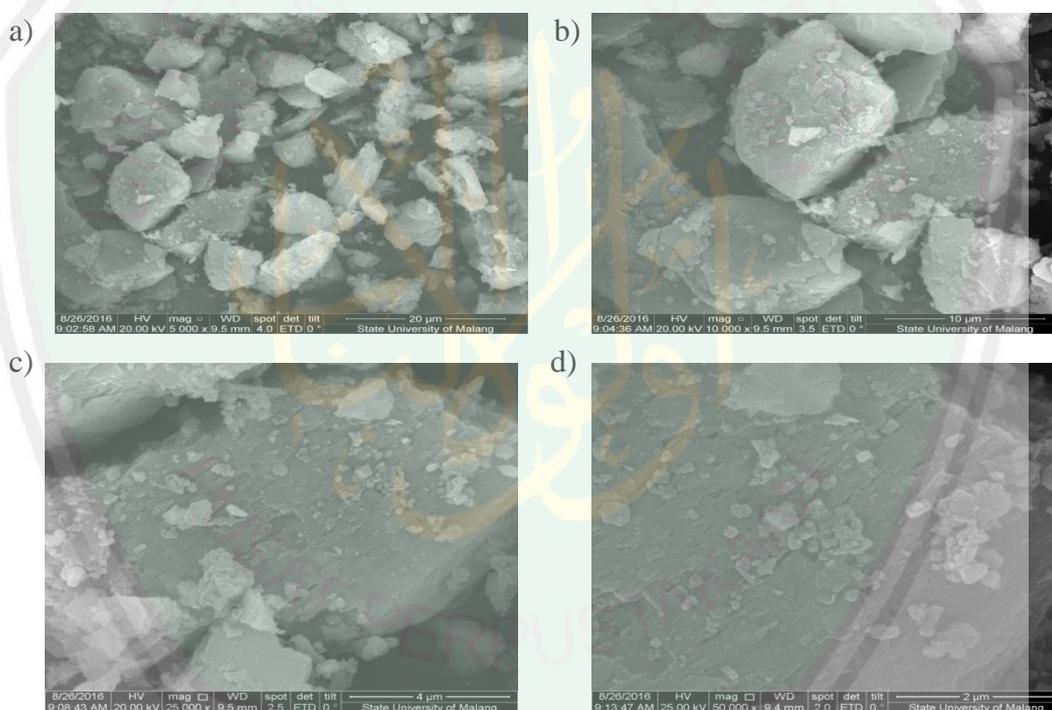
No	Bilangan gelombang (cm^{-1})			Bil. gelombang (cm^{-1}) Referensi*	Keterangan
	Zeolit X Sintesis Variasi Suhu				
	70 °C	85 °C	100 °C		
1	575	585	580	650 – 500*	Cincin ganda
2	725	729	728	820 – 750*	Rentangan simetris T-O internal
3	1054	1018	1030	1120 – 1000	Rentangan asimetris T-O

4	1640	1639	1640	1650 – 1600	internal Tekukan H-O-H O-H
5	3448	3448	3449	3600 – 3100**	

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

4.4.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Analisis menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi dari nanozeolit X hasil sintesis. Pada penelitian ini analisis SEM dilakukan pada suhu terbaik untuk nanozeolit X hasil sintesis yaitu pada suhu 100 °C. Hasil analisis SEM ditunjukkan pada Gambar 4.4 dengan perbesaran 5000-50000 kali.



Gambar 4.4 Hasil SEM nanozeolit X a) perbesaran 5000 kali b) perbesaran 10000 kali c) perbesaran 25000 d) perbesaran 50000

Gambar 4.4 a) dan b) menunjukkan bahwa karakteristik dari hasil SEM memberikan informasi tentang penampilan tiga dimensi yang dapat digunakan untuk menentukan ukuran kristal dan bentuk kristal dari sampel nanozeolit X. Berdasarkan Gambar 4.4 a) dan b) dapat diketahui bahwa dari kedua gambar tersebut menunjukkan ukuran kristal yang heterogen pada nanozeolit X hasil

sintesis. Hal ini didukung dengan data perhitungan menggunakan persamaan *Debye Schererr* yang ditunjukkan pada Tabel 4.6 bahwasanya ukuran kristal dari nanozeolit X yang dihasilkan tidak seragam.

Menurut Treacy dan Higgins (2001) zeolit tipe faujasit memiliki bentuk kristal kubik, akan tetapi dari hasil yang diperoleh bahwasanya bentuk kristal dari nanozeolit X hasil sintesis hampir membentuk kubik namun tidak sempurna, hal ini dikarenakan nanozeolit X hasil sintesis memiliki tingkat keteraturan struktur yang sangat rendah. Hasil ini dapat diperkuat dengan analisis XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 bahwasanya pada suhu 100 °C menghasilkan difraktogram dengan kristalinitas yang rendah.

Gambar 4.4 juga memberikan informasi tentang permukaan nanozeolit X yang dihasilkan. Hasil menunjukkan bahwasanya pada Gambar 4.4 a) dan b) memiliki permukaan yang berpori. Bentuk pori yang terdapat pada Gambar 4 a) dan b) merupakan bentuk pori slit di mana pori tersebut menghubungkan antar kristal. Sedangkan tipe pori pada permukaan ditunjukkan pada Gambar 4.4 c) dan d) merupakan tipe *Dead end* yang merupakan tipe pori yang hanya memiliki satu mulut lubang dan pori ini berakhir di dalam partikel.

4.5 Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam

Penelitian tentang pemanfaatan sekam padi sebagai sumber bahan dalam pembuatan zeolit merupakan salah satu bentuk upaya untuk memanfaatkan limbah sekam padi yang sejauh ini belum dimanfaatkan secara optimal. Faktanya limbah sekam padi yang telah diabukan dapat berpotensi sebagai bahan baku dalam

sintesis nanozeolit X. Hal ini dikarenakan abu sekam padi memiliki kandungan silika yang tinggi.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa abu sekam padi yang telah dikarakterisasi menggunakan XRF dan XRD menunjukkan bahwa kandungan silika pada abu sekam padi sebesar 94,7 % dan bersifat amorf. Hal ini menjelaskan kepada kita tentang keberadaan hikmah yang besar dari alam yang berasal dari Allah SWT.

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

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

Artinya : “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” (QS. Al-Furqon : 2).

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

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

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

وَالْأَرْضَ مَدَدْنَاهَا وَأَلْقَيْنَا فِيهَا رَوَاسِيَ وَأَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ شَيْءٍ مَّوْزُونٍ ﴿١١﴾ وَجَعَلْنَا لَكُمْ فِيهَا مَعِيشًا وَمَنْ لَسْتُمْ لَهُ بِرَازِقِينَ ﴿١٢﴾

Artinya : “Dan Kami telah menghamparkan bumi dan menjadikan padanya gunung-gunung dan Kami tumbuhkan padanya segala sesuatu menurut ukuran.

Dan Kami telah menjadikan untukmu di bumi keperluan-keperluan hidup, dan (kami menciptakan pula) makhluk-makhluk yang kamu sekali-kali bukan pemberi rezeki kepadanya” (QS. Al-Hijr : 19-20).

Zeolit kini telah dimanfaatkan dalam berbagai hal yakni zeolit dapat dimanfaatkan sebagai bahan pengemban pada senyawa antikanker. Selain itu, zeolit juga dapat digunakan untuk proses desalinasi air laut. Proses ini merupakan proses pembuatan air layak minum dari air laut. Proses ini melibatkan zeolit yang akan mengikat mineral-mineral dalam air laut sehingga dihasilkan air dengan kadar ion yang dibutuhkan. Dalam penelitian ini zeolit disintesis dalam ukuran nanometer, sehingga zeolit yang dihasilkan akan memiliki potensi yang lebih, karena ukurannya yang semakin kecil menyebabkan fungsi kerja dari zeolit akan semakin optimum.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil karakterisasi nanozeolit X dengan variasi suhu 70, 85 dan 100 °C menggunakan XRD menunjukkan bahwa pada suhu 70 °C menghasilkan campuran zeolit X dan A sedangkan pada suhu 85 dan 100 °C hanya menghasilkan puncak zeolit X. Ukuran kristal nanozeolit X pada suhu 70, 85 dan 100 °C berturut-turut adalah 16-30 nm; 40-85 nm dan 11-51 nm. Analisis FTIR menunjukkan spektra serapan khas zeolit tipe faujasit muncul pada bilangan gelombang 575, 585 dan 580 cm^{-1} yang merupakan regangan simetris. Analisis SEM menunjukkan morfologi nanozeolit X suhu 100 °C memiliki ukuran kristal yang heterogen dan bentuk kristal yang tidak terlihat jelas.

5.2 Saran

1. Untuk penelitian lebih lanjut penulis memberikan saran agar dilakukan karakterisasi nanozeolit X menggunakan instrumentasi *particle size* untuk mengetahui ukuran dari zeolit yang disintesis.
2. Selain itu perlu diperhatikan faktor-faktor yang mempengaruhi sintesis nanozeolit X untuk diperoleh nanozeolit X dengan kristalinitas tinggi salah satunya yakni memperhatikan pH yang digunakan pada saat proses sintesis.

DAFTAR PUSTAKA

- Aditama, S. N. 2015. Sintesis dan karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., dan Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*, 1(1): 1-6.
- Agustinus, Eko, T.S. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis Dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal*. Bandung: Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.
- Aina, H. Nuryono, dan Tahir, I. 2007. Sintesis Aditif Semen β -Ca₂SiO₄ Dari Abu Sekam Padi Dengan Variasi Temperatur Pengabuan. *Seminar Nasional "Aplikasi Sains dan Matematika Dalam Industri" UKSW*. Salatiga: Jurusan Kimia FMIPA Universitas Gadjah Mada.
- Al-Maraghi, A. M. 1993. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi Jilid 8*. Semarang: Toha Putra.
- Ansari, M., dkk. 2014. Preparation and Characterization of Nano-NaX Zeolite by Microwave Assisted Hydrothermal Method. *Advanced Powder Technology* 25 (2014) 722–727.
- Aplesiasfika, H. 2007. Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi TiO₂αAu Nanopartikel Dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Assolah, A. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Rasio Molar SiO₂/Al₂O₃ menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Astini, V. 2008. Efektivitas Penambahan Karbon Terhadap Proses Reduksi Langsung Besi Oksida. *Skripsi S-1 UI*. Jakarta: UI.
- Ayoup, M., Ghrair, J.I., and Thilo, S. 2009. *Journal of Nanoparticulate Zeolitic Tuff for Immobilizing Heavy Metals in Soil: Preparation and Characterization, Water Air Soil Pollut.* 203: 155-168.
- Azizi, S. N. dan Kavian, S. 2013. *Synthesis and Characterization of Organic Template-Free NaX Nanozeolite Using Stem Sweep Ash as Silica Source at Low Temperatur*. Iran: Faculty of Chemistry University of Mazandaran, Babolsar.

- Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. 2009. *Sekam Padi Sebagai Sumber Energi Alternatif dalam Rumah Tangga Petani*. Departemen Pertanian.
- Bakar, B.A. 2000. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Bali, I., dan A, Prakoso. 2002. Beton Abu Sekam Padi Sebagai Alternatif Bahan Konstruksi. *Jurnal Sains dan Teknologi EMAS*. Jakarta: Universitas Kristen Indonesia.
- Bondareva, G. V., Rat'ko, A. I., dan Azarov, S. M. 2003. Hydrothermal and Synthesis of Zeolite NaX on Porous Ceramic Support. *Inorganic Material*, 39(6): 605-609.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*. New York: Jhon Wiley.
- Cheng, Y., Wang, L., Li, J., Yang, Y., dan Sun, X. 2005. Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolite in The Absence Of Organic Template. *Materials Letters*, 59: 3427-3430.
- Cotton dan Wilkison. 1989. Kimia Anorganik Dasar. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.
- Dong, L. X., Wang, Y., He, Y., dan Mao, J. dkk. 2013. Influence of Synthesis Parameters on NaA Zeolite Crystals. *Journal Powder Technology* 243: 184-193.
- Ebitani, K., Nagashima, K., Mizugaki, T., dan Kaneda, K. 2000. Preparation of a Zeolite X-Encapsulated Copper (II) Chloride Complex and Its Catalysis for Liquid-Phase Oxygenation of Amines in the Presence of Molecular Oxygen. *The Royal Society of Chemistry*, 10: 869-870.
- Ejhieh, A. N. dan Maryam, K. S. 2013. Decolorization of a binary azo dyes mixture using CuO incorporated nanozeolite-X as a heterogeneous catalyst and solar irradiation. *Chemical Engineering Journal*, 228: 631–641.
- Eng-Poh Ng, dkk. 2015. *EMT-type Zeolite Nanocrystal Synthesized from Roce Husk*. *Microporous and Mesoporous Materials*, 204: 204–209.
- Fathizadeh, M. dan Abdolreza, A. 2011. Synthesis and Characterization of Nano Particle Crystals of NaX Zeolite. *International Journal of Industrial Chemistry*, 2(3): 140-143.
- Fernandez, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Flanigen, E.M. 1991. *Zeolite and Molecular Sieves An Historical Perspective*. New York: Elsevier Science Publishers B.V.

- Folletto, E. L., Ederson, G., Leonardo, H. O. dan Sergio, J. 2006. Conversion of Rice Husk Ash Into Sodium Silicate. *Material Research*, 9(3): 335-338: Brazil.
- Gani, B., Drs. Khotibul Umam. 1986. *Tentang Al-qur'an*. Jakarta: perguruan Tinggi Ilmu Al-Qur'an.
- Ghasemi, Z. dan Habibollah, Y. 2011. Preparation and Characterization of Nanozeolite NaA from Rice Husk at Room Temperature without Organic Additives. *Hindawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials*.
- Grant, N. M. dan Suryanayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction : A Partical Approach*. New York: Plenum Press.
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolite: Synthesis, Characterization and Modification*. Malaysia: Universitas Teknologi Malaysia.
- Hara, Ishizaki, K and Nanko, M. 1986. *Utilization of Agrowastes for Building Materials*, International Research and Development Cooperation Division. Japan : AIST, MITI.
- Hayati, E. K. 2007. *Buku Ajar Dasar-dasar Analisa Spektroskopi*. Malang: UIN-Press.
- Herina, S. 2005. Kajian Pemanfaatan Abu Sekam Padi Untuk Stabilisasi Tanah Dalam Sistem Pondasi di Tanah Ekspansif. *Kolokium dan Open House*. Bandung: Pusat Penelitian dan Perkembangan Permukiman Badan Penelitian dan Pengembangan Departemen Pekerjaan Umum 8 – 9 Desember 2005.
- Houston, D. F. 1972. *Rice Chemistry and Technology*. American Association on of Cereal Chemist.
- Htun, M. M. H., Htay, M. M., dan Lwin, M. Z. 2012. *Preparation of Zeolite (NaX, Faujasite) from Pure Silica and Alumina Sources*. Singapore: International Conference on Chemical Processes and Environmental Issues (ICCEEI'2012).
- Hu, H., Landon, O. dan Ayo, A. 2010. Characterizing and Modeling Mechanical Propertis of Nanocomposites-Review and evaluation. *Journal of Minerals and Materials Characterization ang Engineering*, 9(4): 275-319.
- Ismagilov, Z. R., dkk. 2012. Synthesis of Nanoscale TiO₂ and Study of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The ScientificWorld Journal*, 498345-498359.
- Jenkin, R.1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Toronto: John Wiley & Sons.
- Jumaeri, Astuti, W. dan Lestari, W. T. P. 2007. Preparasi dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal. *Reaktor*, 11(1).

- J. Yang, dkk. 2011. Synthesis of ZSM-5 hierarchical microsphere-like particle by two stage varying temperature crystallization without secondary template. *Chemical Engineering Journal*, 166: 1083–1089.
- Kalpathy, u., Proctor, a., Shults, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure silica from Rice Husk Ash. *Bioresource Technology*, 73: 257-262.
- Kenneth dan Kieu. 1991. The Preparation and Characterization of an X-Type Zeolite. *An Experiment in Solid-state Chemistry*. University of Texas at Dallas.
- Kirk and Orthmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology*. USA: John Wiley and Son Inc.
- Kiti, E.V. 2012. Synthesis Of Zeolites and Their Application To The Desalination Of Seawater. *Thesis*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.
- Kusumawardani, C. 1999. Perubahan Ukuran Rongga pada Modifikasi Molekul Zelit A dengan Vriasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Skripsi*. Yogyakarta: UGM.
- Kwaky-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Actitivity. *Thesis*. U.K: University of Wolverhampton.
- Lee, J. D. 1991. *Concice inorganic chemistry*. chapman and hall : London.
- Mardiana, I., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh pH dan Waktu Aging dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi. *Kimia Student Journal*, 2(1): 337-344: Universitas Brawijaya Malang.
- Masoudian, S. K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X from Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 8(1): 54 – 60. Iran: RIPI.
- Mazak, M. A. 2006. Modified Zeolite Beta as Catalysts in Friedel-Crafts Alkylolation of Resorcinol. *Thesis Chemistry*. Malaysia: UTM.
- Mozgawa, W., Krol, M., dan Barczyk, K. 2011. FT-IR Studies of Zeolites from Different Structural Groups. *CHEMIK*, 65(7): 667-674.
- Murni, D., dan Helmawati. 2006. Studi Pemanfaatan Abu Sabut Sawit sebagai Sumber Silika pada Sintesis Zeolit 4A. *Laporan Penelitian*. Program Studi Sarjana Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Riau. Pekanbaru: Riau.
- Nazila, E. Kazemian, H. Bastani, D. 2011. Controlled Crystallization of LTA Zeolitic Nanoparticles from a Clear Solution Using Organic Template. *Iran J. Chem. Eng*, 30(2).

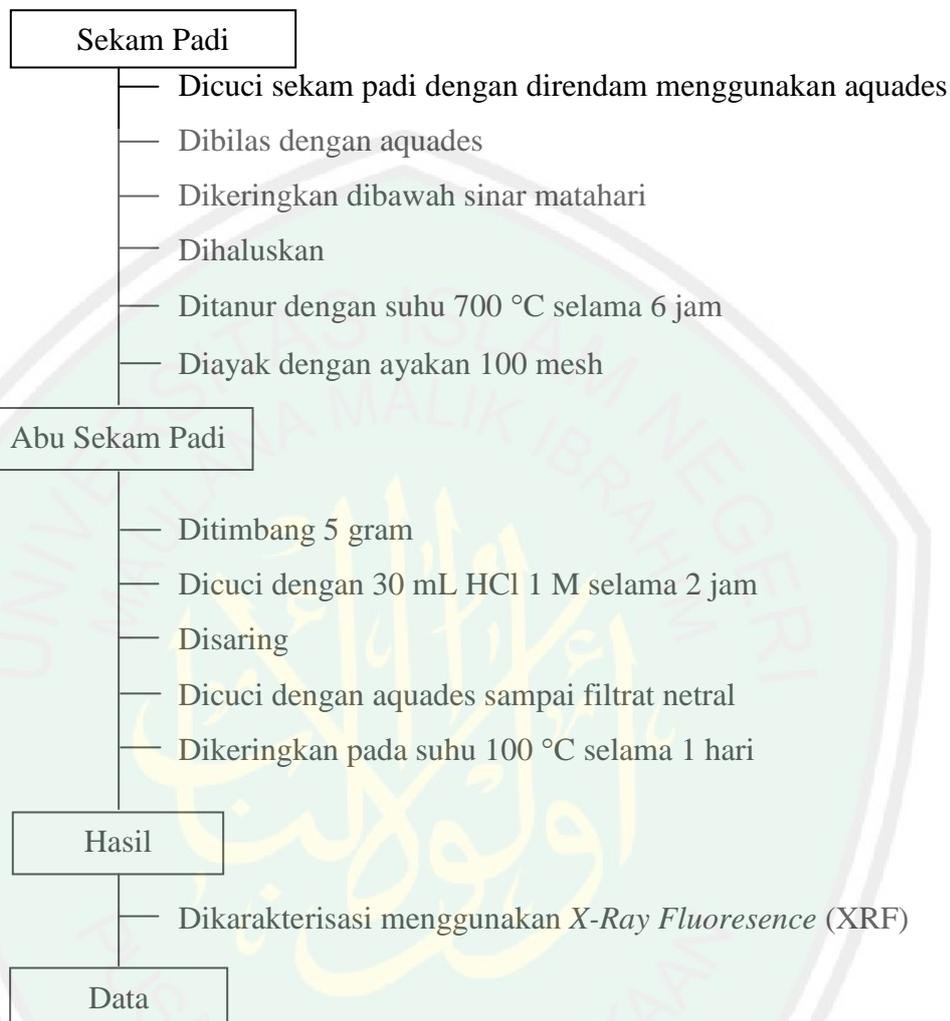
- Nugraha, S. dan Setiawati, J. 2006. *Peluang Bisnis Arang Sekam*. Jakarta: Balai Penelitian Pascapanen Pertanian.
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar, N. T. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, 27(6): 555–564.
- Prasetoko, D. dan Putro, A. 2007. Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Tempalte Organik. *Akta Kimindo*, 3(1) : 33-36.
- Pratomo, I., Sri, W. dan Danar, P. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*, 2(1): 358-364: Universitas Brawijaya Malang.
- Rahman, M. M. N. Hasnida dan W. B. Wan Nik. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research*, 1(2): 285-291.
- Ramli, Z. 2003. Synthesis of ZSM-5 Type Zeolite Using Crystalline Silica of Rice Husk Ash Malaysian. *Journal of Chemistry*, 5(1): 48 – 55.
- Rasouli, M., Nakisa, Y., Fatemeh, A. dan Hossein, A. 2013. Para-xylene adsorption separation process using nano-zeolite Ba-X. *Chemical Engineering Research and Design*.
- Sarkawi, S.S., Aziz, Y. 2003. Ground Rice Husk As Filler In Rubber Compounding. *Jurnal Teknologi*, 39(A) Keluaran Khas. Dis: 135–148. Malaysia: Universiti Teknologi Malaysia.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Seleng T, et al. 1994. *Penelitian Pemanfaatan abu Sekam Padi sebagai Penukar Ion Pada Daur Ulang Air Limbah Industri Logam*. Majalah Komunikasi.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*, 2nd Edition. New York: John Willey-VCH.
- Shen, S., Zhang, S., Wang, D., dan Fang, K. 2005. Hydrothermal Preparation and Crystal Habit of X-Zeolite Powder. *J. Cent. South Univ. Technol*, 12(3).
- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sholichah, F., Arnelli, dan Ahmad. 2013. Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi serta Aplikasinya sebagai Builderdeterjen. *Jurnal Chem Info*, 1(1): 121-129.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern*, edisi keempat Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.

- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Willey & Sons Ltd.
- Soeswanto, B., dkk. 2011. Pemanfaatan Limbah Abu Sekam Padi Menjadi Natrium Silikat. *Jurnal Kimia*, 7(1): Bandung.
- Sriatun. 2004. *Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya sebagai Penukar Kation*. No. Artikel: JKSA, VII (3): 66-72.
- Sumaatmadja, Dardjo. 1985. *Sekam Gabah Sebagai Bahan Industri*. Makasar : Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Banjar Baru.
- Supriyanto E, dan Adinata I. 2001. *Pemanfaatan Abu Sekam Padi Sebagai Kation Exchanger Fe²⁺ dengan Menggunakan Fluidized Bed Column*. Laporan Penelitian Mahasiswa Teknik Kimia UNDIP : Semarang.
- Syaf, M., dkk. 1990. *Terjemah Tafsir Jalalain: berikut Asbabun Nuzul Ayat*. Bandung: Sinar Baru.
- Taqiyah, R. 2012. Perbandingan Struktur Kristal dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) dan Barium Zirkonium Titanat (BZT) yang ditumbuhkan dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Surakarta: Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Thammavong, S. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Thesis*. Laos: Suranaree University of Technology.
- Tovina, H. 2009. *Skripsi : Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Carbon*. Depok : Departemen Kimia. FMIPA : UI.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, 4th ed. New York: Elsevier Science Publishers B.V.
- Trisunaryanti, W. 2006. *Elektrokimia*. UGM : Yogyakarta.
- Trivana, L., Sugiarti, S., Rohaeti, E. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na₂SiO₃) dari Sekam Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan*, 7(2): 66-75. ISSN : 2085-1227.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2013. Synthesis of Zeolite X From Low-Grade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 88: 1350–1357.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. [Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide \(N-CTAB\) pada Sintesis Zeolit-Y](#). *Seminar Tugas Akhir S1 Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.

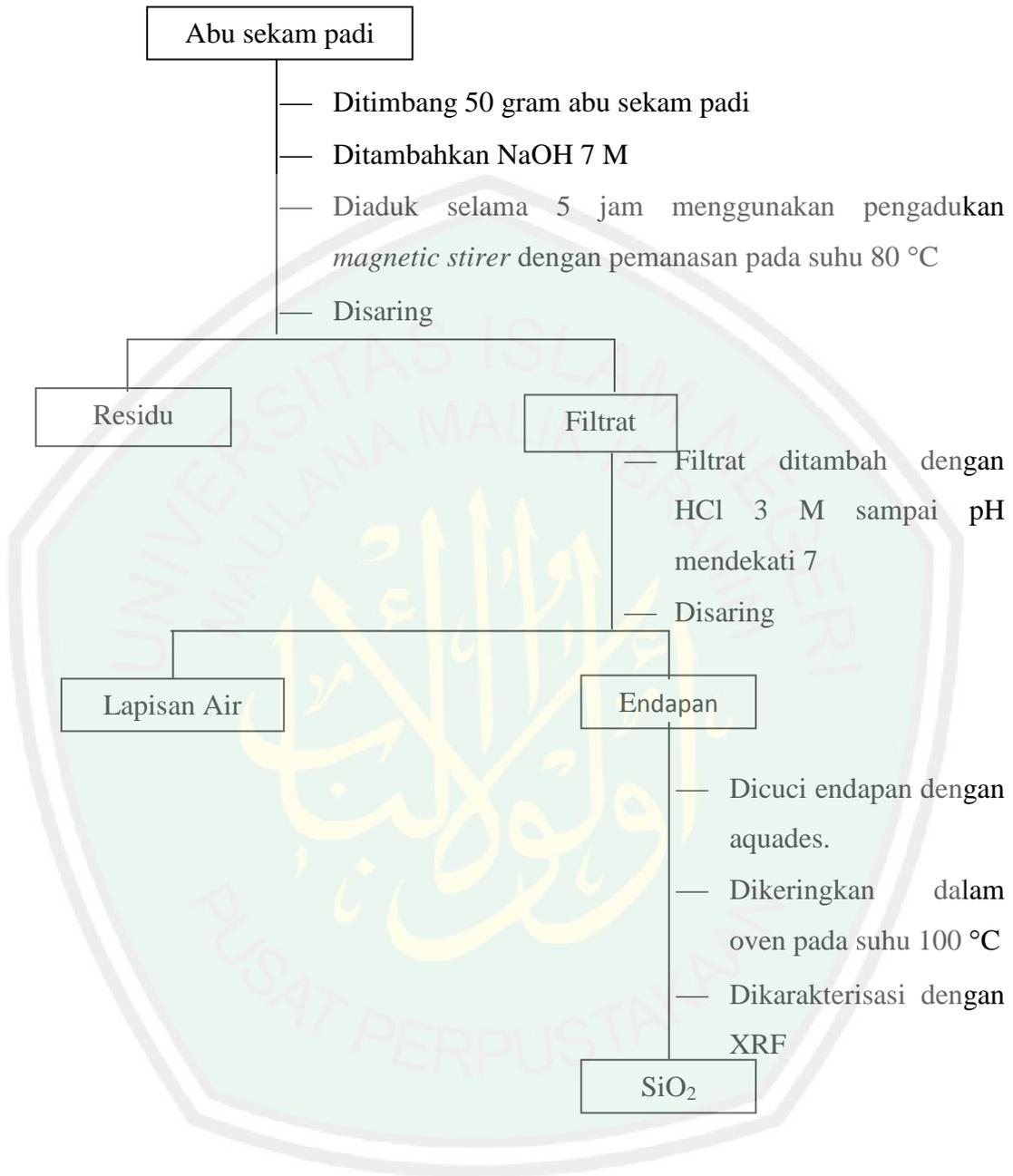
- Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis Of Zeolite A From Baggase And Its Antimicrobial Activity On *Candida albicans*. *Jurnal Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 15(2).
- Widayat, Sadikky, A., dan Anggraeni, H. 2012. Proses Produksi Katalis Zeolit X Dan Uji Aktifitas Dalam Proses Penukaran Ion Kalsium. *Teknik*, 33(1): ISSN 0852-169.
- Widiawati. 2005. Sintesis Zeolit dari Abu Ketel Asal Pg. Tasik Madu: Ragam Zeolit pada Berbagai Konsentrasi Natrium Aluminat. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.
- Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*, 28: 6-19.
- Widodo, S. 2010. Teknologi Sol-Gel Pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida Untuk Aplikasi Sensor Gas. *Seminar Rekayasa dan Proses*. ISSN: 1411-4216.
- Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur Kristalin Hematite yang Disubstitusi Ion Manganes dan Ion Titanium. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.
- Yeom, Y.H., Jang, S.B., dan Kim, Y. 1997. Three Crystal Structures Of Vacuum-Dehydrated Zeolite X, $\text{M}_{46}\text{Si}_{100}\text{Al}_{92}\text{O}_{384}$, $\text{M}=\text{Mg}^{2+}$, Ca^{2+} , And Ba^{2+} . *J. Phys. Chem. B*. American: American Chemical Society.
- Yulizar, Y. 2004. *Hand Out Kuliah Kimia Nanopartikel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Zhang, X. Daqing, T. Jingjing, Z. dan Xinyang, L. 2013. Synthesis of NaX at Room Temperature and its Characterization. *Material Letters*, 104: 80-83.
- Zhely, N. H. M. dan Nurul, W. 2012. *Sintesis Zeolit X-Karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen*. Prosiding Kimia FMIPA-ITS.
- Zaemi, H., Rahmat, T. T., dan Darjito. 2013. Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo dengan Penambahan Trimetilklorosilan (TMCS). *Kimia Student Journal*, 1(2): 208-214: Universitas Brawijaya Malang.

Lampiran 1. Skema Kerja

1. Preparasi Sekam Padi (Pratomo, dkk., 2013)



2. Ekstraksi Abu Sekam Padi (Adziimaa, dkk., 2013)



3. Sintesis nanozeolit X (Rasouli, dkk., 2013)

0,0097 gram NaOH 99 % ; 74,181 mL aquabides
 ; 5,934 gram Al₂O₃ 99 % ; 20.116 mL TMAOH
 25 % ; 5,482 gram SiO₂ 94,7 %

- Dicampurkan semua bahan
- Diaduk selama 1 jam
- Dieramkan selama 72 jam pada suhu kamar
- Dipindahkan campuran kedalam botol *polypropilen* plastik tertutup
- Dikristalisasi pada suhu 70 °C selama 48 jam
- Disaring

Filtrat

Padatan

- Dicuci dengan akuades sampai pH mencapai 9
- Dikeringkan dalam oven pada suhu 120 °C selama 1 jam
- Dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam

Hasil

- Dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Data

NB: Dilakukan perlakuan yang sama untuk suhu 85 dan 100 °C

4. Karakterisasi

a. Karakterisasi dengan XRF

Abu Sekam Padi

- Dihaluskan
- Dimasukkan dalam *sample holder*
- Disinari dengan sinar XRF
- Dianalisa komposisi

Hasil

b. Karakterisasi dengan XRD

Nanozeolit X hasil sintesis

- Dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X dengan radiasi Cu K_{α} pada λ 1,541 Å, 40 kV, 30 mA, $2\theta = 5-50^{\circ}$ dan kecepatan scan 0,02 $^{\circ}$ /detik
- Dikarakterisasi dengan XRD

Hasil

c. Karakterisasi dengan FTIR

Nanozeolit X hasil sintesis

- dihaluskan hingga menjadi serbuk dalam mortal batu *agate*
- ditambahkan padatan KBr
- dicampurkan sampai merata
- ditempatkan pada preparat
- dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet.
- ditempatkan pada *sample holder*
- dianalisa menggunakan FTIR

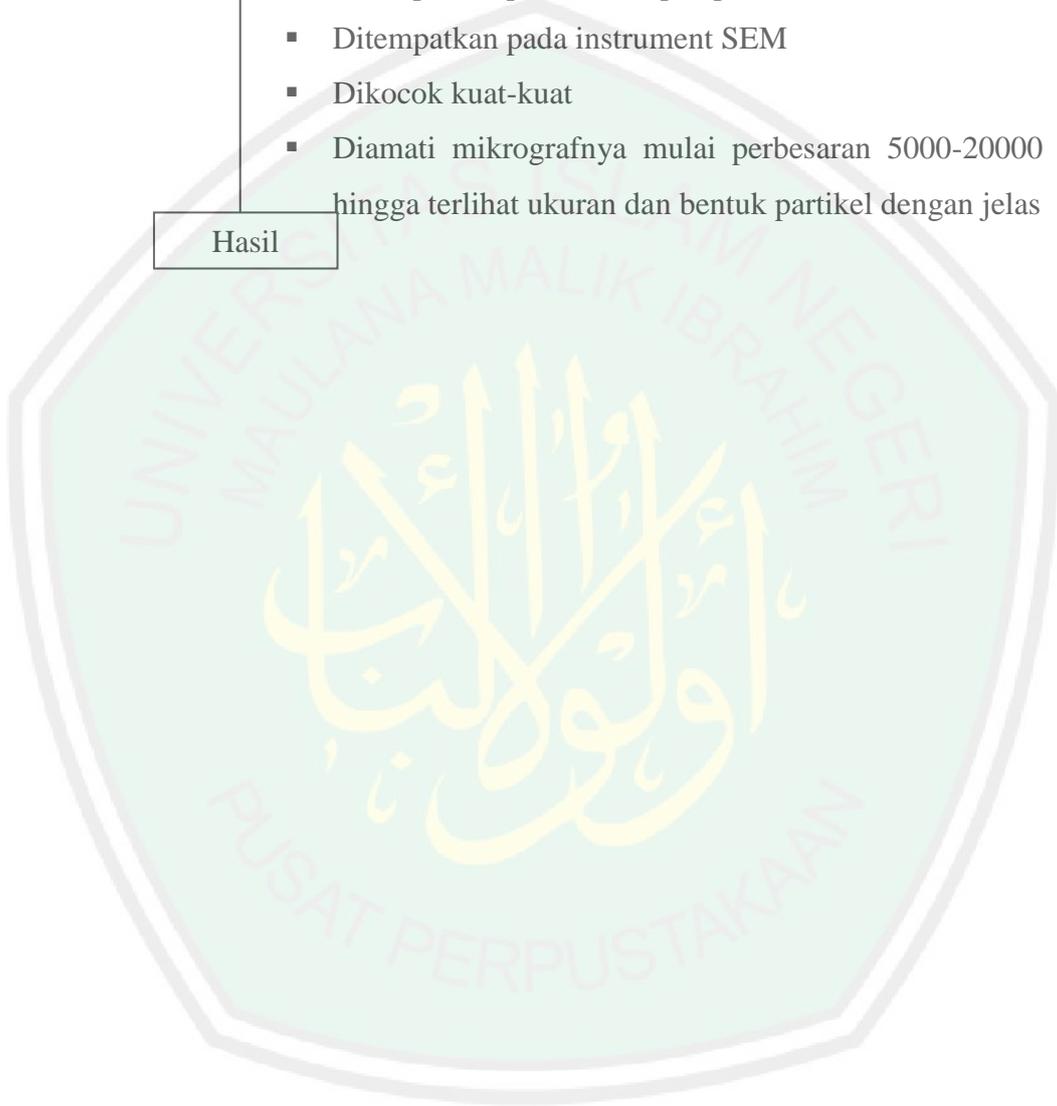
Hasil

d. Karakterisasi dengan SEM

Nanozeolit X hasil sintesis

- Ditempatkan sedikit diatas *sample holder*
- Ditempatkan pada mesin pelapis emas
- Ditempatkan pada instrument SEM
- Dikocok kuat-kuat
- Diamati mikrofornya mulai perbesaran 5000-20000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas

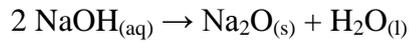
Hasil



Lampiran 2. Perhitungan Komposisi Reaktan

0,7 TMAOH : 0,003 Na₂O : x Al₂O₃: 2,16 SiO₂ : 125 H₂O

1. Na₂O



0,003 mol Na₂O → dari 2 NaOH

$$0,003 \text{ mol} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 0,003 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 0,12 \text{ gr} \times 2$$

$$= 0,24 \text{ gr}$$

2. NaOH

Misal NaOH : 99 %

$$\frac{100}{99} \times 0,24 \text{ gr} = 0,242 \text{ gr}$$

3. Abu Sekam Padi

Diketahui SiO₂ = 94,7 %

SiO₂ dari abu sekam padi

$$2,16 \text{ mol SiO}_2 = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 2,16 \text{ mol} \times 60,084 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

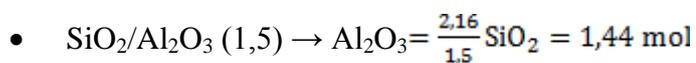
$$= 129,78144 \text{ gr}$$

Misal: SiO₂ 94,7 %

$$\frac{100}{94,7} \times 129,78144 \text{ gr} = 137,045 \text{ gr}$$

4. Aluminum Oksida

Misal: 99 %



$$\begin{aligned} \text{gr} &= 1,44 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 146,88 \text{ gr} \times \frac{100}{99} \\ &= 148,36 \text{ gr} \end{aligned}$$

5. TMAOH



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

Diketahui TMAOH = 25%

$$0,7 \text{ mol TMAOH} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 0,7 \text{ mol} \times 91,15 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 63,805 \text{ gr} \times 2$$

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

$$\text{TMAOH } 25\% = \frac{100}{25} \times 127,61 \text{ gr}$$

$$= 510,44 \text{ gr}$$

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$v = \frac{m}{\rho}$$

$$= \frac{510,44 \text{ gr}}{1,015 \text{ gr/cm}^3} = 502,897 \text{ mL}$$

6. H₂O

$$125 \text{ mol H}_2\text{O} = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\text{gr} = 125 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 2250 \text{ gr}$$

❖ Massa total H₂O dalam campuran (1% NaOH; 0,003 mol H₂O: 75% TMAOH; 0,7 mol H₂O)

$$\text{➤ NaOH} = \frac{1}{100} \times 0,242 \text{ gr} = 0,002 \text{ gr}$$

$$\text{➤ } 0,003 \text{ mol H}_2\text{O} = 0,054 \text{ gr}$$

$$\text{➤ TMAOH} = \frac{75}{100} \times 510,44 \text{ gr} = 382,83 \text{ gr}$$

- $0,7 \text{ mol H}_2\text{O} = 12,6 \text{ gr}$
- Massa total H_2O dalam campuran = $0,002 \text{ gr} + 0,054 \text{ gr} + 382,83 \text{ gr} + 12,6 \text{ gr} = 395,486 \text{ gr}$
- Massa H_2O yang harus ditambahkan = $2250 \text{ gr} - 395,486 \text{ gr} = 1854,514 \text{ gram} = 1854,514 \text{ mL}$

Karena densitas air (H_2O) ialah 1 gram/mL , maka volume air yang ditambahkan ialah $1854,514 \text{ mL}$.

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. Abu sekam padi (SiO_2) = $137,045 \text{ gram}$
 2. $\text{Al}_2\text{O}_3 = 148,36 \text{ gr}$
 3. $\text{NaOH} = 0,242 \text{ gram}$
 4. $\text{H}_2\text{O} = 1854,514 \text{ gram} = 1854,514 \text{ mL}$
 5. $\text{TMAOH} = 510,44 \text{ gram} = 502,897 \text{ mL}$
- ❖ Pada penelitian akan menggunakan perhitungan $1/25$ resep

Massa reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. Abu sekam padi (SiO_2) = $5,482 \text{ gram}$
2. $\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,934 \text{ gram}$
3. $\text{NaOH} = 0,0097 \text{ gram}$
4. $\text{H}_2\text{O} = 74,181 \text{ gram} = 74,181 \text{ mL}$
5. $\text{TMAOH} = 20,418 \text{ gram} = 20,116 \text{ mL}$

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 % (BJ = 1,19 g/mL) dalam labu ukur 250 mL. Perhitungan pengenceran digunakan rumus sebagai berikut:

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

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

$$1 \text{ M} \times 250 \text{ mL} = 12 \text{ M} \times V_2$$

$$V_2 = 20,8 \text{ mL}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1 M sebanyak 250 mL, maka diperlukan HCl 37% sebanyak 20,8 mL.

Langkah pembuatan larutan HCl 1 M diantaranya dituangkan larutan HCl 37 % dalam *beaker glass* 50 mL dilemari asap. Kemudian diambil 20,8 mL HCl 37 % dengan menggunakan pipet ukur 25 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 250 mL yang sebelumnya telah diisi dengan aquades secukupnya. Hal ini dilakukan untuk menghindari adanya percikan. Selanjutnya, ditambahkan aquades sampai tanda batas. Pembuatan larutan HCl 1 M ini dilakukan dalam lemari asap.

2. Pembuatan Larutan HCl 3 M

Larutan HCl 3 M (BM = 36,5 g/mol) dibuat dengan cara pengenceran larutan HCl 37 % (BJ = 1,19 g/mL) dalam labu ukur 250 mL. Perhitungan pengenceran digunakan rumus sebagai berikut:

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

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

$$3 \text{ M} \times 250 \text{ mL} = 12 \text{ M} \times V_2$$

$$V_2 = 62,5 \text{ mL}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 3 M sebanyak 250 mL, maka diperlukan HCl 37% sebanyak 62,5 mL.

Langkah pembuatan larutan HCl 3 M diantaranya dituangkan larutan HCl 37 % dalam *beaker glass* 100 mL dilemari asap. Kemudian diambil 62,5 mL HCl 37 % dengan menggunakan pipet ukur 50 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 250 mL yang sebelumnya telah diisi dengan aquades secukupnya. Hal ini dilakukan untuk menghindari adanya percikan. Selanjutnya, ditambahkan aquades sampai tanda batas. Pembuatan larutan HCl 3 M ini dilakukan dalam lemari asap.

3. Pembuatan Larutan NaOH 7 M

NaOH 7 M (BM = 40 g/mol) dibuat dengan cara melarutkan padatan NaOH dalam labu ukur 250 mL. Perhitungannya digunakan rumus sebagai berikut:

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

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

BM

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= M \times V \times \text{BM} \\ &= 7 \text{ mol/L} \times 0,25 \text{ L} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 70 \text{ gr} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan NaOH 7 M sebanyak 250 mL, maka diperlukan padatan NaOH sebanyak 70 gram.

Langkah pembuatan larutan NaOH 7 M diantaranya ditimbang padatan NaOH sebanyak 70 gram menggunakan *beaker glass* 100 mL. Kemudian ditambahkan aquades secukupnya untuk melarutkan padatan NaOH. Selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 250 mL dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Lalu dihomogenkan. Pembuatan larutan NaOH 7 M dilakukan dalam lemari asap.

Lampiran 4. Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data

1. Presentase Komposisi Nanozeolit X Hasil Sintesis

$$\text{Kemurnian (\%)} = \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \%$$

1. Nanozeolit X suhu 70 °C

$$\begin{aligned} \text{Kemurnian zeolit X (\%)} &= \frac{154,14}{156,89} \times 100 \% \\ &= 96,9 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Kemurnian zeolit A (\%)} &= \frac{4,75}{156,89} \times 100 \% \\ &= 3,02 \% \end{aligned}$$

2. Nanozeolit X suhu 85 °C

$$\begin{aligned} \text{Kemurnian zeolit X (\%)} &= \frac{143,2}{143,2} \times 100 \% \\ &= 100 \% \end{aligned}$$

3. Nanozeolit X suhu 100 °C

$$\begin{aligned} \text{Kemurnian zeolit X (\%)} &= \frac{162,09}{162,09} \times 100 \% \\ &= 100 \% \end{aligned}$$

2. Ukuran Partikel Nanozeolit X Hasil Sintesis

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran partikel (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

1. Zeolit X suhu 70 °C

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

$$2\theta^\circ (1) = 5,1700^\circ$$

$$\theta = 2,585^\circ$$

$$\cos \theta = 0,999$$

$$\beta = \frac{0,3149}{180} \times 3.14 = 0,005493$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,005493 \times 0,999} = 25,3 \text{ nm}$$

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

$$2\theta^\circ (2) = 9,4954^\circ$$

$$\theta = 4,7477^\circ$$

$$\cos \theta = 0,997$$

$$\beta = \frac{0,4723}{180} \times 3.14 = 0,00824$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00824 \times 0,997} = 16,8 \text{ nm}$$

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

$$2\theta^\circ (1) = 27,2397^\circ$$

$$\theta = 13,61985^\circ$$

$$\cos \theta = 0,972$$

$$\beta = \frac{0,3936}{180} \times 3.14 = 0,00687$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00687 \times 0,972} = 20,7 \text{ nm}$$

2. Zeolit X suhu 85 °C

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

$$2\theta^\circ (1) = 5,0785^\circ$$

$$\theta = 2,5393^\circ$$

$$\cos \theta = 0,999$$

$$\beta = \frac{0,1547}{180} \times 3.14 = 0,002746$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002746 \times 0,999} = 50,5 \text{ nm}$$

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

$$2\theta^\circ (2) = 10,4796^\circ$$

$$\theta = 5,2398^\circ$$

$$\cos \theta = 0,995$$

$$\beta = \frac{0,1968}{180} \times 3.14 = 0,003430$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,003430 \times 0,995} = 40,6 \text{ nm}$$

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

$$2\theta^\circ (3) = 37,9942^\circ$$

$$\theta = 18,9971^\circ$$

$$\cos \theta = 0,946$$

$$\beta = \frac{0,0984}{180} \times 3.14 = 0,00172$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00172 \times 0,946} = 85 \text{ nm}$$

3. Zeolit X suhu 100 °C

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

$$2\theta (1) = 5,0910^\circ$$

$$\theta = 2,5455^\circ$$

$$\cos \theta = 0,999$$

$$\beta = \frac{0,1574}{180} \times 3,14 = 0,002746$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002746 \times 0,999} = 50,5 \text{ nm}$$

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

$$2\theta (2) = 8,0261^\circ$$

$$\theta = 4,01305^\circ$$

$$\cos \theta = 0,997$$

$$\beta = \frac{0,1968}{180} \times 3,14 = 0,003433$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,003433 \times 0,997} = 40,4 \text{ nm}$$

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

$$2\theta (3) = 46,0174^\circ$$

$$\theta = 23,0087^\circ$$

$$\cos \theta = 0,920$$

$$\beta = \frac{0,7680}{180} \times 3,14 = 0,013397$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,013397 \times 0,920} = 11,2 \text{ nm}$$

3. Hasil Analisis Data dengan Program Rietica

1. Nanozeolit X Suhu 70 °C

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 25.098318 -0.029215 0.021577
                25.098318 -0.029215 0.021577
                25.098318 -0.029215 0.021577
                90.000008 0.000000 0.000000
                90.000008 0.000000 0.000000
                90.000008 0.000000 0.000000
CELL VOLUME     = ***** 23.541716
SCALE * VOLUME  = 158.100723 0.235417
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 12.26 | 13.20 | 42.52 |  1.919 |  2.110 | 988 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.5552E+04 | 0.4530E+05 | 0.4533E+05 | 0.5466E+04 | 0.9640E-01 | 0.7993E+17 |
+-----+
DERIVED BRAGG R-FACTOR= 1.59

```

2. Nanozeolit X Suhu 85 °C

```

+-----+
|           Phase: 1           |
+-----+
CELL PARAMETERS = 25.031551 0.011618 0.007796
                25.031551 0.011618 0.007796
                25.031551 0.011618 0.007796
                90.000008 0.000000 0.000000
                90.000008 0.000000 0.000000
                90.000008 0.000000 0.000000
CELL VOLUME     = ***** 8.460528
SCALE * VOLUME  = 156.842331 0.084605
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 12.48 | 13.55 | 42.02 |  1.638 |  1.805 | 988 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |

```

```

+-----+
| 0.5607E+04| 0.4492E+05| 0.4495E+05| 0.5597E+04| 0.1040E+00| 0.5598E+17 |
+-----+
DERIVED BRAGG R-FACTOR=    1.30

```

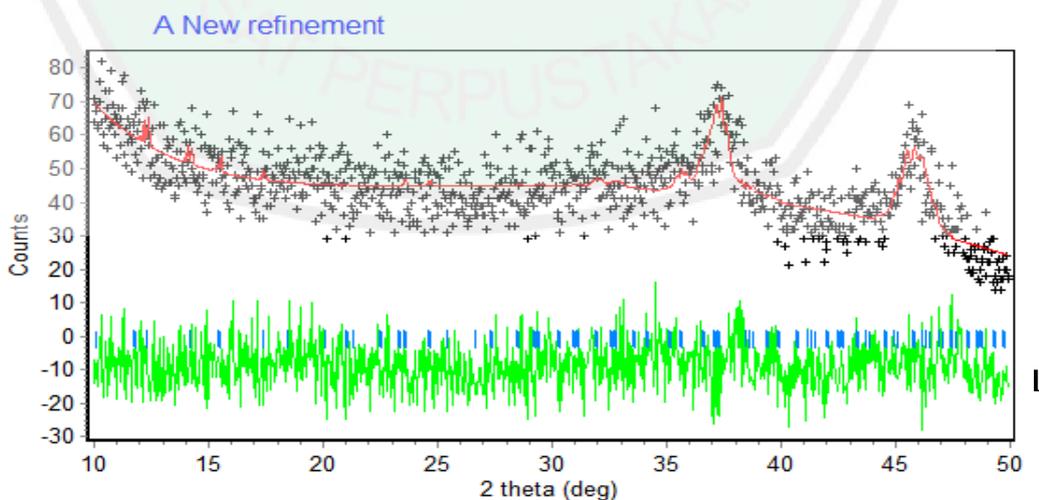
3. Nanozeolit X Suhu 100 °C

```

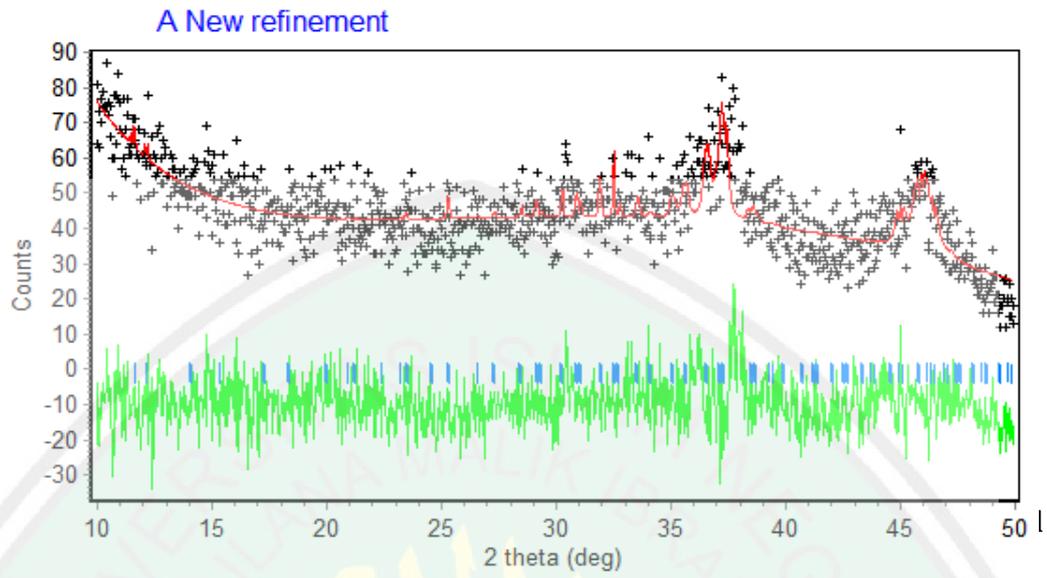
+-----+
|          Phase: 1          |
+-----+
CELL PARAMETERS    = 25.047947 -0.019171  0.021909
                   25.047947 -0.019171  0.021909
                   25.047947 -0.019171  0.021909
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
                   90.000008  0.000000  0.000000
CELL VOLUME       = ***** 23.808640
SCALE * VOLUME    = 157.150726  0.238086
+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 12.34 | 14.53 | 41.44 |  1.934 |  1.955 | 988 |
+-----+
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.5676E+04| 0.4600E+05| 0.4601E+05| 0.5753E+04| 0.1229E+00| 0.1631E+17 |
+-----+
DERIVED BRAGG R-FACTOR=    1.35

```

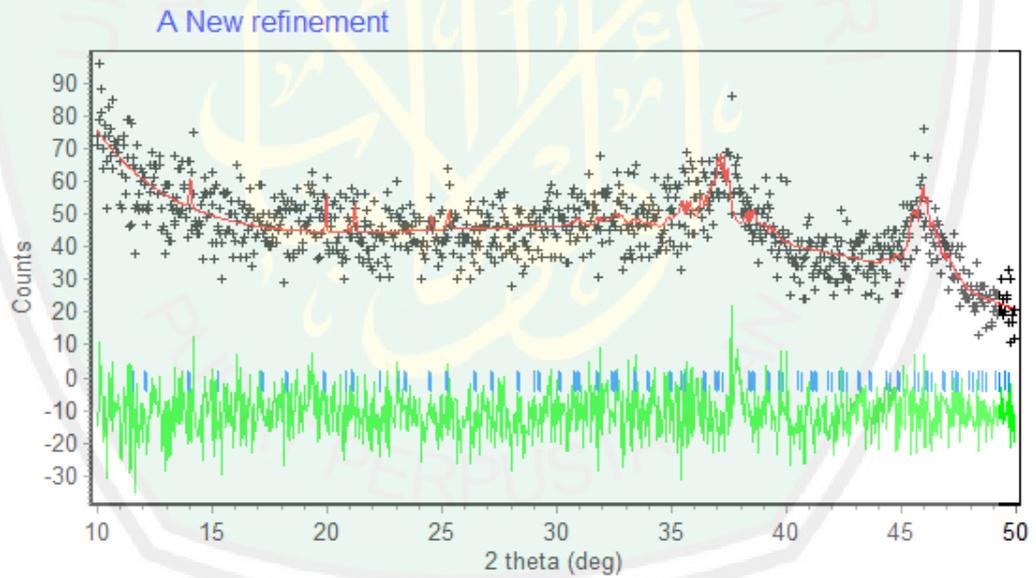
4. Grafik Hasil Rietrica Nanozeolit X Suhu 70 °C



5. Grafik Hasil *Rietrica* Nanozeolit X Suhu 85 °C



6. Grafik Hasil *Rietrica* Nanozeolit X Suhu 100 °C



Lampiran 5. Data Hasil penelitian

1. Hasil XRF sebelum pencucian



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	

2. Hasil XRF setelah pencucian



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	

3. Hasil XRF setelah ekstraksi



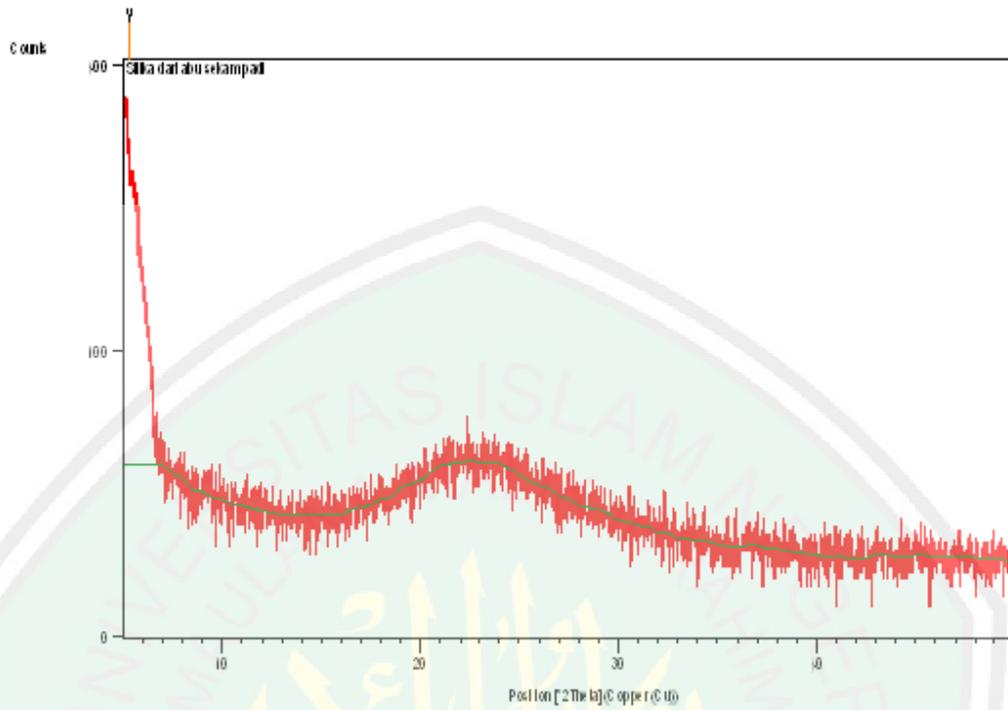
LABORATORIUM SENTRAL MINERAL DAN MATERIAL MAJU
FMIPA UNIVERSITAS NEGERI MALANG (UM)
Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 200) / 574895 / 085106001088
Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

HASIL ANALISIS

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

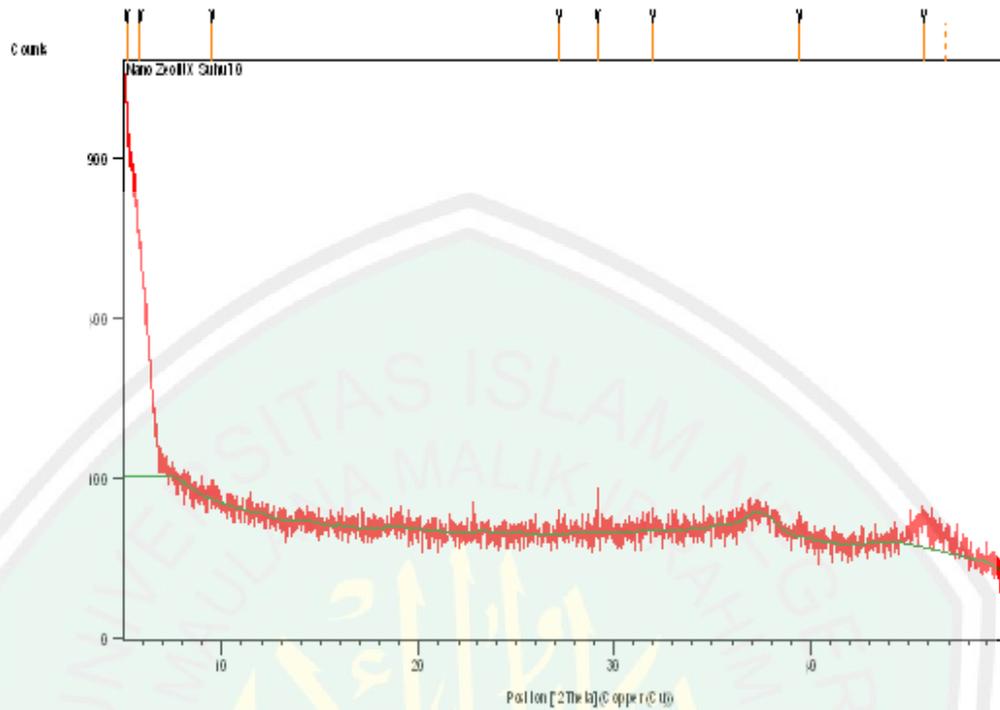
Compound	Conc (%)	Methods
Si	94.7 +/- 0.1	XRF
K	1.0 +/- 0.02	
Ca	1.8 +/- 0.02	
Sc	0.02 +/- 0.02	
Cr	0.099 +/- 0.008	
Mn	0.46 +/- 0.01	
Fe	0.97 +/- 0.02	
Ni	0.26 +/- 0.009	
Cu	0.19 +/- 0.006	
Zn	0.05 +/- 0.004	
Eu	0.1 +/- 0.03	
Re	0.4 +/- 0.02	

4. Hasil XRD silika hasil ekstraksi



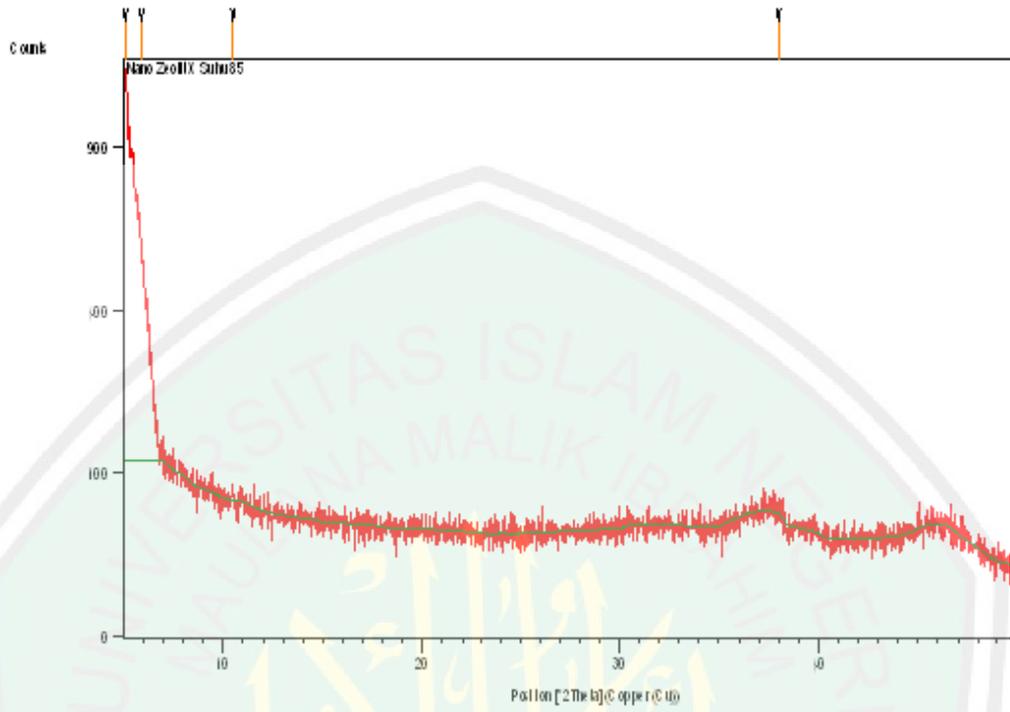
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5,3300	246,10	0,7680	16,56691	100,00

5. Hasil XRD nanozeolit X suhu 70 °C



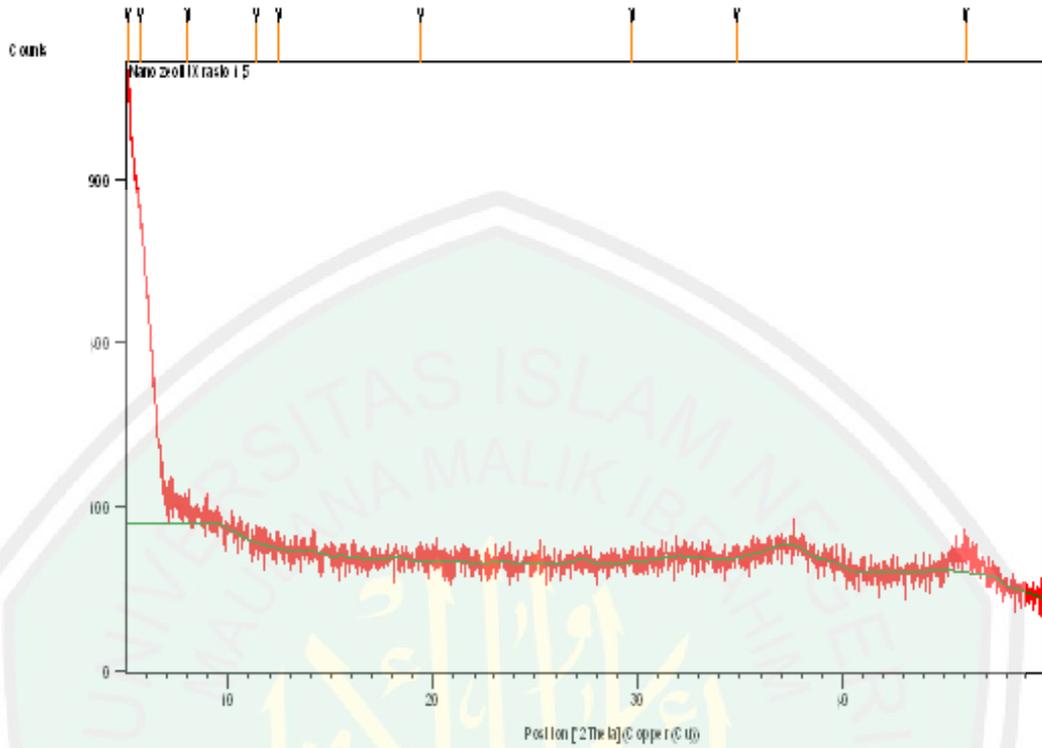
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5,1700	981,22	0,3149	17,09340	100,00
5,8587	487,04	0,4723	15,08547	49,64
9,4954	10,02	0,4723	9,31441	1,02
27,2397	6,52	0,3936	3,27392	0,66
29,1538	1,73	0,0787	3,06317	0,18
31,9971	6,30	0,6298	2,79717	0,64
39,4373	7,34	0,3936	2,28492	0,75
45,7399	23,64	0,7680	1,98203	2,41
46,9050	15,59	0,2400	1,94029	1,59

6. Hasil XRD nanozeolit X suhu 85 °C



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5,0785	1079,78	0,1574	17,40121	100,00
5,8974	447,57	0,4723	14,98650	41,45
10,4796	9,54	0,1968	8,44174	0,88
37,9942	9,38	0,0984	2,36832	0,87

7. Hasil XRD nanozeolit X suhu 100 °C

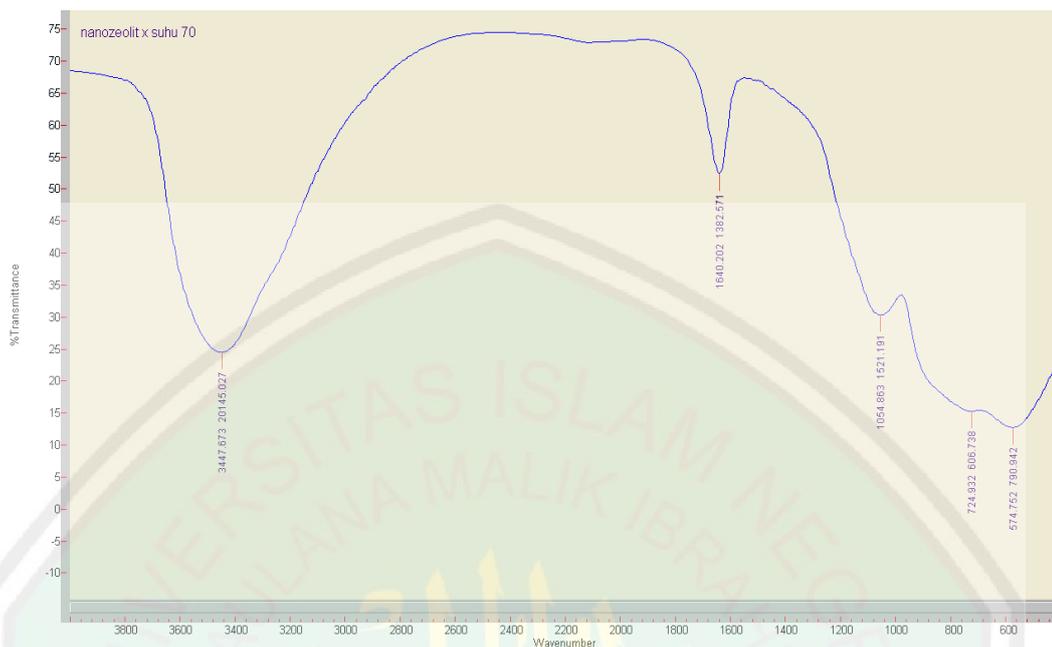


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5,0910	1212,52	0,1547	17,35846	100,00
5,7096	680,89	0,3936	15,47907	56,16
8,0261	22,87	0,1968	11,01598	1,89
11,3517	5,36	0,0984	7,79507	0,44
12,4765	5,34	0,1968	7,09473	0,44
19,4117	5,75	0,3936	4,57284	0,47
29,7281	9,79	0,1181	3,00529	0,81
34,8288	4,57	0,3149	2,57596	0,38
46,0174	18,23	0,7680	1,97073	1,50

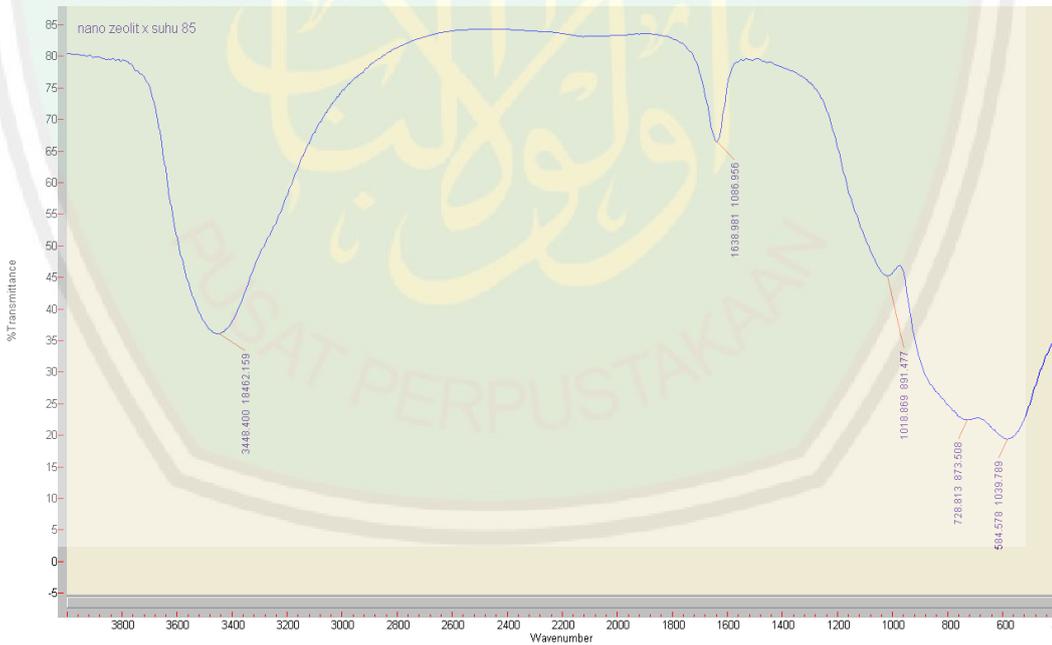
8. Hasil perbandingan zeolit dengan data *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001)

Nama Sampel	Zeolit X (2θ°)	Zeolit X Standar (2θ)	Zeolit A (2θ)	Zeolit A Standar (2θ)
Zeolit X suhu 70 °C	5,1700° 5,8587° 9,4954° 27,2397° 29,1538° 31,9971°	6,12° 6,12° 10,00° 27,37° 29,21° 31,98°	39,4373° 45,7399° 46,9050°	39,43° 45,44° 46,69°
Zeolit X suhu 85 °C	5,0785° 5,8974° 10,4796° 37,9948°	6,12° 6,12° 10,00° 37,34°		
Zeolit X suhu 100 °C	5,0910° 5,7096° 8,0261° 11,3517° 12,4765° 19,4117° 29,7281° 34,8288° 46,0174°	6,12° 6,12° 10,00° 11,73° 12,25° 20,07° 29,21° 35,13° 46,31°		

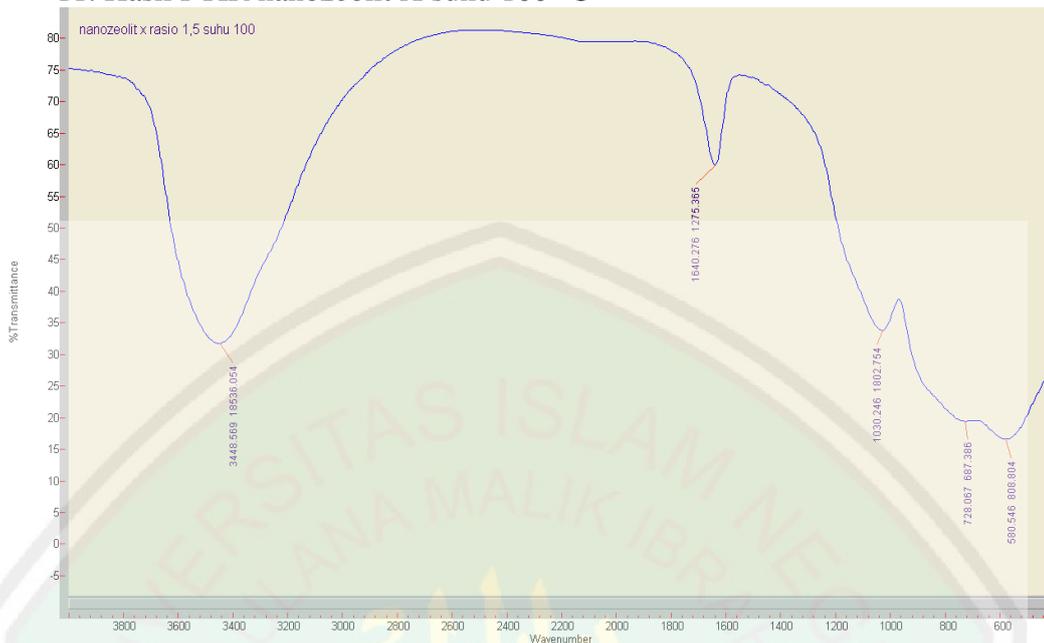
9. Hasil FTIR nanozeolit X suhu 70 °C



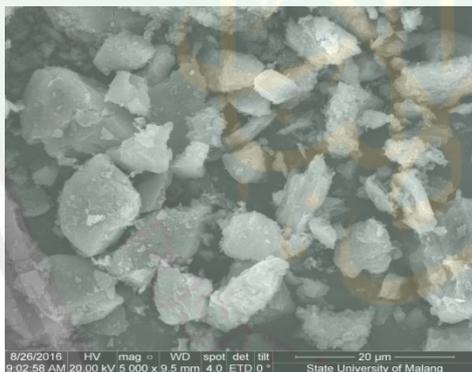
10. Hasil FTIR nanozeolit X suhu 85 °C



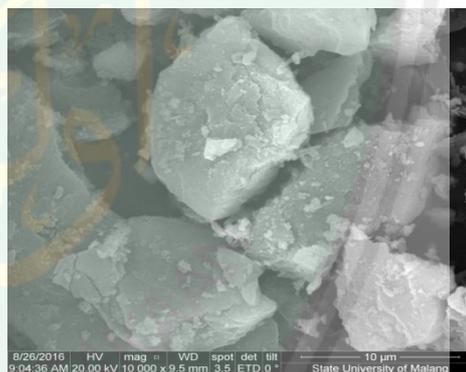
11. Hasil FTIR nanozeolit X suhu 100 °C



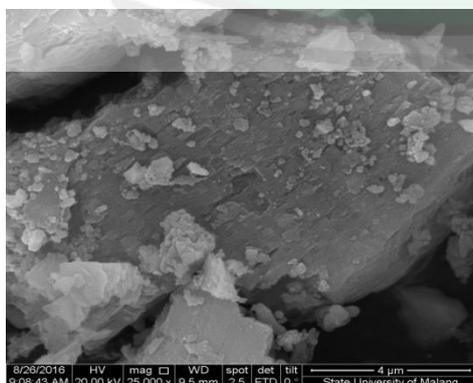
12. Hasil SEM nanozeolit X suhu 100 °C



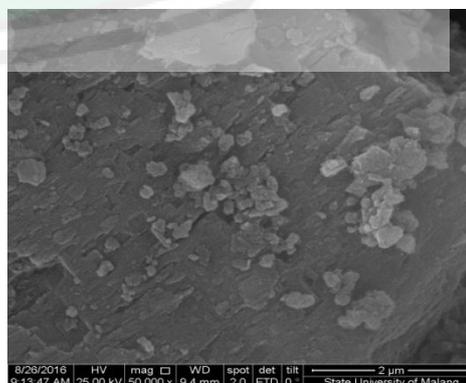
Perbesaran 5000 x



Perbesaran 10000 x



Perbesaran 25000 x



Perbesaran 50000 x

Lampiran 6 Data Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites (Treacy dan Higgins, 2001)

1. Zeolit X

FAU

Na-X, Hydrated

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

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

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

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

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

2. Zeolit A

LTA

Linde Type A, Hydrated

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

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

Lampiran 7. Dokumentasi



1. Sekam padi



2. Abu sekam padi



3. Proses ekstraksi silika



4. Proses ekstraksi silika



5. Proses ekstraksi silika



6. Silika hasil estraksi



7. Proses awal sintesis nanozeolit



8. Proses awal sintesis nanozeolit



9. Proses pencampuran bahan



10. Setelah pengadukan 1 jam



11. Hasil nanozeolit X suhu 70, 85 dan 100 °C

Lampiran 8. Persembahan

PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah memberikan kesehatan jasmani maupun rohani sehingga saya dapat menyelesaikan karya tulis ilmiah ini dengan lancar.

Hasil karya tulis ilmiah ini saya persembahkan terkhusus untuk orang yang sangat saya cintai dan sayangi yakni kedua orang tua saya.

*Untuk ayahku **MUHTAR EFENDI** dan ibuku **MAIMUNAH** yang selalu berjuang, berusaha dan tak pernah mengenal yang namanya lelah untuk mencari nafkah agar saya dapat menyelesaikan kuliah S1 ini.*

Yang selalu memberikan nasihat, motivasi dan semangat kepada saya untuk terus berjuang dalam menyelesaikan kuliah agar kelak di masa yang akan datang bisa menjadi orang yang sukses dan bisa mengangkat derajat kedua orang tua dan keluarga.

*Untuk kakakku **M. FAKHRIZAL AL-AMIN** yang juga selalu memberikan semangat dan motivasi kepada saya.*

Untuk keluarga besarku yang selalu membantu, selalu memberikan semangat, selalu memberikan motivasi, selalu memberikan dukungan dan motivasi agar secepatnya menyelesaikan kuliah dan setelah itu menjadi orang sukses.

*Yang terakhir untuk teman-temanku kimia angkatan 2012 yang selalu memberikan semangat, terkhusus untuk temanku **AURIZA UMAMI ULFATAFIA, S.Si** yang hampir 4 tahun bersama yang selalu membantu jika saya lagi susah, selalu memberikan semangat jika saya malas-malasan.*

Terimakasih semuanya karya tulis ilmiah ini saya persembahkan untuk kalian semua

Lampiran 9. Motto

MOTTO

Sesuatu akan menjadi kebanggaan,

Jika sesuatu itu dikerjakan,

Dan bukan hanya dipikirkan.

Sebuah cita-cita akan menjadi kesuksesan,

Jika kita awali dengan bekerja untuk mencapainya,

Bukan hanya menjadi impian.

**INGATLAH BAHWA KESUKSESAN SELALU
DISERTAI DENGAN KEGAGALAN**



JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Cajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933
www.uin-malang.ac.id Email: info@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama : ARYANI IMELDA RIZZI
 NIM : 12620082
 Judul Skripsi : SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANODENDRIT x DAPI ABU SEKAM PADI MENGGUNAKAN VARIASI SUHU HIPOTERMAL
 Pembimbing Utama : SUCI AMALIA, M.Sc
 Pembimbing Agama : Amroa Ahtoyan, M.Pi
 Konsultan : SUSI NURUL KHALEFAH, M.Si

No.	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1.	Selasa 22-09-2015	BAB I	in liter belakang dan jurnal - jurnal - dan literatur yg diambil, rekam - rekam yg membahas soal s. nanodendrit	
2.	Kamis 19-11-2015	BAB I	Penelitian jurnal sintesis dendrit x dapi sekam padi dan bahan sintesis dan jurnal tentang sintesis dg template organik	
3.	Rabu 16-12-2015	BAB I	pelasan molen tentang perbedaan suhu dg ukuran nano dan hasil nano pelasan pada uji test spektroskopik by menggunakan template organik dan tidak menggunakan	
4.	Sabtu 19-12-2015	BAB I dan BAB II	bab I dan bab II molen tentang karakterisasi nanodendrit x dapi sekam padi dan bahan sintesis	
5.	selesai 22-12-2015	BAB I dan BAB II	bab I dan bab II molen tentang karakterisasi nanodendrit x dapi sekam padi dan bahan sintesis	
6.	selesai 11-01-2016	BAB I, II dan III Materi seminar proposal	perbaikan metode molen molen menggunakan tipe spektroskopik molen sintesis	
7.	selesai 18-01-2016	materi seminar proposal latihan presentasi PPT	penambahan materi isi PPT lebih lengkap	
8.	Selasa 19-01-2016	PPT latihan presentasi	penambahan materi belajar tentang metode sel sel hipotermal	
9.	Rabu 20-01-2016	PPT latihan presentasi materi yg perlu dipelajari/ditulis	penambahan materi referensi diperbanyak	
10.	Rabu 27-01-2016	BAB I, II dan III, dapus	penyusunan dapus harus peluru molen dg metode sintesis	
11.	Selasa 02-02-2016	BAB III, jurnal dibuat acuan metode	metode sintesis dg suhu suhu 70, 80, 100°C selama 24 jam	
12.	Selasa 02-02-2016	BAB I, II dan III, dapus	penyusunan dapus tdk boleh http penulisan isi proposal	
13.	Kamis 04-02-2016	BAB I, II, III, dapus	ACC	
14.	Jumat 05-02-2016	latihan molen		
15.	Selasa 09-02-2016	BAB IV dan bab V, dapus	penyusunan dapus	
16.	Kamis 11-02-2016	BAB IV	isi pembahasan proposal diperjelas	
17.	Jumat 12-02-2016	BAB IV	dibandingkan hasil dengan penelitian sebelumnya	
18.	selesai 22-02-2016	BAB IV	perbaiki kalimat	
19.	Rabu 24-02-2016	Abstrak, BAB IV, BAB V, dapus	dapus perlu molen	
20.	Kamis 25-02-2016	Abstrak, BAB IV, BAB V, dapus	penyusunan FTM & pengklas Abstrak diperjelas	



Kedalaman Spiritual, Keunggulan Akhlak, Keluasan Ilmu dan Kematangan Profesional