

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI RASIO MOLAR $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN
METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:

AURIZA UMAMI ULFATAFIA

NIM. 12630083



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI RASIO MOLAR $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN
METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

**Oleh:
AURIZA UMAMI ULFATAFIA
NIM. 12630080**

**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**

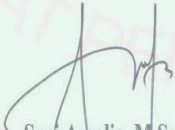
SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI RASIO MOLAR $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN
METODE SOL-GEL

SKRIPSI

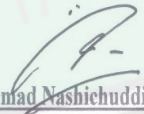
Oleh:
AURIZA UMAMI ULFATAFIA
NIM. 12630083

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 19 Oktober 2016

Pembimbing I


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

Pembimbing II


Achmad Nashichuddin, M.A
NIP. 19730705 200031 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

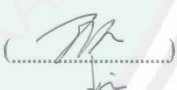
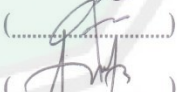
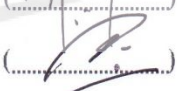

Elok Kandung Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI RASIO MOLAR $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN
METODE SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:
AURIZA UMAMI ULFATAFIA
NIM. 12630083

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

Penguji Utama	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	()
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317	()
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	()
Anggota Penguji	: Achmad Nashichuddin, M.A NIP. 19730705 200031 1 002	()

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 : Auriza Umami Ulfatafia
NIM : 12630083
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : "Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit X dari Abu Sekam
Padi dengan Variasi Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
Menggunakan Metode Sol-Gel"

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

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

Malang, 27 Oktober 2016

Yang Membuat Pernyataan,


METERAI TEMPEL
17C17CADF762363318
6000
ENAM RIBU RUPIAH

Auriza Umami Ulfatafia
NIM. 12630083

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barokatuh

Puji syukur bagi Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis atas terselesaikannya skripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT X DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI RASIO MOLAR $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ MENGGUNAKAN METODE SOL-GEL”**. Shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing kita ke jalan yang benar, yaitu jalan yang diridhai Allah SWT. Skripsi ini merupakan salah satu studi yang harus ditempuh untuk syarat menyelesaikan program S-1 (Strata-1) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulisan skripsi ini tidak luput dari bantuan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis menghaturkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Orang tua penulis, Bapak Saefun Nasir dan ibu Hidayatul Choiriyah, serta adik kandung saya Afalalailatin Nisfi yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan, serta seseorang yang selalu menemani sekaligus memberikan motivasi kepada penulis.
2. Bapak Prof. H. Mudjia Raharjo, M.Si., selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Suci Amalia, M. Sc selaku dosen pembimbing dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen konsultan yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Teman-teman jurusan Kimia angkatan 2012 dan khususnya kepada teman saya Aryani imelda rizqi serta semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya kepada penulis.
6. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penulis.

Semoga amal perbuatan Bapak/Ibu serta semua pihak yang membantu dalam proses penyelesaian skripsi ini diridhoi oleh Allah SWT dan dicatat sebagai amal sholeh Bapak/Ibu/Saudara sekalian.

Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua, yaitu bagi penulis pada khususnya dan bagi pembaca pada umumnya. Amin.

Wassalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barokatuh.

Malang, 27 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
مستخلص البحث	xv
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	10
1.3 Tujuan	10
1.4 Batasan Masalah	10
1.5 Manfaat Penelitian	10
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sekam Padi	12
2.2 Zeolit X	14
2.3 Sintesis Nanozeolit X	18
2.4 Karakterisasi Nanozeolit X	22
2.4.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	22
2.4.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	24
2.4.3 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	28
2.4.4 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR)	31
2.5 Metode Sintesis Nanozeolit X	34
2.5.1 Metode Sol-Gel	34
2.5.2 Metode Hidrotermal	37
2.6 Semua Ciptaan Allah Bermanfaat dalam Perspektif Islam	38
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	42
3.2 Alat dan Bahan	42
3.2.1 Alat-alat	42
3.2.2 Bahan-bahan	42
3.3 Rancangan Penelitian	43
3.4 Tahapan Penelitian	43
3.5 Prosedur Penelitian	44
3.5.1 Preparasi Sekam Padi	44
3.5.2 Ekstraksi SiO ₂ dari Abu Sekam Padi	45

3.5.3 Sintesis Nanozeolit X dari Abu Sekam Padi	45
3.5.3 Karakterisasi Nanozeolit X	47
3.5.3.1 <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF)	47
3.5.3.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	47
3.5.3.3 <i>X-Ray Fluoresence</i> (XRF).....	47
3.5.3.4 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	48
3.5.4 Analisis Data	48
3.5.4.1 Analisis Kemurnian.....	48
3.5.4.2 Analisis Ukuran Kristal	48
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Abu Sekam Padi	49
4.2 Ekstraksi SiO ₂ dari Abu Sekam Padi.....	51
4.3 Sintesis Nanozeolit X dengan Metode Sol-Gel	54
4.4 Karakterisasi Nanozeolit Sintesis dengan <i>X-Ray Diffraction</i> ...	57
4.5 Karakterisasi Nanozeolit Sintesis dengan <i>Scanning Electron Microscope</i>	62
4.6 Karakterisasi Nanozeolit Sintesis dengan <i>Fourier Transform Infra-Red</i>	64
4.7 Pemanfaatan abu sekam padi dalam Perspektif Islam	67
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	70
5.2 Saran.....	70
DAFTAR PUSTAKA	71
LAMPIRAN	80

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit	15
Gambar 2.2. Molekul dari zeolit X	16
Gambar 2.3 Skema pembentukan zeolit dengan templat sebagai molekul pengarah	20
Gambar 2.4 Prinsip kerja XRF	23
Gambar 2.5 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg.....	25
Gambar 2.6 Karakterisasi nanozeolit NaX dari literatur dengan analisa XRD	26
Gambar 2.7 Karakterisasi nanozeolit H-X dan Ba-X	26
Gambar 2.8 Karakterisasi nanozeolit NaX dari literatur dengan analisa XRD	27
Gambar 2.9 Difraktogram nanozeolit X	27
Gambar 2.10 Difraktogram mikrozeolit X.....	28
Gambar 2.11 Morfologis zeolit X dan kristal zeolit X.....	29
Gambar 2.12 Hasil karakterisasi nanozeolit X menggunakan SEM.....	30
Gambar 2.13 Hasil karakterisasi nanozeolit NaX menggunakan SEM	30
Gambar 2.14 Spektra FTIR zeolit X	33
Gambar 2.15 Proses sol-gel.....	36
Gambar 4.1 Hasil difraktogram abu sekam padi setelah ekstraksi	53
Gambar 4.2 Difraktogram nanozeolit X rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 dan 1,5.....	58
Gambar 4.3 Hasil SEM nanozeolit X rasio 1,5 a) perbesaran 5000 kali b) perbesaran 10000 kali c) perbesaran 25000 kali d) perbesaran 50000 kali	62
Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR nanozeolit X rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 ; 1,5.	64

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komposisi Kimia Sekam Padi	14
Tabel 2.2	Komposisi Abu Sekam Padi.....	14
Tabel 2.3	Karakterisasi nanozeolit EMT dari literatur dengan analisa XRF	23
Tabel 2.4	Jumlah kandungan silika dari abu sekam padi dan analisa kandungan silika setelah diekstraksi.....	23
Tabel 2.5	Ketentuan IR untuk zeolit	34
Tabel 3.1	Komposisi bahan sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1 : 1,5 : 2)	46
Tabel 4.1	Komposisi senyawa kimia dalam abu sekam padi dengan metode XRF.	50
Tabel 4.2	Hasil ekstraksi SiO_2 dari abu sekam padi.....	53
Tabel 4.3	Hasil analisis kuantitatif komposisi zeolit sintesis berdasarkan puncak yang muncul pada difraktogram hasil XRD.....	59
Tabel 4.4	Parameter sel satuan zeolit X rasio 1; 1, 1,5 menggunakan program Rietica dengan metode Le Bail	60
Tabel 4.5	Ukuran kristal nanozeolit X sintesis.....	61
Tabel 4.6	Hasil analisa kualitatif data FTIR dengan standar zeolit X.....	66

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Persamaan Bragg	25
Persamaan 3.1 Analisis kemurnian	48
Persamaan 3.2 Analisis ukuran kristal	48
Persamaan 4.1 Persamaan Debye-Scherrer	51
Persamaan 4.2	51
Persamaan 4.3	51
Persamaan 4.4	51
Persamaan 4.5	52
Persamaan 4.6	55
Persamaan 4.7	55
Persamaan 4.8	55
Persamaan 4.9	55
Persamaan 4.10	56
Persamaan 4.11	56

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema Kerja	80
Lampiran 2. Perhitungan Komposisi Reaktan	85
Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Pelarut.....	88
Lampiran 4. Hasil Karakterisasi.....	90
Lampiran 5. Hasil Data	99
Lampiran 6. Dokumentasi.....	104
Lampiran 7. Data JCPDS	106
Lampiran 8. Persembahan.....	108
Lampiran 9. Motto	109



ABSTRAK

Ulfatafia, A. U. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit X dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Menggunakan Metode Sol-Gel**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Achmad Nashichuddin, M.A; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Abu sekam padi memiliki kandungan senyawa SiO_2 berkisar antara 85–97% apabila dibakar pada suhu 500–700 °C selama 1–2 jam yang dapat digunakan untuk pembuatan nanozeolit sintesis. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesis dan mengkarakterisasi nanozeolit X.

Tahapan dari penelitian ini adalah preparasi sampel dan pencucian abu sekam padi dengan HCl 1 M. Ekstraksi SiO_2 dari abu sekam padi dilanjutkan analisis XRF untuk mengetahui prosentase silika. Selanjutnya, dilakukan proses sintesis nanozeolit X dengan templat organik TMAOH menggunakan metode sol-gel. Variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1; 1,25; 1,5. Proses sintesis dilakukan dengan cara mencampurkan bahan dengan komposisi molar 0,7 TMA_2O : 0,003 Na_2O : x Al_2O_3 : 2,16 SiO_2 : 125 H_2O , pengadukan selama 2 jam dan waktu pemeraman selama 72 jam dilanjutkan dengan kristalisasi 48 jam pada suhu 100°C. Selanjutnya, karakterisasi XRD untuk analisis kristalisasi dan kemurnian dan FTIR untuk analisis gugus fungsi nanozeolit X.

Hasil XRF menunjukkan prosentase silika dalam abu sekam padi setelah ekstraksi sebesar 94,7 %. Hasil XRD menunjukkan bahwa pada rasio 1 terdapat campuran nanozeolit A dan X, rasio 1,25 diperoleh puncak nanozeolit X yang muncul lebih sedikit tanpa campuran dan pada rasio 1,5 diperoleh puncak nanozeolit X yang muncul lebih banyak tanpa adanya campuran. Ukuran kristal pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25; dan 1,5 berturut-turut adalah 25–44 nm; 7–88 nm; dan 11–50 nm. Analisis SEM menunjukkan morfologi kristal nanozeolit X hasil sintesis pada rasio 1,5 memiliki keteraturan sangat rendah. Hasil analisis FTIR menunjukkan puncak-puncak serapan khas gugus fungsi dari kerangka nanozeolit tipe *faujasite* yang berupa cincin ganda pada daerah bilangan gelombang 573–582 cm^{-1} .

Kata Kunci: Abu sekam padi, templat organik, nanozeolit X, variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, metode sol-gel.

ABSTRACT

Ulfatafia, A. U. 2016. **The Synthesis and Characterization of Nanozeolit X of Rice Husk ashes with Molar Ratio variation of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ with using Sol-Gel method.** 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: Achmad Nashichuddin, M.A; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Sc.

Rice husk ashes contain compounds of SiO_2 ranging between 85-97% when burn at a temperature of 500-700 ° C for 1–2 hours can be used for the manufacture of nanozeolit of synthesis. This research aimed to synthesize and characterize the nanozeolit X.

The stages of this research were the sample preparation and washing of rice husk ashes with HCl 1 M. Extraction of SiO_2 from rice husk ashes was continued by XRF analysis that was to determine the percentage of silica. Furthermore, the synthesis process of nanozeolit X with an organic template of TMAOH used sol-gel method. The molar ratio variation of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ was 1; 1.25; 1.5. Synthesis process was done by mixing the material with a composition of 0.7 molar of TMA_2O : 0,003 Na_2O : x Al_2O_3 : 2,16 SiO_2 : 125 H_2O , stirring for 2 hours and curing time for 72 hours followed by crystallization of 48 hours at a temperature of 100°C. Furthermore, XRD characterization for crystallization and purity analysis and FTIR were to analyze functional groups of nanozeolit X.

XRF results showed the percentage of silica in rice husk ashes after extraction was 94.7%. The crystal size of Nanozeolite X of molar ratio of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1.25 and 1.5 was in the range of $2\theta = 5$ in a row of 25–44 nm; 7–88 nm; and 11 – 50 nm. SEM (*Scanning Electron Microscope*) analysis showed crystal morphology of nanozeolit X that synthesized at a ratio of 1.5 had a very low order. The results of FTIR analysis showed typical absorption peaks of the functional groups and framework of nanozeolit of faujasite type that occurred in the area of wave number was 573 –582 cm^{-1} .

Keywords: rice husk ashes, organic template, nanozeolit X, the molar ratio variation of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, sol-gel method.

مستخلص البحث

ألفتيا، أوريذا أممي. ٢٠١٦. توليف وتوصيف نانو الزيوليت **X nanozeolit** من الرماد قشر الأرز مع الاختلافات نسبة مولية من $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ باستخدام الطريقة سول غيل (**Sol-Gel**) بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: سوجي أماليا، الماجستير. المشرف الثاني: أحمد نسيخ الدين، الماجستير. مستشار: سوسي نور الخليفة، الماجستير.

الرماد القشر الأرز يحتوي على مركبات SiO_2 يعنى بين ٨٥-٩٧٪ عندما احترقت عند درجة حرارة ٥٠٠-٧٠٠ درجة مئوية لمدة ١-٢ ساعات تمكن استخدامها لتصنيع التوليف نانو الزيوليت و الهدف هذه الدراسة لتجمع وتوصيف نانو الزيوليت X المراحل من هذا البحث هو إعداد العينات وغسل الرماد قشر الأرز مع حمض الهيدروكلوريك ١ م. واستخراج SiO_2 من رماد قشر الأرز واصلت تحليل XRF لتحديد نسبة السيليكا. وعلاوة على ذلك، فإن عملية التوليف نانو الزيوليت X مع تتراميتيلامونيوم هيدروكسيد TMAOH قالب العضوية باستخدام طريقة سول غيل. الاختلافات في نسبة المولي من $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ يساوي ١؛ ١.٢٥، ١.٥. تتم عملية التوليف عن طريق خلط المواد مع تكوين $\text{SiO}_2 : 125 \text{ H}_2\text{O} : 2,16 \text{ Al}_2\text{O}_3 : x \text{ Na}_2\text{O} : 0,003 \text{ TMA}_2\text{O} : 7$ ، مع التحريك لمدة ٢ ساعتين ووقت المعالجة لمدة ٧٢ ساعات تليها التبلور من ٤٨ ساعات في درجة حرارة ١٠٠. وعلاوة على ذلك، وتوصيف حيود الأشعة السينية لبلورة ونقاء تحليل و تحويل فورييه الأشعة تحت الحمراء لتحليل المجموعات الوظيفية نانو الزيوليت X وأظهرت النتائج (*X-Ray Fluorescenc*) XRF نسبة السيليكا في الرماد قشر الأرز بعد استخراج ٩٤.٧٪. حجم الكريستال نانو الزيوليت X نسبة المولي $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,25 و ١.٥ في نطاق $20^\circ = 5$ على التوالي هو 44 - 25 نانومتر. 7 - 88 نانومتر. و 50 - 11 نانومتر. وأظهر تحليل (مجهر الإلكتروني المسح) SEM الكريستال التشكل نانو الزيوليت X تصنيعه بنسبة ١.٥ يحتوي على الترتيب المنخفض جدا. وأظهرت نتائج تحليل FTIR قمم امتصاص نموذجية من المجموعات الوظيفية نانو الزيوليت من النوع *faujasite* التي وقعت عدد موجة في ٥٨٢-٥٧٣ سم^{-١}.

كلمات الرئيسية: الرماد قشر الأرز ، قالب العضوي، نانو الزيوليت X ، والاختلافات في نسبة المولي من $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ، طريقة سول غيل.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara agraris yang memiliki jumlah tanaman padi yang melimpah. Tanaman padi dimanfaatkan oleh masyarakat sebagai bahan pokok pangan yang berupa beras selain itu tanaman padi juga menghasilkan limbah yang berupa sekam padi. Sekam padi tersebut dapat digunakan sebagai bahan pembakar batu bata merah atau untuk keperluan pembuatan abu gosok (Prasetyani, 1994; Hasliza, dkk, 2003).

Pemanfaatan limbah abu sekam padi, pada penelitian ini akan dicoba alternatif lain dengan mengupayakan konversi abu sekam padi menjadi produk bermutu dan memberikan nilai guna yang tinggi serta memberikan nilai ekonomis, sekaligus dalam rangka peningkatan kualitas lingkungan. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT pada surat Al-Luqman (31) :10 yang berbunyi :

خَلَقَ السَّمَاوَاتِ بِغَيْرِ عَمَدٍ تَرَوْنَهَا وَأَلْقَى فِي الْأَرْضِ رَوَاسِيَ 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.

Allah mengingatkan kekuasaannya bahwa dialah menumbuhkan bermacam-macam tumbuhan yang baik, bermanfaat dan yang menurunkan hujan dari langit untuk kehidupan manusia dan makhluk lainnya dimuka bumi ini. Tumbuh-tumbuhan itu adalah rezeki dari Allah untuk manusia, hewan dan makhluk lainnya, dengan daya akal dan pikiran yang juga merupakan anugerah dari Allah kepada manusia. Berbagai jenis dan macam tumbuh-tumbuhan telah dipelajari dan diungkapkan rahasia dan sifat-sifatnya terutama memberikan manfaat langsung untuk manusia. Perkembangan semakin maju saat ini, suatu riset telah membuktikan bahwa limbah padi salah satunya sekam padi telah dimanfaatkan dalam suatu penelitian yang dapat dijadikan sebagai sumber unsur silika tinggi yang digunakan untuk pembuatan zeolit. Pada penelitian sebelumnya, zeolit X dapat disintesis dari kaolin dan abu sekam padi sebagai sumber silika yang berupa natrium silikat. Penggunaan abu sekam padi sebagai sumber silika didasari oleh alasan bahwa kandungan silika pada kaolin tidak mencukupi untuk membentuk zeolit X. Selain itu, abu sekam padi memiliki kandungan silika yang tinggi, harganya relatif murah, bersifat amorf sehingga untuk peleburan abu sekam padi tidak memerlukan waktu yang lama dan temperatur yang tinggi (Sriyanti, dkk, 2005).

Menurut penelitian (Priyosulistyo, dkk, 1999; Prasad, dkk, 2001), bahwa abu sekam padi memiliki kandungan silika yang sangat tinggi apabila dibakar pada suhu 500 – 700 °C selama 1 – 2 jam. Kadar silika dalam abu sekam padi berkisar antara 85 – 97 %, kandungan silika yang sangat tinggi dari abu sekam padi ini digunakan sebagai sumber silika pada pembuatan zeolit sintetik. Menurut (Pratomo, 2013), bahwa kadar silika dari sekam padi sebesar 97,5 % apabila dibakar pada suhu 700 °C selama 6 jam dengan dicuci menggunakan HCl 1 M. 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. Diperoleh kadar silika dengan proses pencucian sebesar 95,85 %, sedangkan tanpa pencucian kadar silika sebesar 90 %. Aditama, S. N (2015) telah melakukan sintesis zeolit X dari abu vulkanik sebagai sumber silika dengan diperoleh kadar silika sebelum pencucian menggunakan HCl 1 M sebesar 22,2 % sedangkan setelah pencucian diperoleh kadar silika sebesar 35,3 %. Assolah, A (2015) telah mensintesis zeolit X dari lumpur lapindo sebagai sumber silika dan diperoleh kadar silika sebelum pencucian menggunakan HCl 2 M sebesar 19,70 % sedangkan setelah dilakukan pencucian diperoleh kadar silika sebesar 61,6 %.

Zeolit merupakan kristal alumina silika yang berstruktur tiga dimensi, yang terbentuk dari tetrahedral alumina dan silika dengan rongga-rongga di dalam yang berisi ion-ion logam, biasanya alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas. Secara empiris, rumus molekul zeolit adalah $M^{m+}_{n/m}[\text{Si}_{1-n}\text{Al}_n\text{O}_2] \cdot n\text{H}_2\text{O}$. Menurut Smart dan Moore (1993), zeolit mempunyai beragam kegunaan seperti katalis, penukar kation, penyaring molekul, dan adsorben.

Zeolit dapat ditemukan secara alami (zeolit alam) dan dapat pula dibuat dengan teknik tertentu (zeolit sintetik). Zeolit sintetik memiliki karakteristik yang berbeda dengan zeolit alam. Jika karakteristik zeolit alam tergantung dengan kondisi geologis dan geografis alam, maka karakteristik zeolit sintetik hanya dipengaruhi oleh teknik sintesis, kondisi proses pembuatan serta komposisi bahan baku (Auerbach, dkk, 2003). 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 dan kristalinitasnya yang rendah sehingga mengurangi kemampuannya sebagai *adsorbent* dan katalis (Warsito, dkk., 2008). Zeolit sintetik dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dari zeolit alam, antara lain dengan mengatur pori-porinya sehingga lebih spesifik pemanfaatannya. Zeolit yang disintesis dalam penelitian ini adalah zeolit X.

Menurut harjanto (1987), zeolit X digunakan sebagai adsorben dalam proses pengolahan limbah industri untuk mendapatkan gas metana murni dari limbah peternakan dan limbah sampah yang membusuk, serta sebagai bahan penukar ion pada proses penawaran (desalinasi) air laut (Kiti, 2012).

Peneliti telah banyak melakukan sintesis zeolit X dari bahan alam yang digunakan sebagai sumber silika diantaranya yaitu Georgieve, dkk (2009) telah melakukan sintesis zeolit Na-X dari *raw material* yang berasal dari kaolin dengan waktu kristalisasi 36 jam dengan suhu kristalisasi 95 °C, hasil XRD menunjukkan bahwa sintesis zeolit X dari kaolin memiliki kemurnian tinggi. Franus, dkk (2012) telah melakukan sintesis zeolit X dari abu layang didapatkan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,2 dihasilkan zeolit X sebesar 55–60 % pada suhu 75 °C. Wang, dkk.

(2012) telah mensintesis zeolit X dari *raw material low grade bauxite* dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2,93 menggunakan suhu kristalisasi 95°C selama 24 jam yang menghasilkan zeolit campuran antara zeolit X, zeolit A dan zeolit P. Asfadiyah (2014) telah melakukan sintesis zeolit X dari abu ampas tebu menggunakan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1: 1,5 dan 2 dengan suhu kristalisasi 75°C dihasilkan zeolit X dengan campuran zeolit A. Zeolit X terbaik dapat disintesis dengan menggunakan suhu yang rendah $< 100^\circ\text{C}$ dengan rasio sebesar 1–1,5.

Selain sintesis zeolit X dari bahan alam peneliti juga banyak melakukan sintesis zeolit X dari silika sintetik, diantaranya yaitu Masoudian, dkk. (2013) telah melakukan sintesis zeolit X dengan metode sol-gel dari sumber silika dan alumina sintetik dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,08, menggunakan waktu pemeraman selama 4 jam pada suhu ruang dengan suhu kristalisasi sebesar 75°C hasil XRD menunjukkan bahwa dihasilkan zeolit X murni dengan kristalinitas yang tinggi. Hal ini diketahui dari puncak-puncak difraktogram yang dihasilkan yaitu zeolit X tanpa adanya campuran *Faujasite* tipe lain. Kiti (2012) telah mensintesis zeolit X dari alumina dan silika sintetik dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,45 menghasilkan zeolit X murni. Htun, dkk. (2012) telah mensintesis zeolit NaX dari alumina dan silika sintetik dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 2,77 dengan suhu kristalisasi 100°C selama 6 jam dan waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu ruang dan diperoleh hasil zeolit Na-X dengan campuran *faujasite* yang lain. Berdasarkan kajian nilai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ zeolit X tersebut, diketahui bahwa rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 > 2$ dihasilkan zeolit campuran.

Penelitian zeolit X telah banyak dilakukan seperti yang telah dipaparkan, namun sintesis zeolit X dengan ukuran nano dari abu sekam padi belum pernah dilakukan. Nanozeolit merupakan zeolit yang memiliki skala ukuran nanopartikel kurang dari 100 nm. Nanozeolit lebih efisien digunakan sebagai katalis dan absorben karena nanozeolit memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dibandingkan dengan mikrozeolit (Abrishamkar, 2013). Secara umum, sifat nanozeolit tidak berbeda dengan sifat zeolit, hanya saja nanozeolit lebih unggul. Salah satu sifat yang paling menonjol adalah peningkatan reaktivitas dari material tersebut. Semakin kecil ukuran material maka luas permukaannya semakin besar sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi secara fisika maupun kimia dengan material lainnya semakin banyak (Yulizar, 2004). Selain itu, keterbatasan ukuran pori pada zeolit telah diatasi dengan melakukan beberapa strategi, dengan cara mensintesis zeolit menjadi nanozeolit yang berukuran 0,5 – 50 nm (Cundy dan Cox PA. 2005, Wang, dkk. 2003). Hal ini menjadi salah satu pertimbangan ekonomis bagi pengguna nanozeolit karena untuk mendapatkan kualitas produk yang tinggi, tidak perlu menggunakan material dalam kuantitas yang banyak.

Sintesis nanozeolit biasanya banyak menggunakan templat organik dalam jumlah yang banyak. Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanozeolit X dengan menggunakan templat organik yang berupa TMAOH (Tetramethylammonium Hydroxide) sebagai agen pengarah pembentukan struktur *faujasite* agar templat organik tersebut dapat menghasilkan suatu zeolit X yang murni. Selain itu, templat organik digunakan untuk mengontrol distribusi ukuran partikel dari suatu kristal nanozeolit X (Esmaeili, 2011).

Sintesis nanozeolit telah banyak dilakukan oleh peneliti yaitu Ansari, dkk. (2014) melakukan sintesis nanozeolit NaX dari alumina dan silika sintetis dengan metode *microwave* pada suhu 90 °C selama 3 jam dan diperoleh hasil analisa XRD yang ditunjukkan dengan kristalinitas tinggi. Rasouli, dkk., (2013) berhasil melakukan sintesis nanozeolit X murni dari silika sintetis yang berupa TEOS dengan metode hidrotermal dan menggunakan templat organik *tetramethylammonium bromide* ((TMA)₂ Br) dengan suhu sebesar 70 – 160 °C selama 36 – 72 jam. Diperoleh hasil bahwa ukuran nanozeolit sebesar 100 nm. Hasil yang diperoleh digunakan untuk pemisahan dan adsorpsi senyawa *para-xylene*. Fathizadeh dan Abdol Reza (2011) telah melakukan sintesis nanozeolit NaX dari alumina dan silika sintetis tanpa menggunakan templat organik dengan rasio molar SiO₂/Al₂O₃ sebesar 1,25, suhu kristalisasi 60 °C selama 4 hari dan diperoleh ukuran rata-rata kristal sebesar 105 nm dihasilkan nanozeolit Na-X murni yang ditunjukkan dengan kristalinitas tinggi. Maryam dan Ejhie (2013) telah melakukan sintesis nanozeolit X dari silika sintetis yang berupa TEOS (*Tetraethyl orthosilicate*) untuk mengetahui aktivitas fotokatalitik dengan menggunakan metode hidrotermal dan diperoleh ukuran partikel dengan range 75 – 85 nm. Hasil yang diperoleh bahwa nanozeolit NaX memiliki aktivitas fotokatalitik yang baik dalam penjernihan campuran antara larutan *methilen blue* dan *rhodamin B*.

Nanozeolit juga dapat disintesis dari bahan alam. Ghasemi dan Habibollah (2011) telah melakukan sintesis nanozeolit NaA dari sekam padi sebagai sumber silika tanpa penambahan zat organik, waktu pemeraman selama 3 hari dan diperoleh hasil ukuran kristal nanozeolit dengan *range* 50 – 120 nm. Azizi dan

Kavian (2013) telah melakukan sintesis nanozeolit Na-X dari *stem sweep ash* sebagai sumber silika tanpa menggunakan templat organik dengan suhu kristalisasi 50 °C selama 72 jam dan diperoleh hasil analisa XRD yang ditunjukkan nanozeolit Na-X murni dengan kristalinitas tinggi dan dihasilkan ukuran kristal nanozeolit Na-X berkisar antara 23 – 34 nm. Eng-poh Ng, dkk (2015) melakukan sintesis nanozeolit EMT (EMC-2) dari sekam padi sebagai sumber silika tanpa menggunakan templat organik dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,28, digunakan suhu kristalisasi 28 °C selama 28 hari dan dihasilkan kristalinitas tinggi dari hasil XRD, diperoleh ukuran partikel sebesar 15 nm.

Sintesis nanozeolit X dengan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi dapat dibentuk dengan menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan suatu metode sintesis padatan (termasuk material oksida) dengan teknik temperatur rendah yang melibatkan fasa sol dan gel (Ismunandar, 2006). Metode ini banyak digunakan dalam sintesis zeolit karena memiliki beberapa keuntungan yaitu kemurnian, kristalinitas yang tinggi dan sintesisnya dilakukan hanya satu tahap (Ramimoghadam, dkk, 2012). Penggunaan metode juga dapat mempengaruhi kemurnian dan kristalinitas dalam suatu sintesis nanozeolit sehingga selain faktor metode sintesis, faktor rasio molar juga dapat mempengaruhi penentu terbentuknya nanozeolit X murni. Menurut Sutarno, dkk. (2009) menjelaskan bahwa kristalinitas memiliki hubungan yang linear dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, kristalinitas semakin tinggi dengan naiknya rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Peneliti terdahulu banyak mensintesis zeolit X dengan memvariasikan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, hal ini disebabkan karena peningkatan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sangat mempengaruhi sifat fisik zeolit (Georgiev, dkk., 2009). Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

berpengaruh terhadap ukuran kristal, kristalinitas, diameter pori (*cavity/supercage*), luas permukaan dan keasamaan. Oleh karena itu, beberapa peneliti telah mengkaji pengaruh rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada sintesis zeolit. Das (2011) telah mensintesis zeolit X dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1–1,5. Kondisi yang digunakan adalah waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 6 jam pada 90 °C. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,4. Selain mempengaruhi sifat fisik, rasio molar juga mempengaruhi kemurnian zeolit sintetik yang digunakan.

Berdasarkan variasi rasio molar yang digunakan, penelitian ini akan dilakukan sintesis nanozeolit X pada variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 dan 1,5 dengan suhu hidrotermal 100 °C. Selanjutnya sebelum dilakukan sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi maka dianalisis terlebih dahulu menggunakan *X-Ray Fluorescence (XRF)* untuk mengetahui jumlah kandungan silika dari sekam padi. Hasil sintesis nanozeolit X dari sekam padi ini akan dikarakterisasi dengan menggunakan instrumentasi *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk analisis tingkat kristalinitas nanozeolit X dan menentukan kemurnian hasil sintesis, karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)* untuk analisis morfologi nanozeolit X dan karakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)* untuk mengetahui gugus fungsi nanozeolit X sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang tersebut maka dapat dirumuskan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakter hasil sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel?

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter hasil sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi dengan variasi molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel.

1.4 Batasan Masalah

1. Sumber silika yang digunakan untuk sintesis nanozeolit X dari sekam padi beras putih yang berasal dari limbah industri penggilingan padi di kecamatan Megaluh, Jombang.
2. Variasi yang digunakan adalah rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 dan 1,5.
3. Metode yang digunakan untuk sintesis nanozeolit adalah metode sol-gel.
4. Karakterisasi hasil sintesis nanozeolit menggunakan instrumen XRD (*X-Ray Diffraction*), SEM (*Scanning Electron Microscope*) dan FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

1.5 Manfaat Penelitian

1. Mengetahui kegunaan limbah padi yang berupa abu sekam padi yang dapat di sintesis menjadi nanozeolit X berdasarkan rasio molar.

2. Memberikan informasi tentang proses sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi yang efektif dengan variasi rasio molar, sehingga masyarakat dapat memanfaatkan abu sekam padi sebagai bahan dasar pembuatan zeolit.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam 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 yang terdapat pada jaringan selulosa (Sumaatmadja, D., 1985).

Sekam padi adalah bagian terluar dari butir padi, yang merupakan hasil sampingan saat proses penggilingan padi dilakukan. 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). Hasil penelitian sebelumnya telah dilaporkan bahwa sekitar 20 % dari berat padi adalah sekam padi, dan bervariasi dari 13 % sampai 29 % dari komposisi sekam adalah abu sekam yang selalu dihasilkan setiap kali sekam dibakar (Hara, 1986; Krishnarao, dkk., 2000).

Nilai paling umum kandungan silika (SiO_2) dalam abu sekam padi adalah 94–96 % dan apabila nilainya mendekati atau dibawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah (Houston, D. F., 1972; Prasad, dkk., 2001). Abu

sekam padi apabila dibakar secara terkontrol pada suhu tinggi (500–600 °C) akan menghasilkan abu silika yang dapat dimanfaatkan untuk berbagai proses kimia.

Silika yang terdapat dalam sekam ada dalam bentuk amorf terhidrat (Krishnarao, dkk., 1992). Abu sekam merupakan hasil karbonisasi sekam, agar optimal menjadi adsorben perlu suatu tahap proses aktivasi. Proses aktivasi kimia dipengaruhi oleh banyak faktor, antara lain jenis agen aktivator dan waktu perendaman. Tujuan penambahan agen aktivator tersebut untuk membersihkan pengotor dan meningkatkan kualitas adsorben. Waktu yang lama menghasilkan kualitas lebih baik dalam hal luas permukaan, gugus fungsi, dan kemampuan daya serap (Soenardjo, dkk., 1991).

Silika dalam sekam padi dapat dimanfaatkan untuk pembuatan zeolit. Telah diketahui bahwa sekam padi banyak mengandung silika sebesar 94,5 % apabila dibakar pada suhu 500 –700 °C selama 1–2 jam (Priyosulistyo, dkk., 1999). Kajian dan penelitian tentang penggunaan abu sekam padi sebagai sumber silika untuk sintesis zeolit telah dilakukan oleh (Hadi, H., 1993) untuk menghasilkan zeolit A. Demikian pula penelitian (Prasetyoko, D, dkk., 2003), menggunakan abu sekam padi untuk sintesis zeolit telah berhasil membuat zeolit jenis beta yang mempunyai kandungan silika tinggi.

Komposisi kimia sekam padi menurut (Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, 2009) bahwa 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. Menurut (Sarkawi, dkk., 2003) sekam padi terdiri dari 34 – 44 % selulosa, 23–30 % lignin, 13 – 39 % abu dan 8 – 15 % air. Komposisi kima sekam padi dapat ditunjukkan pada Tabel 2.1 sebagai berikut:

Tabel 2.1 Komposisi kimia sekam padi

Komponen	Kandungan (%)
Kadar Air	9,02
Protein Kasar	3,03
Lemak	1,18
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)

Abu dari hasil pembakaran sekam padi memiliki komponen kimia yang ditunjukkan pada Tabel 2.2 sebagai berikut:

Tabel 2.2 Komposisi abu sekam padi

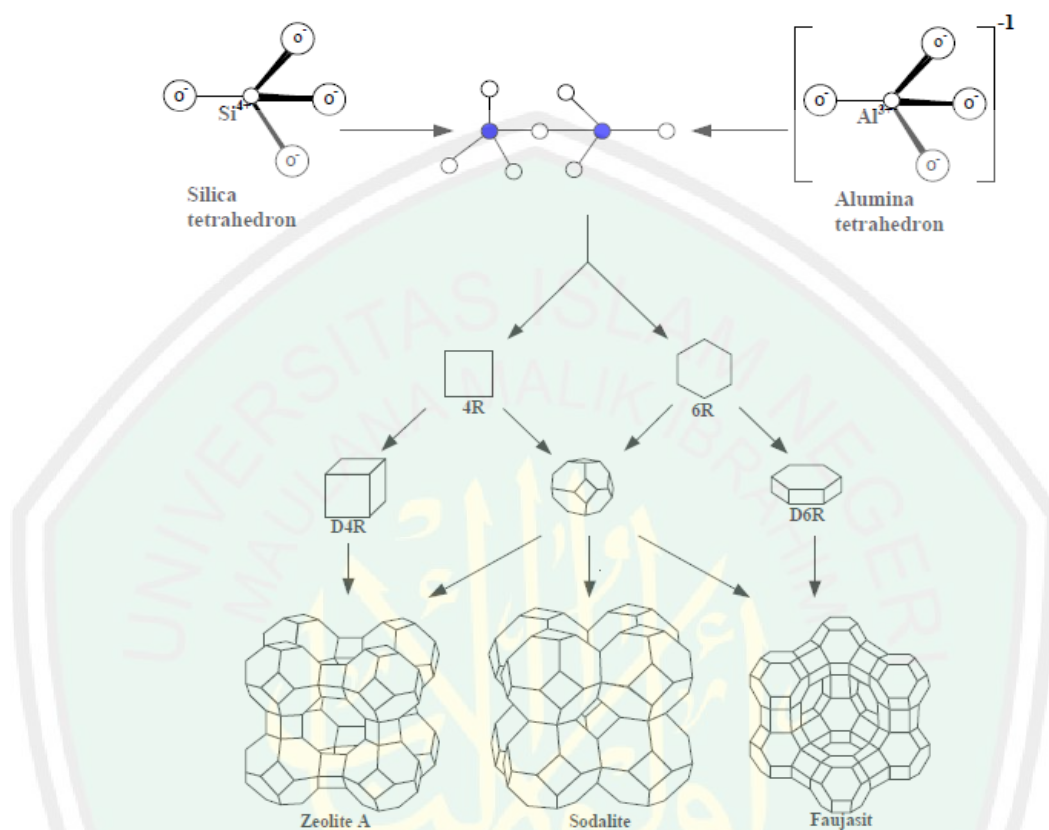
Senyawa	Presentase (%)
SiO ₂	94,4
Al ₂ O ₃	0,61
Fe ₂ O ₃	0,03
CaO	0,83
MgO	1,21
K ₂ O	1,06
Na ₂ O	0,77
SO ₃	–
LOI	–

Sumber: Foletto (2006)

2.2 Zeolit X

Zeolit X merupakan tipe zeolit sintetik yang termasuk dalam kelompok Faujasit (FAU) karena mempunyai topologi struktur kerangka yang sama walaupun keduanya merupakan spesi zeolit dengan karakteristik yang berbeda (Kurniawan, 2006). 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 (Kwakye, 2008). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.1

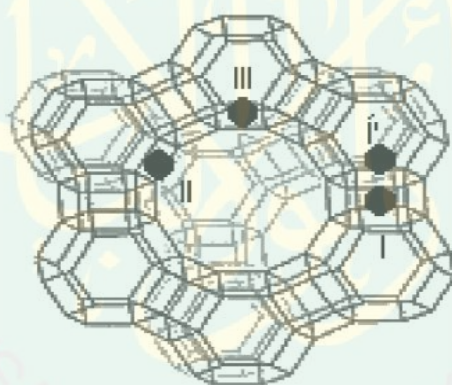


Gambar 2.1 Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit (Masoudian, dkk., 2013)

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 berlangsung dengan adanya molekul oksigen.

Struktur kerangka alumina silikat zeolit X dengan muatan negatif merupakan sistem pori tiga dimensi yang berisi kation penetral muatan dan dikarakterisasi oleh cincin 6 tetrahedral yang membentuk prisma heksagonal cincin 6 ganda, D6R (6-2) yang mengandung 12 tetrahedral (SiO_4 dan Al_2O_4) dan cincin tunggal 4,6 dan 8 sebagai unit pembangun sekunder. Unit polihedral zeolit X terbentuk dari kerangka 26 hedron sehingga menghasilkan rongga yang lebih besar dengan diameter sebesar 13 Å (Anna, 2004).



Gambar 2.2 Molekul dari zeolit X (Kuronen, dkk., 2006)

Zeolit terdiri dari 2 jenis, yaitu zeolit alam dan sintesis. Zeolit sintesis lebih murni jika dibandingkan dengan zeolit alam. Zeolit alam diperoleh dengan penambangan secara terbuka dapat secara mekanis ditemukan di Indonesia. Zeolit sintesis dapat dikelompokkan sesuai dengan perbandingan kadar komponen Al dan Si dalam zeolit menjadi (Mursi Sutarti, 1994):

1. Zeolit kadar Si rendah (kaya Al)

Zeolit jenis ini banyak mengandung Al, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya

dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit. Contoh zeolit Si rendah yaitu zeolit A dan X.

2. Zeolit kadar Si sedang

Jenis zeolit modernit mempunyai perbandingan $\text{Si/Al} = 5$ sangat stabil, maka diusahakan membuat zeolit dengan kadar Si yang lebih tinggi dari 1 yang kemudian diperoleh zeolit Y dengan perbandingan kadar $\text{Si/Al} = 1-3$. Contoh zeolit sintetis jenis ini adalah zeolit omega.

3. Zeolit kadar Si tinggi

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

4. Zeolit Si

Jika zeolit Si tinggi masih mengandung Al meskipun hanya sedikit, tetapi zeolit Si ini tidak mengandung Al sama sekali atau tidak mempunyai sisi kation sama sekali. Sifat zeolit jenis ini adalah sangat hidrofilik-hidrofobik sehingga dapat mengeluarkan atau memisahkan suatu molekul organik dari suatu campuran air. Contoh zeolit silika adalah silikalit .

Menurut Htun, dkk, (2012) telah mensintesis zeolit X , dimana parameter optimum yang digunakan adalah komposisi molar $3 \text{ SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : 4,2 \text{ Na}_2\text{O} : 180 \text{ H}_2\text{O}$, waktu pengadukan selama 1 jam pada suhu kamar , waktu pemeraman pada suhu kamar selama 24 jam, kristalisasi pada suhu 100°C selama 6 jam dan waktu pengeringan untuk zeolit X sintesis pada suhu 100°C selama 12 jam. Menurut hasil XRD zeolit yang terbentuk merupakan zeolit Na-X dan jenis *faujasite* yang

lain. Menurut hasil penyelidikan, kondisi optimum produk zeolit Na-X dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,77.

Penelitian Kiti (2012) menunjukkan bahwa sintesis zeolit X dapat dilakukan dengan komposisi molar 18 Na_2O : Al_2O_3 : 4 SiO_2 : 325 H_2O kemudian dikristalisasi selama 7 jam pada suhu konstan 95 °C dan padatan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 77 °C selama 8 jam dalam oven. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,45.

Peneliti terdahulu banyak mensintesis zeolit X dengan menvariasikan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, hal ini disebabkan karena peningkatan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sangat mempengaruhi sifat fisik zeolit (Georgiev, dkk., 2009). Das (2011) telah mensintesis zeolit X dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1–1,5. Kondisi yang digunakan adalah waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 6 jam pada 90 °C. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,4. Berdasarkan kajian rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ tersebut, penelitian ini akan dilakukan dengan mengambil variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1; 1,5 dan 2 untuk mengetahui pengaruh variasi tersebut pada sintesis zeolit X.

2.3 Sintesis Nanozeolit X

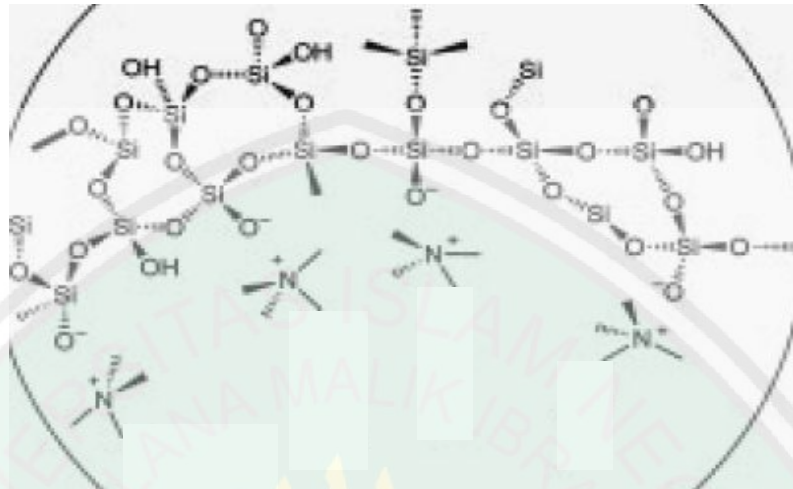
Nanozeolit merupakan zeolit yang memiliki skala ukuran nanopartikel kurang dari 100 nm. Nanozeolit lebih efisien digunakan sebagai katalis dan absorben karena nanozeolit memiliki luas permukaan yang lebih tinggi dibandingkan dengan mikrozeolit (Abrishamkar, 2013). Secara umum, sifat nanozeolit tidak berbeda dengan sifat zeolit, hanya saja nanozeolit lebih unggul.

Salah satu sifat yang paling menonjol adalah peningkatan reaktivitas dari material tersebut. Semakin kecil ukuran material maka luas permukaannya semakin besar sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi secara fisika maupun kimia dengan material lainnya semakin banyak (Yulizar, 2004). Hal ini menjadi salah satu pertimbangan ekonomis bagi pengguna nanozeolit karena untuk mendapatkan kualitas produk yang tinggi, tidak perlu menggunakan material dalam kuantitas yang banyak. Penelitian sintesis zeolit dengan ukuran nanopartikel digunakan suatu templat organik yang berfungsi sebagai molekul atau media pengarah struktur.

Templat organik digunakan sebagai agen pengarah pembentukan struktur *faujasite* agar templat organik tersebut dapat menghasilkan suatu zeolit X yang murni. Selain itu, templat organik digunakan untuk mengontrol distribusi ukuran partikel dari suatu kristal nanozeolit X (Esmaeili, 2011). Templat organik yang digunakan berupa surfaktan TMAOH sebagai molekul pengarah dalam pembuatan zeolit menghasilkan diameter pori sebesar 25–30 nm (Holmberg, 2003 dalam Warsito, dkk). Molekul pengarah yang tertinggal dalam pori zeolit dihilangkan melalui kalsinasi untuk mendapatkan struktur berpori (Mazak, 2006). Penghilangan surfaktan dengan kalsinasi untuk memperoleh kerangka aluminosilikat yang terbuka, berongga dan untuk pematapan kerangka padatan (Hamdan, 1992).

Templat adalah kation surfaktan difungsikan seperti kation untuk menetralkan kerangka yang anionik ($[\text{SiO}_4]^{4-}$ atau $[\text{AlO}_4]^{5-}$) (Mazak, 2006). Adanya surfaktan kation TMA^+ dalam campuran akan bereaksi cepat dengan

kerangka anionik yaitu ion silikat dalam proses perakitan struktur untuk membentuk suatu embrio zeolit.



Gambar 2.3 Skema pembentukan zeolit dengan templat sebagai molekul pengarah

Berdasarkan Gambar 2.3 bahwa ketika larutan aluminat dan larutan silikat dicampur dengan surfaktan, maka surfaktan akan membentuk suatu misel-misel untuk mengurangi tegangan permukaan, gugus-gugus hidrofobik akan berkumpul dan kepala hidrofilik surfaktan akan saling menjauhi gugus hidrofobiknya sehingga terbentuknya suatu lingkaran silinder. Secara elektrostatis gugus hidrofilik (kepala surfaktan) akan berinteraksi dengan unit bangunan primer (*primary building unit*) dari TO_4 . Satuan bangun primer struktur zeolit adalah suatu tetrahedral terdiri atas suatu atom pusat Si atau Al yang dikelilingi oleh empat atom oksigen, yaitu $[\text{SiO}_4]^{4-}$ atau $[\text{AlO}_4]^{5-}$ (Barrer, 1982). Interaksi lebih lanjut antara TO_4 dan surfaktan merupakan awal pembentukan inti zeolit, selanjutnya secara seketika akan berlangsung pertumbuhan kristal zeolit. Templat akan mempengaruhi variasi unit bangunan sekunder (*Secondary Building Unit*) yang terbentuk pada saat proses hidrotermal, oleh karena itu molekul organik dalam hal ini jenis surfaktan tertentu tidak mendorong ke arah pembentukan jenis

struktur zeolit spesifik tetapi lebih berbagai macam struktur zeolit, yang dapat dipadukan dari berbagai kombinasi dari unit bangunan sekunder (Shevade, 2000).

Fathizadeh, M dan Abdolreza, A. (2011) melakukan penelitian mengenai sintesis nanozeolit NaX dari alumina dan silika sintetik menggunakan metode hidrotermal dengan pengontrolan pada suhu dan pengadukan tanpa menggunakan templat organik dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,25. Hasil yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD). Dihasilkan bahwa menggunakan pengontrolan suhu dan pengadukan diperoleh kristalinitas yang tinggi.

Maryam, dkk (2013) telah melakukan sintesis nanozeolit X dari silika sintetik yang berupa TEOS (*Tetraethyl Orthosilicate*) menggunakan metode hidrotermal dengan komposisi rasio molar 5,5 Na_2O : 1,0 Al_2O_3 : 4,0 SiO_2 : 190 H_2O . Diperoleh hasil ukuran partikel dengan range 75–85 nm. Ghasemi (2011), telah melakukan sintesis nanozeolit NaA dari sekam padi sebagai sumber silika menggunakan suhu ruang tanpa penambahan zat organik dengan komposisi rasio molar Na_2O : 0,55 Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 150 H_2O . Diperoleh ukuran partikel nanozeolit NaA 50 – 120 nm.

Esmaeili (2011), melakukan sintesis nanozeolit LTA dari alumina dan silika sintetik menggunakan templat organik yang berupa TMAOH (*Tetramethyl Ammonium Hydroxide*) dengan komposisi rasio molar 0,86 NaOH : 5 TMAOH: 3,4 SiO_2 : 1,0 Al_2O_3 : 370 H_2O : 19,6 EtOH, diperoleh hasil ukuran partikel sebesar 60 – 170 nm. Rasouli (2013), telah melakukan sintesis nanozeolit dari alumina dan silika sintetik dengan menggunakan templat organik dengan komposisi rasio molar 0,7 $(\text{TMA})_2\text{Br}$: 0,003 Na_2O : 1,94 Al_2O_3 : 2,16 SiO_2 : 125 H_2O . Diperoleh

hasil kristinitas yang tinggi dari hasil analisa XRD dan diperoleh ukuran nanozeolit sebesar 100 nm.

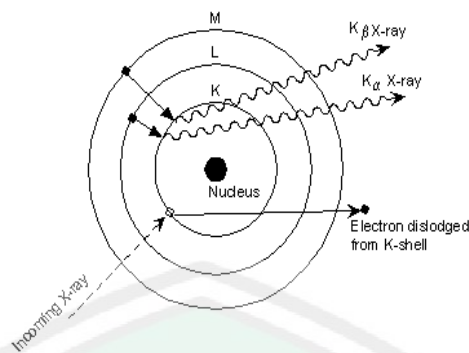
Telah banyak tipe nanozeolit yang berhasil disintesis, seperti NaA (Ghasemi, 2011), ZSM-5 (Huang, dkk., 2010) dan Faujasite (Holmberg, 2003).

2.4 Karakterisasi Nanozeolit X

2.4.1 *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).

Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar-X dari sumber sinar-X (Jenkin, 1988). Prinsip kerja XRF adalah foton yang memiliki energi tinggi (*X-rays*) menembak elektron pada kulit dalam (biasanya kulit K atau L) yang menyebabkan elektron tersebut berpindah ke lapisan kulit luarnya. Pada saat yang bersamaan, kulit dalam terjadi kekosongan elektron dan menyebabkan keadaan yang tidak stabil sehingga elektron dari kulit di atasnya berpindah mengisi kekosongan dengan mengemisikan sinar (*fluorescence*), dengan energi sebesar perbedaan energi dari kedua keadaan dan panjang gelombang yang sesuai dengan karakteristik dari tiap elemen. Intensitas sinar yang diemisikan sebanding dengan konsentrasi dari tiap elemen (Aurelia, 2005). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.4 Prinsip XRF (Fansuri, 2010)

Eng-Poh (2015) telah melakukan sintesis nanozeolit EMT (EMC-2) dari abu sekam padi. Hasil XRF dari abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 2.3 di bawah ini:

Tabel 2.3 Karakterisasi nanozeolit EMT dari literatur dengan analisa XRF

Komponen	Kadar (%)
SiO ₂	97,1
Al	—
Na	—
C	0,31
H	0,24
Fe	0,02

Sumber: (Eng-Poh, 2015)

Ghasemi (2011) telah melakukan sintesis nanozeolit NaA dari sekam padi tanpa templat organik. Diperoleh hasil analisa XRF pada Tabel 2.4 di bawah ini.

Tabel 2.4 Jumlah kandungan silika dari abu sekam padi dan analisa kandungan silika setelah diekstraksi

Komposisi	Abu Sekam Padi (%)	Silika Hasil Ekstraksi (%)
Fe ₂ O ₃	0,104	0,047
CaO	0,539	0,085
K ₂ O	0,103	0,121
SiO ₂	95,913	87,988
Al ₂ O ₃	0,192	0,477
MgO	0,24	0,077
Na ₂ O	—	0,566
P ₂ O ₅	0,302	—
SO ₃	0,044	—

Sumber: Ghasemi (2011)

2.4.2 Analisis Kristalinitas Nanozeolit X Menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Analisis difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X (mempunyai $\lambda = 0,5 - 2,5 \text{ \AA}$ dan energi $\pm 10^7 \text{ eV}$), yaitu pengukuran radiasi sinar-X yang terdifraksi oleh bidang kristal (Wahyuni, 2003). Penghamburan sinar-X oleh unit-unit padatan kristal, akan menghasilkan pola-pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Chang, 1998).

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

Spektroskopi XRD digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel. Dasar dari penggunaan XRD untuk mempelajari kisi kristal adalah berdasarkan persamaan Bragg. W.L Bragg yang ditunjukkan pada persamaan 2.1 (Aji dan Anjar, 2009). Gambar difraksi sinar-X oleh kristal ditunjukkan seperti pada Gambar 2.7. Sedangkan hasil difraktogram zeolit X ditunjukkan Gambar 2.8 yang menunjukkan bahwa 3 puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$, $10,7^\circ$, dan $15,4^\circ$ (Ulfah, dkk., 2006).

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

keterangan :

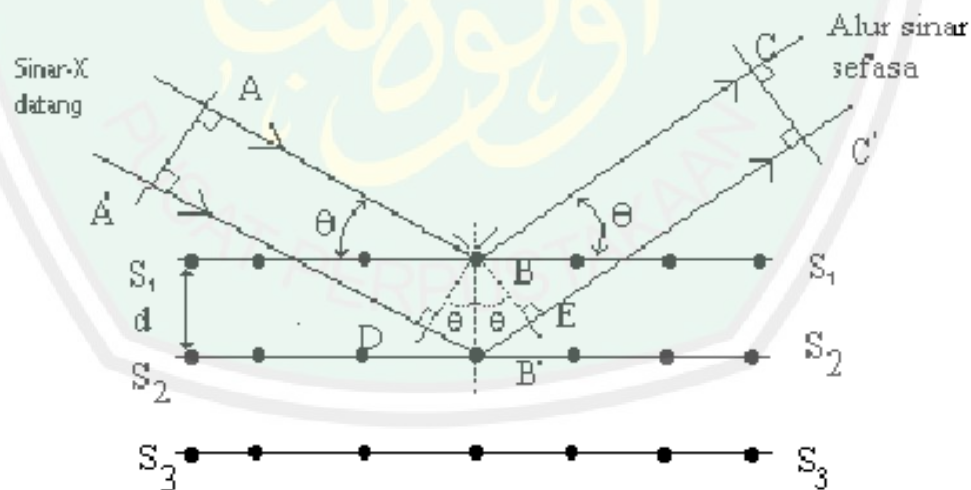
λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

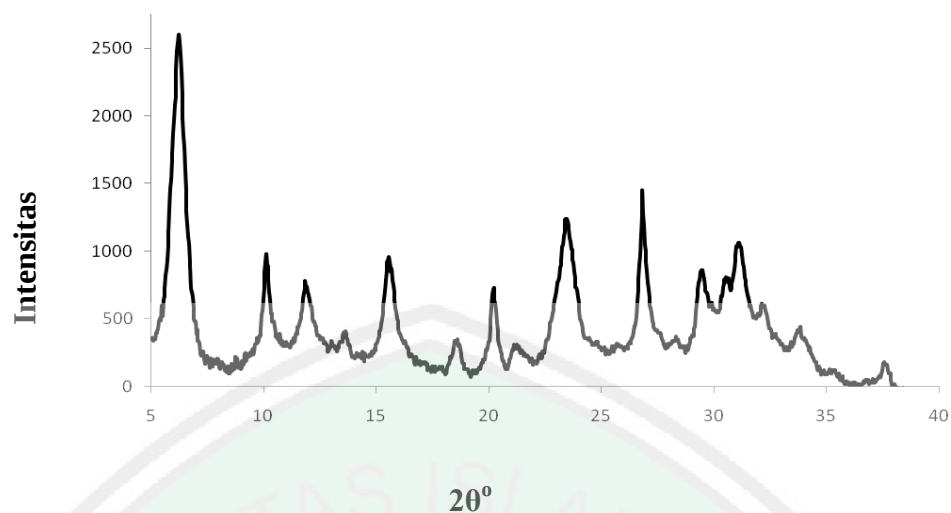
d : Jarak antara dua bidang kisi

n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan

Difraksi sinar X digunakan untuk mengidentifikasi fasa produk dan menghitung tingkat kristalinitas berdasarkan intensitas tertinggi. Fasa padatan sintesis diidentifikasi dengan membandingkan langsung dengan referensi yang diambil dari *collection of simulated XRD powder patterns for zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001)



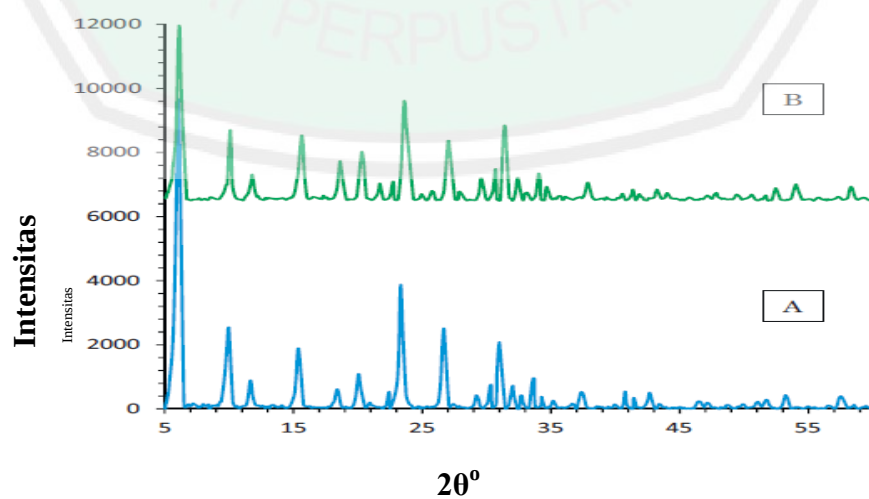
Gambar 2.5 Skema dari berkas sinar X yang memantulkan sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg (Hayati, 2007)



Gambar 2.6 Karakterisasi nanozeolit NaX dari literatur dengan analisa XRD (Fathizadeh dan Abdolreza, 2011)

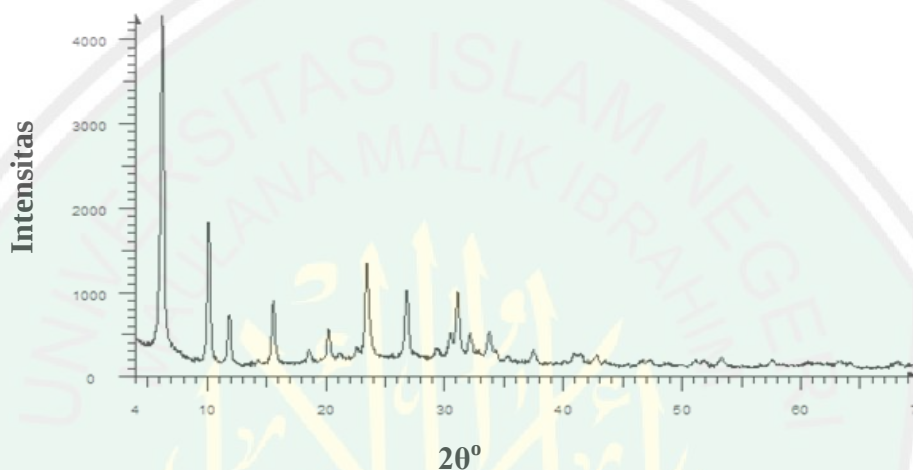
Berdasarkan Gambar 2.6 dilakukan sintesis nanozeolit NaX dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sebesar 1,25 tanpa menggunakan templat organik sehingga diperoleh hasil analisa XRD dengan kristalinitas yang tinggi dan dihasilkan rata-rata ukuran kristal nanozeolit X 105 nm (Fathizadeh dan Abdolreza, 2011).

Rasouli, dkk (2013), telah melakukan sintesis nanozeolit X dengan temperatur 70–160 °C selama 36–72 jam dengan menggunakan templat organik $(\text{TMA})_2\text{Br}$ maka diperoleh hasil analisa XRD bahwa memiliki kristalinitas yang identik dengan kristalinitas nanozeolit X.



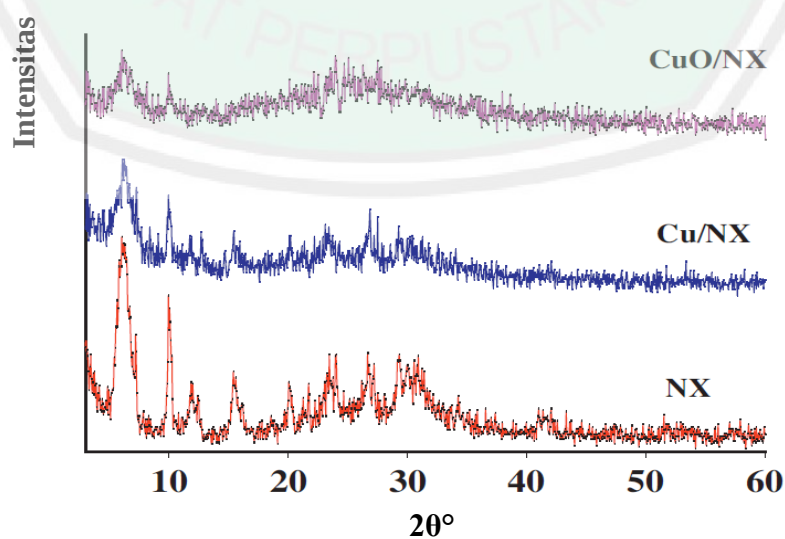
Gambar 2.7 Karakterisasi nanozeolit H-X dan Ba-X (Rasouli, dkk.,2013)

Azizi (2013), telah melakukan sintesis nanozeolit NaX dari *stem sweep ash* sebagai sumber silika tanpa menggunakan templat organik, dianalisa menggunakan XRD dihasilkan sintesis kristal nanozeolit NaX murni dengan ditunjukkan dengan kristalinitas tinggi. Hasil XRD dapat ditunjukkan Gambar 2.8 di bawah ini:

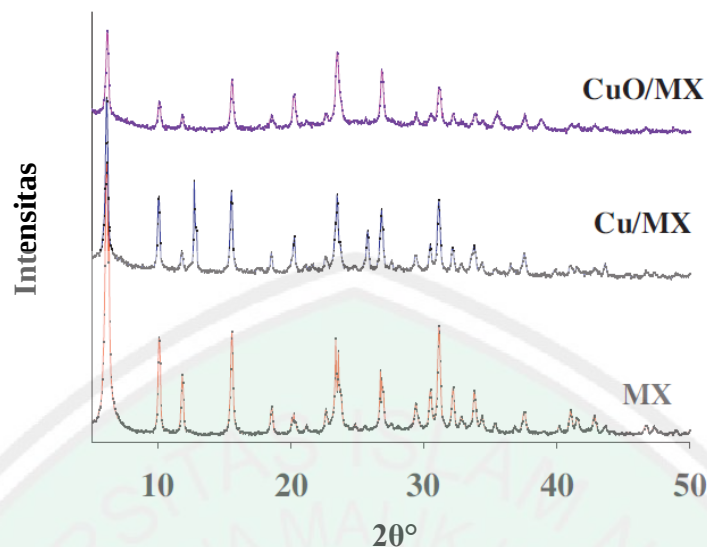


Gambar 2.8 Karakterisasi nanozeolit NaX dari literatur dengan analisa XRD (Azizi, 2013)

Maryam (2014) telah melakukan sintesis zeolit X dalam skala nanopartikel dan mikropartikel dan dihasilkan difraktogram XRD sebagai berikut:



Gambar 2.9 Difraktogram nanozeolit X



Gambar 2.10 Difraktogram mikrozeolit X

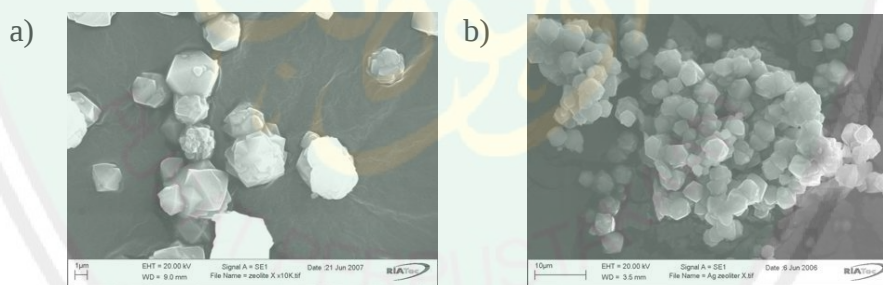
Berdasarkan Gambar 2.9 dan 2.10 bahwa hasil difraktogram nanozeolit X memiliki kristalinitas lebih rendah (amorf) dan difraktogram mikrozeolit X memiliki kristalinitas lebih tinggi.

2.4.3 Analisis Morfologi Menggunakan *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. Ketika elektron-elektron primer mengenai permukaan, elektron dipancarkan secara tidak elastis oleh atom-atom di dalam sampel sehingga terjadi penghamburan, 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).

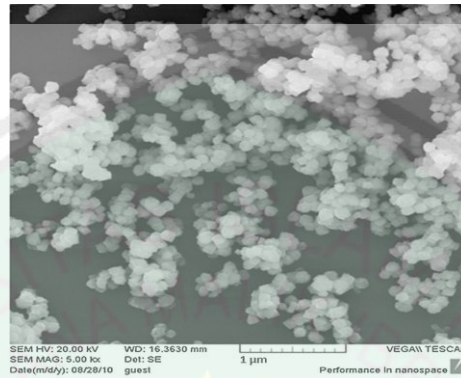


Gambar 2.11 Hasil SEM zeolit X a) ukuran kristal zeolit X sebesar 1 μm b) ukuran kristal zeolit X sebesar 10 μm (Kiti, 2012).

Berdasarkan Gambar 2.11 bahwa zeolit X mempunyai bentuk kristal yang sangat mirip dengan standard zeolit X. Rata-rata ukuran kristal zeolit dari hasil SEM adalah sekitar 0,5 μm (Kiti, 2012).

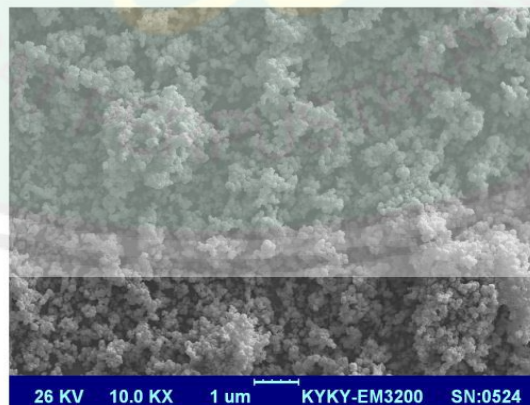
Rasouli, dkk (2013) telah melakukan sintesis nanozeolit X dari alumina dan silika sintetik menggunakan templat organik $(\text{TMA})_2\text{Br}$ dengan komposisi rasio molar sebesar 0,7 $(\text{TMA})_2\text{Br}$: 0,003 Na_2O : 1,94 Al_2O_3 : 2,16 SiO_2 : 125 H_2O pada

suhu antara 70 –160 °C selama 36–72 jam, kemudian dianalisis menggunakan SEM dihasilkan ukuran rata-rata kristal sebesar 100 nm. Hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 2.12



Gambar 2.12 Hasil karakterisasi nanozeolit X menggunakan SEM

Azizi (2013), telah melakukan sintesis nanozeolit NaX dengan menggunakan silika dari bahan alam tanpa menggunakan templat organik, kemudian dianalisis menggunakan SEM dihasilkan ukuran rata-rata kristal sebesar 23–34 nm. Hasil SEM ditunjukkan pada Gambar 2.13



Gambar 2.13 Hasil karakterisasi nanozeolit NaX menggunakan SEM

2.4.4 Analisis Gugus Fungsi Nanozeolit X menggunakan *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 kbasit, sedangkan zeolit yang tidak memiliki cincin ganda adalah zeolit P, W, dan zeolon.

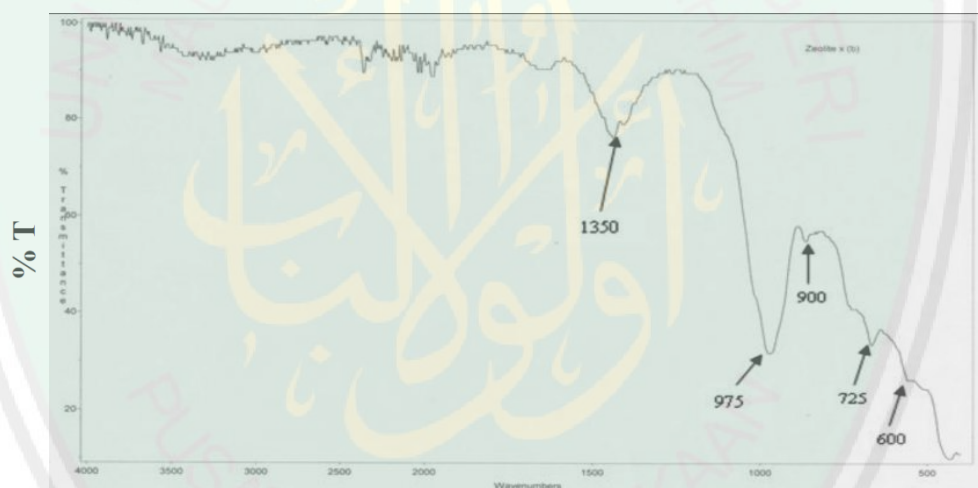
4. Tipe tekukan Si-O atau Al-O ($500-420\text{ cm}^{-1}$)

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).



Bilangan gelombang (cm^{-1})

Gambar 2.14 Spektra FTIR zeolit X (Kiti, 2012)

Gambar 2.14 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 2.5 Ketentuan IR untuk zeolit

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

Sumber: Flanigen, dkk. (1991)

2.5 Metode Sintesis Nanozeolit X

2.5.1 Metode Sol-Gel

Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2011). Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa sicair membentuk koloid. Sedangkan, gel merupakan padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat. Namun, kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal (Ismunandar, 2006).

Tahapan metode sol-gel meliputi proses hidrolisis, kondensasi, pematangan, dan pengeringan (Fernandez, 2011):

A. Hidrolisis

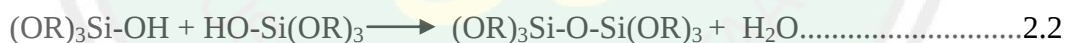
Pada tahap pertama logam prekursor (alkoksida) dilarutkan dalam alkohol dan terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi asam, netral atau basa menghasilkan sol koloid. Hidrolisis menggantikan ligan (-OR) dengan gugus hidroksil (-OH) dengan reaksi sebagai berikut (Fernandez, 2011):



Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air atau prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut atau prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat. Katalis yang digunakan pada proses hidrolisis adalah jenis katalis asam atau katalis basa, namun proses hidrolisis juga dapat berlangsung tanpa menggunakan katalis. Dengan adanya katalis maka proses hidrolisis akan berlangsung lebih cepat dan konversi menjadi lebih tinggi (Fernandez, 2011).

B. Kondensasi

Pada tahapan ini terjadi proses transisi dari sol menjadi gel. Reaksi kondensasi melibatkan ligan hidroksil untuk menghasilkan polimer dengan ikatan M-O-M. Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol (Fernandez, 2011). Persamaan reaksinya yaitu (Brinker dan Scherer, 1990):

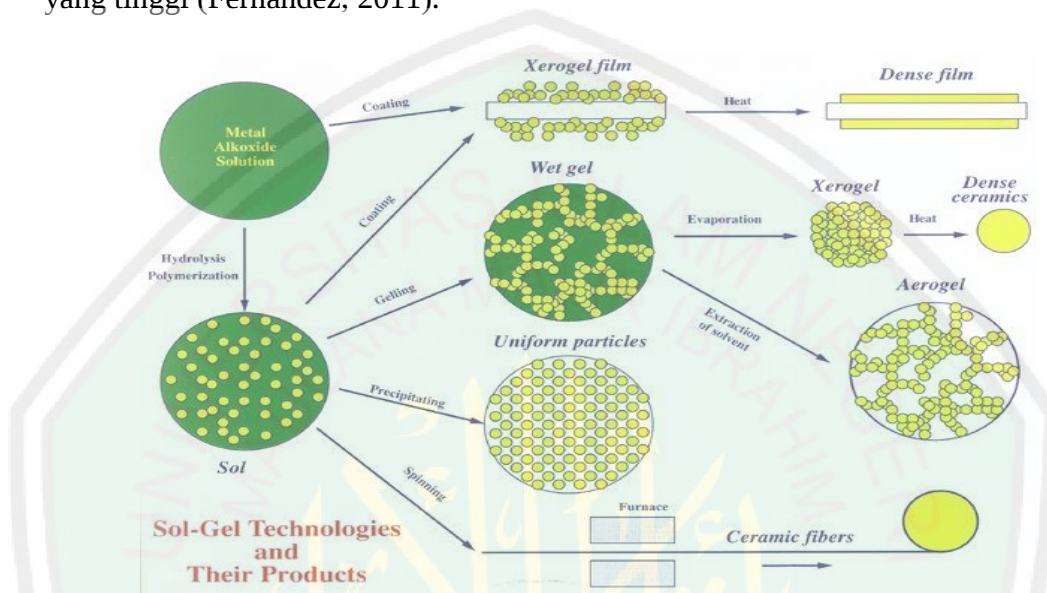


C. Pematangan (Ageing)

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).

D. 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).



Gambar 2.15 Proses sol-gel (Widodo, 2010)

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

2.5.2 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 100 °C, 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 (suhu 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 suhu 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).

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

1. Suhu relatif rendah untuk reaksi.
2. Dengan menaikkan suhu 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 suhu dan tekanan tersebut belum mampu, maka dapat ditambahkan garam alkali atau logam yang anionnya dapat membentuk kompleks dengan padatan sehingga padatan menjadi larut.
4. Menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi.
5. Kemurnian tinggi.
6. Distribusi ukuran partikel yang homogen

2.6 Semua Ciptaan Allah Bermanfaat dalam Perspektif Islam

Allah menciptakan alam beserta isinya di muka bumi ini untuk kehidupan, kebutuhan dan rizki manusia merupakan suatu kebenaran yang tidak akan pernah sia-sia. Begitu pula Allah telah menciptakan tumbuh-tumbuhan yang telah tercipta dengan sempurna. Hampir semua bagian dari tumbuhan dapat kita manfaatkan. Maka, berdasarkan penciptaan alam semesta yang telah memberikan hikmah-hikmah yang agung Allah telah memerintahkan manusia untuk mempelajari dan

memanfaatkan segala ciptaanNya yang tertera dalam surat Ali Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ ﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

“ Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): "Ya Tuhan Kami, Tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha suci Engkau, Maka peliharalah Kami dari siksa neraka” (Ali Imran/3:190-191).

Berdasarkan ayat di atas bahwa Allah memerintahkan manusia untuk mencari dan mempelajari ciptaan Allah baik yang ada di langit maupun yang ada di bumi karena semua yang diciptakan-Nya bermanfaat bagi manusia. Salah satunya tumbuhan padi yang menghasilkan limbah berupa sekam padi kemudian diabukan yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan dasar pembuatan nanozeolit salah satunya yang dapat digunakan sebagai adsorben untuk menyerap zat warna berbahaya dalam industri.

Dalam tafsir Al-Maraghi (1993) menafsirkan bagian Q.S ali imran ayat 191 "رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا" bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung dan maslahat-maslahat yang besar. Selanjutnya, menurut tafsir Ibnu Katsir (2004) pada ayat tersebut bahwa Allah tidak menciptakan semua ini dengan sia-sia, tetapi dengan penuh kebenaran, agar Allah

memberikan balasan kepada orang-orang yang beramal buruk terhadap apa yang telah mereka kerjakan dan juga memberikan balasan orang-orang yang beramal baik dengan balasan lebih baik (surga). Menurut Asy-Syanqithi dalam kitab Adhwa'ul Bayan (2006) juga menafsirkan ayat tersebut bahwa diantara perkataan yang diucapkan perkataan oleh orang-orang yang berakal itu adalah perkataan mereka yang mensucikan Tuhan mereka, yaitu dengan mengatakan bahwa tidak mungkin Allah menciptakan langit dan bumi ini dengan sia-sia atau tanpa hikmah satupun. Maha suci Allah dari hal seperti itu. Menurut Abu Ja'far dalam tafsir Ath-Thabari (2008) telah menafsirkan ayat tersebut bahwa Allah tidak menciptakan penciptaan ini dengan sia-sia dan senda gurau, dan Allah tidak menciptakannya kecuali karena perkara besar, yakni pahala, siksa, perhitungan, dan pembalasan. Kitab Tafsir Jalalain (2010) juga menafsirkan ayat tersebut bahwa Allah menciptakan ini tidak sia-sia tetapi merupakan bukti yang menunjukkan kesempurnaan kekuasaanmu.

Segala ciptaan Allah yang tidak sia-sia di alam semesta ini juga dipertegas oleh surat Shaad ayat 27. Allah SWT berfirman:

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



27. dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya tanpa hikmah. yang demikian itu adalah anggapan orang-orang kafir, Maka celakalah orang-orang kafir itu karena mereka akan masuk neraka. (QS.Shaad/38: 27).

Tafsir Al-Maraghi (1993) juga menafsirkan firman Allah "وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ" "وَمَا بَيْنَهُمَا بَاطِلًا" bahwa Allah menciptakan apa-apa yang ada di antara mereka ketahui maupun yang tidak diketahui tidak sia-sia. Semua penciptaanNya memuat hikmah-hikmah yang nyata dan rahasia-rahasia yang amat berguna serta

kemaslahatan yang banyak. Allah benar-benar menciptakan itu semua agar orang beramal dengan melakukan ketaatan.

Menurut tafsir Ibnu Katsir (2004) tentang ayat tersebut bahwa Allah tidak menciptakan makhlukNya dengan sia-sia, akan tetapi Allah menciptakan mereka untuk beribadah kepadaNya dan mengesakanNya. Maka, Allah akan menghimpun mereka pada hari kiamat, dimana orang yang taat akan diberikan pahala dan orang yang kafir akan disiksa. Selanjutnya, menurut tafsir Al-Misbah, ayat tersebut merupakan petunjuk Allah kepada manusia bahwa langit dan bumi dan apa yang ada diantara keduanya seperti udara, mineral alam dan lain-lain yaitu segala ciptaan Allah tidak ada yang sia-sia tanpa hikmah. Pernyataan itu adalah hanya anggapan orang kafir belaka (Shihab, 2003). Dalam tafsir Al-Qurtubi (2009) juga menjelaskan mengenai ayat tersebut bahwa Allah menciptakan langit dan bumi tidak sia-sia dan senda gurau belaka. Allah menciptakan semuanya untuk sebuah perkara yang benar agar menjadi bukti atas kekuasaanNya (qudratullah).

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan Maret sampai 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-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, pengaduk magnet, spatula, *hot plate*, oven merk *Thermo Scientific*, neraca analitik KERN EWA 20 – 30 NM, sentrifuge, tanur (*Fischer Scientific*), botol aquades, botol hidrotermal tipe plastik, *X-Ray Fluorescence* (XRF, PAN analytical tipe minipal 4), *X-Ray Diffraction* (XRD, philip tipe E'xpert Pro), *Scanning Electron Microscope* (SEM) tipe inspect S50 dan *Fourier Transform Infra-Red* (FT-IR, Shimadzu 8400).

3.2.2 Bahan-bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sekam padi, aquades, natrium hidroksida (NaOH) p.a (Merck, 99%), aluminium oksida (Al_2O_3) p.a sebagai sumber alumina (Merck, 99%), *Tetramethylammonium Hydroxide* (TMAOH) (Sigma alderich 25%), asam klorida (HCl) (Merck, 37%), pH indikator universal, kertas saring whatman 42, aluminium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian dilakukan untuk mengetahui karakter sintesis nanozeolit X dengan variasi molar menggunakan metode sol-gel. Sintesis nanozeolit X ini menggunakan komposisi molar sebesar 0,7 TMA₂O: 0,003 Na₂O : x Al₂O₃: 2,16 SiO₂ : 125 H₂O nilai x adalah 1; 1,25 dan 1,5, dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 48 jam (Rasouli, dkk., 2013).

Sintesis nanozeolit X yang telah dihasilkan akan dianalisis kristalinitas dan kemurnian hasil sintesis menggunakan XRD, analisis morfologi permukaan menggunakan SEM dan analisis gugus fungsi dengan menggunakan FTIR.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah:

1. Preparasi sampel dari sekam padi dan karakterisasi menggunakan XRF
2. Ekstraksi SiO₂ dari abu sekam padi
 - a. Karakterisasi ekstrak abu sekam padi dengan XRF
 - b. Karakterisasi ekstrak abu sekam padi dengan XRD
3. Sintesis nanozeolit X dengan templat organik
4. Karakterisasi nanozeolit X menggunakan:
 - a. XRD
 - b. SEM
 - c. FTIR
5. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Preparasi Sekam Padi (Pratomo, I., 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 *magnetic stirrer* 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 diletakkan dalam loyang dan dikeringkan pada suhu 100 °C selama 1 jam ke dalam oven untuk menguapkan kandungan air. Hasil yang diperoleh selanjutnya akan dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluoresence* (XRF) untuk mengetahui kadar Silika pada abu sekam padi setelah pencucian dengan HCl 1 M.

3.5.2 Ekstraksi SiO₂ dari Abu Sekam Padi (Adziima, dkk., 2013)

Abu sekam padi setelah dicuci dengan HCl 1 M ditimbang sebanyak 50 gram lalu ditambahkan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (*b/v*) dan dipanaskan pada suhu 80 °C selama 5 jam. Dipisahkan endapan dengan filtrat melalui proses penyaringan. Kemudian filtrat yang diperoleh dipanaskan pada suhu 100 °C selama 10 menit lalu direaksikan dengan HCl 3M hingga filtrat mencapai pH 7 dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* hingga membentuk gel putih silika. Campuran larutan tersebut kemudian disaring menggunakan corong *buchner*. Gel silika lalu dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor yang berupa senyawa garam NaCl. Hal ini dilakukan dengan menambahkan larutan AgNO₃ yang diteteskan pada filtrat untuk mengetahui adanya senyawa garam NaCl sehingga larutan AgNO₃ ditambahkan hingga filtrat tidak terdapat endapan putih. Endapan SiO₂ dikeringkan dengan suhu 100 °C selama 2 jam. Kemudian ekstrak silika kering dan dilakukan karakterisasi menggunakan XRF untuk menghitung persentase dan kemurnian Si. Karakterisasi menggunakan XRD untuk melihat kristalinitas SiO₂.

3.5.3 Sintesis Nanozeolit X dari Abu Sekam Padi (Rasouli, dkk., 2013)

Komposisi molar yang digunakan 0,7 TMA₂O: 0,003 Na₂O: x Al₂O₃: 2,16 SiO₂: 125 H₂O. Perlakuan awal yaitu mencampurkan NaOH 99 %, aquabides, Al₂O₃ 99 %, TMAOH 25 % dan SiO₂ 94,7 %. Campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu kamar dengan perbandingan molar sesuai Tabel 3.1 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, campuran dikristalisasi dalam

oven selama 48 jam pada suhu 100 °C untuk menumbuhkan kristal nanozeolit. Hasil campuran disaring menggunakan kertas saring dan endapan dicuci dengan aquades sampai pH filtrat mencapai 9 dengan cara filtrat dicek pH menggunakan pH universal. kemudian endapan yang diperoleh dipindahkan ke cawan penguap . Selanjutnya, filtrat yang dihasilkan 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, dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi produk hasil sintesis. Pada penelitian ini menggunakan variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, sehingga komposisi molarnya sesuai perhitungan pada Tabel 3.1:

Tabel 3.1 Komposisi bahan sintesis nanozeolit X dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (1 : 1,25 : 1,5)

Rasio bahan	Abu Sekam padi	Al_2O_3	NaOH	H_2O	TMAOH
Rasio molar 1	5,482 gr	8,902 gr	0,0096 gr	74,180 mL	20,116 mL
Rasio molar 1,25	5,482 gr	7,129 gr	0,0096 gr	74,180 mL	20,116 mL
Rasio molar 1,5	5,482 gr	5,934 gr	0,0096 gr	74,180 mL	20,116 mL

3.5.3 Karakterisasi Nanozeolit X

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

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

3.5.3.2 Analisis Kristalinitas dengan *X-ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada hasil sintesis nanozeolit X dengan variasi molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 dan 1,5. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan sampel 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 (*Join Comittee on Powder Diffraction Standarts*) dalam bentuk *Powder Diffraction File* (Treacy dan Higgins, 2001)

3.5.3.3 Analisis Morfologi Nanozeolit X Menggunakan *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Hasil sintesis nanozeolit X 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 5000–20000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.3.4 Analisis Gugus Fungsi dengan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap zeolit X hasil sintesis variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5; 2 dan zeolit X hasil sintesis dengan penambahan bibit. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus menggunakan mortal dari batu *agate* dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan FTIR. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan literatur untuk mengetahui gugus fungsi pada zeolit X hasil sintesis.

3.5.4 Analisis Data

3.5.4.1 Analisis kemurnian

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari hasil difraksi sinar-X (XRD), maka kemurnian nanozeolit Y dapat ditentukan dengan membandingkan intensitas nanozeolit Y dengan intensitas total sesuai persamaan :

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

3.5.4.2 Analisis ukuran kristal

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

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

Dimana D adalah ukuran partikel (nm); K adalah konstanta (0,9); λ adalah panjang gelombang radiasi (nm); β adalah integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian) dan θ adalah sudut peristiwa sinar-X.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Abu sekam padi dapat digunakan sebagai bahan dasar sintesis nanozeolit. Nanozeolit dapat disintesis dari bahan baku yang mengandung sumber alumina dan silika sintetik ataupun alam. Pada penelitian ini sumber silika yang digunakan berasal dari bahan alam yaitu sekam padi yang telah mengalami proses pengabuan. Preparasi sekam padi dilakukan dengan cara sekam padi direndam menggunakan aquades dan berulang-ulang hingga air rendaman jernih untuk memisahkan sekam padi dengan pengotor fisik berupa kerikil, rumput-rumputan, dan pengotor lainnya. Proses ini akan memisahkan sekam padi berdasarkan densitasnya, hasil pemisahannya terbentuk 2 lapisan yang berbeda. Bagian dasar merupakan sekumpulan bebatuan kecil dan pasir. Bagian atas merupakan sekam padi beserta air. Selanjutnya, sekam padi diambil menggunakan saringan dan dibilas dengan aquades untuk memaksimalkan hilangnya pengotor. Sekam padi yang terpisah dengan air dan pasir dijemur di bawah sinar matahari sampai kering untuk menghilangkan kadar airnya. Sekam padi yang telah kering kemudian dihaluskan menggunakan blender hingga halus untuk memudahkan proses peleburan. Selanjutnya, sekam padi ditanur pada suhu 700 °C selama 6 jam untuk menghilangkan senyawa organik dalam sekam padi. Diperoleh hasil pengabuan sekam padi berwarna abu-abu terang.

Abu sekam padi selanjutnya dilakukan pencucian menggunakan HCl 1 M dengan perbandingan 1:6 (*b/v*) dan diaduk menggunakan *stirrer* pada suhu ruang

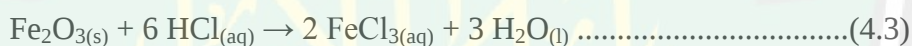
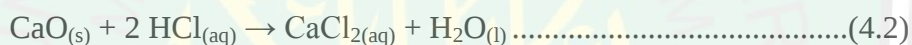
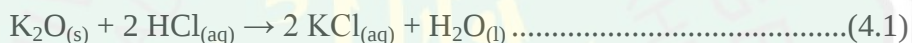
selama 2 jam. Pencucian dengan HCl digunakan untuk melarutkan berbagai pengotor-pengotor yang terdapat dalam abu sekam padi sehingga dapat meningkatkan prosentase unsur silika di dalamnya. Setelah proses pencucian maka campuran disaring dan endapan abu sekam padi dicuci dengan aquades untuk menghilangkan sisa HCl, mineral dan kation-kation terlarut yang ada pada padatan. Abu sekam padi selanjutnya dikeringkan pada suhu 100 °C selama 1 jam untuk menguapkan kandungan air. Setelah proses pencucian dan sebelum pencucian abu sekam padi dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui perubahan prosentase kandungan silika dalam abu sekam padi sebelum dan setelah pencucian menggunakan HCl 1 M.

Tabel 4.1. Komposisi senyawa kimia dalam abu sekam padi dengan metode XRF

Komposisi Kimia	Konsentrasi Unsur (%)	
	Sebelum pencucian dengan HCl 1 M	Setelah pencucian dengan HCl 1 M
Si	79,2	89,0
K	12,9	5,21
Ca	3,87	2,48
Cr	0,912	0,20
Mn	0,803	0,38
Fe	1,39	1,92
Ni	0,29	0,23
Cu	0,17	0,14
Zn	0,07	0,01
Yb	0,05	0,0
Eu	0,08	0,07
Re	0,2	0,2
Ti	-	0,091

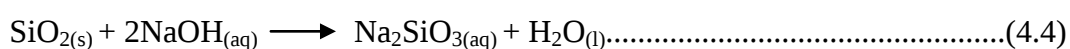
Berdasarkan hasil analisis XRF pada Tabel 4.1 bahwa prosentase unsur kimia paling tinggi dalam abu sekam padi yaitu silika. Selain mengandung silika, abu sekam padi juga terdapat berbagai macam pengotor yang memiliki prosentase tinggi didalamnya yaitu logam K, Ca, Fe. Prosentase unsur silika dalam abu

sekam padi sebelum pencucian dengan HCl 1 M sebesar 79,2 % dan setelah dicuci dengan HCl 1 M maka mengalami kenaikan unsur silika sebesar 89 %. Maka, pencucian dengan HCl 1 M dapat melarutkan oksida lain selain SiO₂ berupa oksida-oksida logam yang terdapat dalam abu sekam padi seperti P₂O₅, Na₂O, Fe₂O₃, MgO, K₂O, dan CaO (Kalapathy, dkk., 2000 dan Widati, dkk., 2010). Penggunaan HCl ini dikarenakan SiO₂ relatif tidak reaktif terhadap asam-asam, Cl₂, H₂ dan sebagian besar logam pada suhu 25°C atau pada suhu yang lebih tinggi (Cotton, 1989). Reaksi pelarutan oksida logam terhadap HCl menurut Pratomo, dkk. (2013) adalah sebagai berikut:

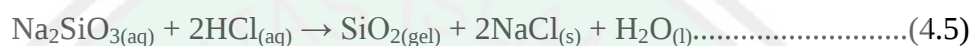


4.2 Ekstraksi SiO₂ dari Abu Sekam Padi

Proses selanjutnya dilakukan tahap ekstraksi untuk meningkatkan prosentase silika yang terkandung dalam abu sekam padi. Ekstraksi dapat dilakukan dengan cara mencampurkan abu sekam padi dengan NaOH 7 M menggunakan perbandingan 1:2 (*b/v*). NaOH 7 M digunakan untuk melarutkan silika yang terdapat dalam abu sekam padi, karena kelarutan silika dalam basa sangat besar selain itu alumina (Al₂O₃) juga larut dalam basa (Vogel, 1990). Adapun reaksi antara silika dengan NaOH ditunjukkan pada Persamaan 4.4 (Zaemi, dkk., 2013):



Larutan natrium silikat yang dihasilkan berwarna kuning kecoklatan kemudian ditambahkan larutan HCl 3 M hingga pH filtrat mencapai 7 sehingga penambahan asam tersebut terbentuk gel putih silika. Digunakan HCl karena kelarutan silika dalam larutan asam sangat kecil. Hal ini dapat dilihat dari gambar gel SiO₂ yang terlampir dalam Lampiran 5. Reaksi yang terjadi ditunjukkan pada Persamaan 4.5 (Zaemi, dkk., 2013):

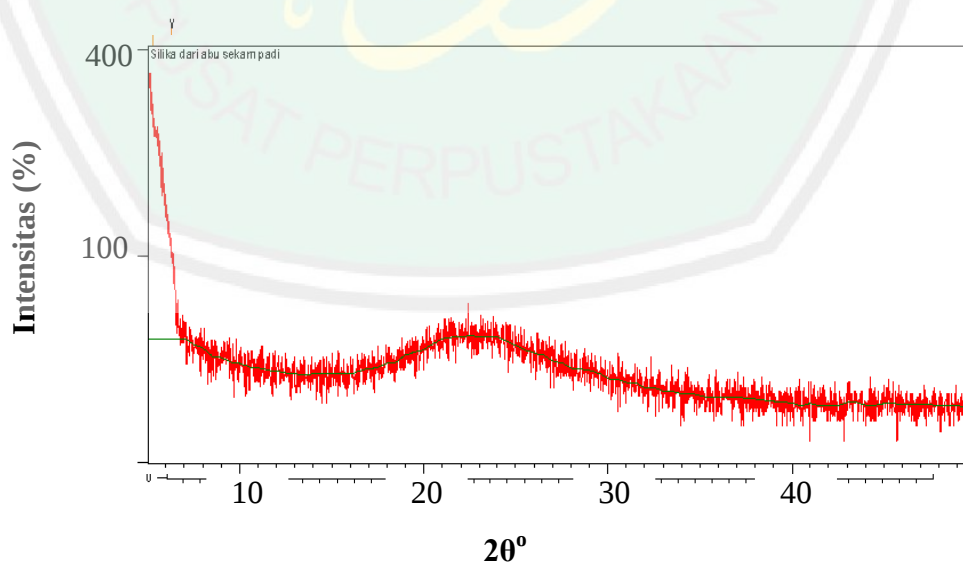


Campuran larutan tersebut kemudian disaring menggunakan corong *buchner* sehingga diperoleh gel silika yang berwarna putih. Selanjutnya, dilakukan pencucian gel silika yang dihasilkan dengan aquades menggunakan corong *buchner* hingga pH netral. Pencucian SiO₂ dengan aquades dilakukan untuk menetralkan senyawa SiO₂ dari pengotornya yang berupa ion Cl⁻ dalam filtrat, ion Cl⁻ dihasilkan ketika larutan asam klorida ditambahkan ke dalam larutan natrium silikat sehingga diperoleh sisa endapan ion Cl⁻ dalam filtrat berwarna putih. Adanya ion Cl⁻ pada proses pencucian dapat dideteksi dengan larutan AgNO₃ 10 % dengan cara meneteskan larutan tersebut ke dalam filtrat untuk mendeteksi adanya ion Cl⁻ dan dihasilkan endapan putih yang berupa ion Cl⁻ dalam filtrat. Setelah dilakukan proses pencucian maka hasil ekstraksi abu sekam padi yang diperoleh selanjutnya dianalisis menggunakan *X-ray Fluoresence* untuk mengetahui peningkatan prosentase silika dalam abu sekam padi setelah proses ekstraksi.

Tabel 4.2. Hasil ekstraksi SiO₂ dari abu sekam padi

Senyawa	Prosentase (%)
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

Berdasarkan analisis hasil XRF pada Tabel 4.2 dapat diketahui bahwa setelah dilakukan proses ekstraksi terjadi peningkatan prosentase SiO₂ dalam abu sekam padi dan pengotor – pengotor logam di dalamnya berkurang. Selanjutnya abu sekam padi hasil ekstraksi dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui tingkat kristalinitas pada sudut $2\theta = 5 - 50^\circ$. Hasil difraktogram abu sekam padi dapat dilihat pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Hasil difraktogram abu sekam padi setelah ekstraksi

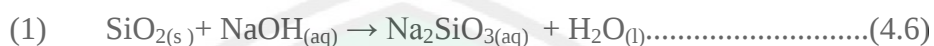
Berdasarkan Gambar 4.1 ditunjukkan bahwa difraktogram SiO_2 bersifat amorf yang ditunjukkan oleh intensitas puncak yang rendah dan seragam. Hal ini menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan bersifat amorf. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi silika amorf lebih reaktif daripada silika kristalin karena adanya gugus hidroksil (silanol) (Kirk dan Othmer, 1984).

4.3 Sintesis Nanozeolit X dengan Metode Sol-Gel

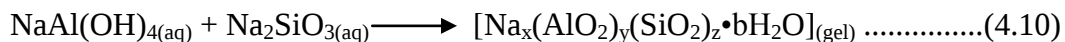
Sintesis nanozeolit X dilakukan menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25; dan 1,5 dan menggunakan penambahan templat organik berupa TMAOH (*Tetramethyl Ammonium Hydroxide*). Adapun metode dalam sintesis nanozeolit meliputi pencampuran bahan, pemeraman, kristalisasi (hidrotermal), pencucian zeolit, dan pengeringan. Komposisi molar yang digunakan untuk sintesis nanozeolit X mengacu pada penelitian Rasouli, dkk. (2013) sebesar 0,7 TMA_2O : 0,003 Na_2O : x Al_2O_3 : 2,16 SiO_2 : 125 H_2O , dimana nilai x merupakan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ adalah 1; 1,25 dan 1,5.

Sintesis nanozeolit dilakukan dengan cara mencampurkan bahan sesuai komposisi molar dengan menambahkan suatu templat yang berupa TMAOH. TMAOH digunakan untuk mengarahkan pembentukan struktur nanozeolit. Templat merupakan suatu surfaktan kationik yang berinteraksi dengan kerangka anionik yang berfungsi untuk menetralkannya. Adanya suatu templat organik dalam suatu larutan alumina dan silika maka suatu surfaktan akan membentuk misel-misel dan gugus hidrofobik akan berkumpul sehingga gugus hidrofilik akan menjauhi gugus hidrofobiknya dan membentuk lingkaran (Warsito, dkk., 2008).

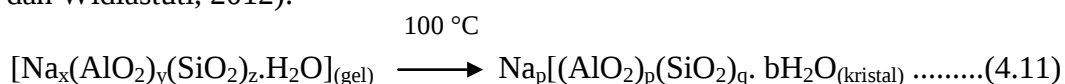
Pada tahap ini terjadi proses hidrolisis. Reaksi hidrolisis terjadi ketika bahan prekursor terhidrolisis dengan penambahan air pada kondisi basa sehingga menghasilkan sol berwarna putih dan diperoleh reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012):



Sintesis nanozeolit dilakukan penambahan NaOH sebagai kation pengimbang dan aktivator selama peleburan untuk membentuk natrium silikat dan natrium aluminat yang larut dalam air selain itu NaOH merupakan senyawa penyusun zeolit yaitu Si(OH)_4 dan Al(OH)_4^- . Karena ion-ion yang terdapat dalam campuran tersebut akan mempengaruhi hasil sintesis nanozeolit. Sintesis dilakukan Pada pH basa akan terbentuk polimer silika alumina karena terjadi interaksi antara spesies Si(OH)_4 dan anion Al(OH)_4^- . Sintesis nanozeolit dilakukan pada tingkat kebasaaan yang berbeda akan dihasilkan beberapa jenis spesies yang berbeda, sehingga jenis kation anion yang terdapat pada proses sintesis zeolit dipengaruhi oleh pH larutan. Sintesis nanozeolit dapat dilakukan dalam kondisi basa karena pada pH >12, terutama pada pH= 14 akan terbentuk aluminasilika. Pada penelitian ini pH yang digunakan pada saat pencampuran bahan adalah pH 14 agar reaksi pembentukan zeolit dapat berjalan secara optimum (Hamdan, 1992). Selanjutnya terjadi proses pembentukan gel ketika campuran didiamkan pada suhu ruang sehingga terjadi transisi dari sol menjadi gel. Reaksi yang terjadi ketika proses transisi sol menjadi gel adalah sebagai berikut (Ojha, dkk., 2004):



Langkah selanjutnya dilakukan proses pemeraman selama 72 jam dalam suhu ruang. Pemeraman merupakan proses untuk memaksimalkan pembentukan gel agar gel yang terbentuk lebih kaku dan kuat karena pada tahap ini berperan penting pada saat proses awal pembentukan inti dan pertumbuhan kristal nanozeolit. Semakin lama waktu pemeraman maka menyebabkan zeolit tumbuh semakin banyak dan berbentuk kecil-kecil karena setiap kali pemeraman zeolit berevolusi untuk tumbuh sehingga mengakibatkan zeolit tersebut berukuran nanozeolit. Hasil pemeraman ini diperoleh gel berwarna putih keruh. Setelah dilakukan proses pemeraman maka dilanjutkan dengan metode hidrotermal pada suhu 100 °C selama 48 jam. Proses hidrotermal dilakukan sebagai proses kristalisasi yang fungsinya untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal zeolit. Pada proses hidrotermal gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya yang terurai membentuk susunan yang lebih teratur dengan adanya pemanasan, sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa, dan larutan lewat jenuh. 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 (pemadatan struktur) (Warsito, dkk., 2008). Reaksi yang terjadi dalam proses hidrotermal yaitu (Zhely dan Widiastuti, 2012):

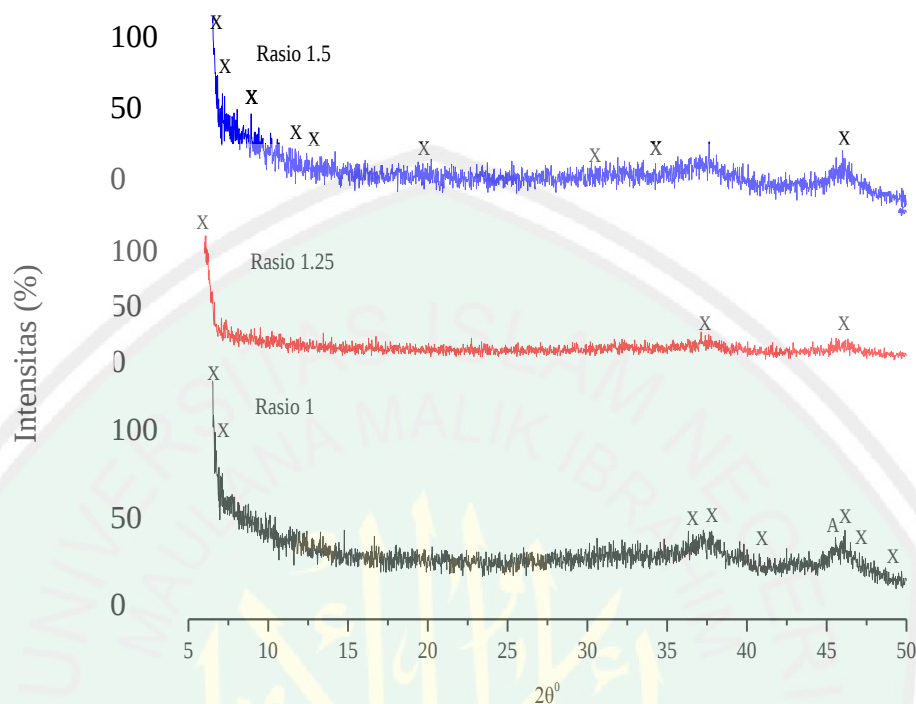


Kristal yang terbentuk kemudian dicuci dengan aquades untuk menetralkan nanozeolit agar material selain nanozeolit yang mungkin ada pada

saat pembentukan nanozeolit sampai pH 8 tersebut hilang kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam untuk menguapkan air yang terperangkap pada pori kristal nanozeolit, agar luas permukaannya bertambah (Khairinal, 2000). Tahap terakhir yaitu proses kalsinasi nanozeolit pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk mendekomposisi templat organik sehingga menghasilkan pori yang terbuka. Kemudian diperoleh hasil nanozeolit berupa padatan berwarna putih, hal ini sesuai dengan warna dasar dari sumber silika mempengaruhi warna produk akhir nanozeolit sintesis.

4.4 Karakterisasi Nanozeolit Sintesis dengan *X-Ray Diffraction*

Analisa XRD digunakan untuk mengkarakterisasi nanozeolit sintesis untuk mengetahui tingkat kristalinitas dan kemurnian dari nanozeolit sintesis. Analisis tersebut dilakukan menggunakan X-ray dengan kondisi operasi radiasi Cu-K α sebesar 1,540 Å dengan sudut 2 θ sebesar 5 – 50°. Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral yang terdapat dalam sampel dengan cara membandingkan puncak sampel pada difraktogram dengan standar yang ditunjukkan pada Lampiran 7. Difraktogram nanozeolit sintesis dapat diamati pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram nanozeolit X rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 dan 1,5

Berdasarkan hasil analisis XRD pada Gambar 4.2 bahwa ketiga difraktogram dari hasil variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 dan 1,5 menunjukkan kristalinitasnya rendah. Selanjutnya, hasil difraktogram dari XRD dilakukan analisis kuantitatif untuk mengetahui kemurnian dengan cara menghitung prosentase zeolit X yang muncul dari hasil difraktogram XRD yang tertera pada Lampiran 5. Berdasarkan analisis kuantitatif bahwa semakin tinggi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ maka semakin murni zeolit X yang dihasilkan dengan ditandai banyaknya puncak zeolit X yang terbentuk tanpa adanya campuran. Pada rasio 1 terdapat campuran zeolit A, hal ini ditandai dengan adanya puncak zeolit X dan zeolit A, namun zeolit X yang muncul paling dominan. Campuran ini disebabkan karena pembentukan kerangka faujasit dapat mengalami keadaan

metastabil (mudah berubah) dan zeolit X sangat kompetitif dengan zeolit A. Kestabilan zeolit juga dipengaruhi oleh strukturnya, pembentukan zeolit X membutuhkan energi yang lebih tinggi dibandingkan zeolit A karena SBU zeolit X lebih rumit yaitu D6R dibandingkan zeolit A yang unit pembangunnya yaitu D4R (Nikmah, dkk., 2008). Selanjutnya, puncak zeolit X yang muncul lebih banyak yaitu pada rasio 1,5 tanpa adanya campuran zeolit lain. Kemudian pada rasio 1,25 diperoleh puncak zeolit X tanpa adanya campuran namun jumlah puncak zeolit X yang muncul pada difraktogram XRD lebih sedikit dibandingkan jumlah puncak zeolit X pada rasio 1 dan 1,5. Sehingga, pada rasio 1, 1,25 dan 1,5 yang memiliki kemurnian lebih rendah yaitu zeolit pada rasio 1 karena terdapat campuran didalamnya, perhitungan kemurnian tersebut berdasarkan puncak zeolit X yang muncul dari hasil difraktogram XRD. Hasil perhitungan tersebut dapat dilihat pada Lampiran 5 dan ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil analisis kuantitatif komposisi zeolit sintesis berdasarkan puncak yang muncul pada difraktogram hasil XRD

Produk	% Zeolit X
Zeolit sintesis rasio 1	98,69
Zeolit sintesis rasio 1,25	100
Zeolit sintesis rasio 1,5	100

Analisis selanjutnya dilakukan *refinement* (penghalusan) dilakukan dengan menggunakan program *Rietica*. Analisa menggunakan program tersebut digunakan untuk mengetahui derajat kesesuaian antara data eksperimen dan data standar untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dari material yang disintesis. Model awal atau *input* yang digunakan adalah zeolit X standar yang mempunyai grup ruang *Fd3* 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 *refinement* dengan menggunakan program *Rietica* dapat dilihat pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Parameter sel satuan zeolit X rasio 1; 1, 1,5 menggunakan program *Rietica*

Parameter	Rasio 1	Rasio 1,25	Rasio 1,5
<i>Space Group</i>	<i>Fd3</i>	-	<i>Fd3</i>
Kisi Kristal	Kubik	-	Kubik
$a=b=c$	25,221869	-	25,047947
$\alpha= \beta= \gamma$	90,000008	-	90,000008
Rp (%)	12,73	-	12,34
Rwp	13,73	-	14,53
GoF	0,1050	-	0,1229

Berdasarkan Tabel 4.4 hasil *refinement* pada rasio 1 dan 1,5 menghasilkan derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen dengan data standar. Kesesuaian data tersebut dilihat dengan cara membandingkan nilai Rp, Rwp dan *goodnes-of-fit* (GoF). Nilai Rw dan Rwp merupakan nilai residu kesalahan (mendekati 0). Pada rasio 1 dan 1,5 diperoleh nilai Rp dan Rwp < 20% dan nilai GoF < 4%. Sedangkan pada rasio 1,25 tidak dihasilkan nilai Rp, Rwp dan GoF karena pada rasio tersebut program *Rietica* tidak dapat menganalisisnya. Hal ini disebabkan karena pada rasio 1,25 diperoleh hasil difraktogram yang sangat amorf dan intensitas yang muncul sedikit. Berdasarkan hasil analisis *Rietica* pada rasio 1 dan 1,5 jika nilai mendekati 0 menunjukkan semakin miripnya kurva intensitas hasil penelitian dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bisa diterima jika $\leq 20 \%$. Hasil analisa *refinement* dikatakan *acceptable* (bisa diterima) jika nilai Gof (χ^2) kurang dari 4 % (Widodo dan Darminto, 2010).

Analisis XRD secara kuantitatif juga dapat dilakukan dengan cara menghitung ukuran kristal nanozeolit dengan menggunakan persamaan *Debye Scherrerr*. Perhitungan ukuran kristal pada setiap rasio dilakukan dengan cara

menghitung 3 nilai intensitas tertinggi yang digunakan untuk membandingkan keseragaman susunan kristal. Berdasarkan hasil perhitungan yang tertera pada Lampiran 5 bahwa pada rasio 1; 1,25 dan 1,5 dengan 3 variasi intensitas yang berbeda-beda karena setiap intensitas dengan intensitas yang lain pada satu rasio memiliki ukuran kristal yang tidak seragam. Hal ini disebabkan kristalinitas pada rasio 1; 1,25 dan 1,5 sangat rendah sehingga menyebabkan ketidakseragaman pada ukuran kristal. Dihasilkan ketiga rasio dengan setiap intensitas memiliki ukuran kristal nanozeolit. Menurut Yulizar (2004), bahwa ukuran kristal dari nanozeolit berkisar antara 1-100 nm sehingga keberhasilan sintesis nanozeolit ini dapat dilihat dari ukuran kristal yang dihasilkan. Jika ukuran kristal kurang dari 100 nm maka zeolit X tersebut merupakan zeolit yang berukuran nano. Ukuran kristal dapat dilihat pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Ukuran kristal nanozeolit X sintesis

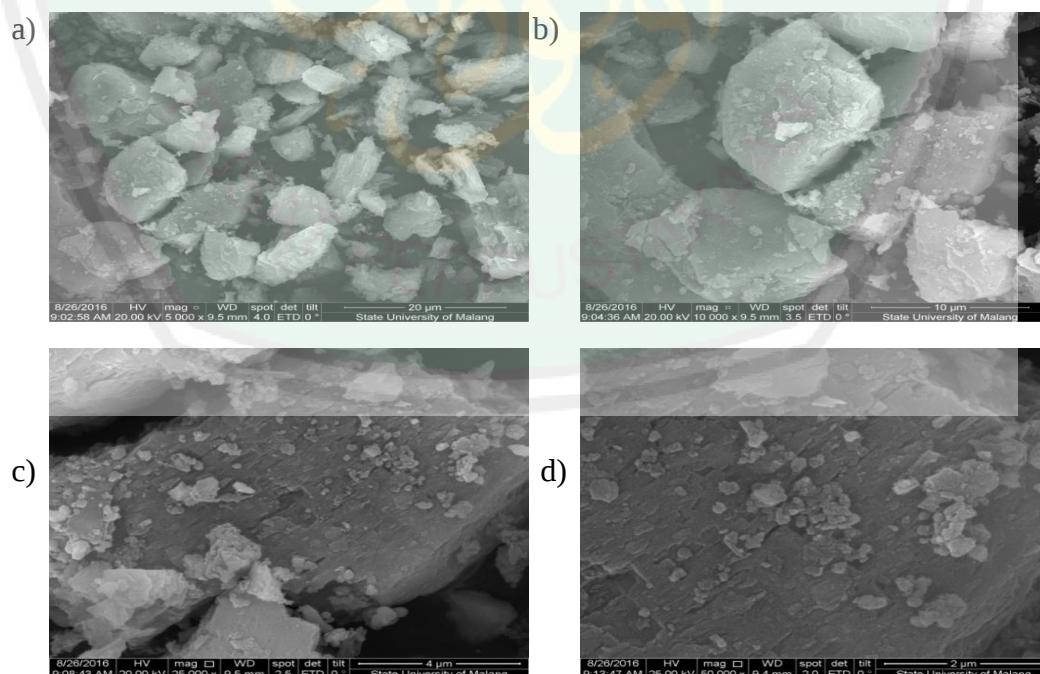
Produk	2 θ °	Ukuran Kristal (nm)
Nanozeolit X rasio 1	5,1700	25,3
	37,7495	13,338
	46,7511	44,045
Nanozeolit X rasio 1,25	5,4616	8,4
	37,5707	88,880
	45,9791	7,494
Nanozeolit X rasio 1,5	5,0919	50,5
	8,0261	40,5235
	46,0174	11,244

Berdasarkan penelitian Assolah (2015), bahwa ukuran zeolit X sintesis yang dihasilkan pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 diperoleh ukuran zeolit yang berukuran nano sebesar 59,2 nm dan memiliki kristalinitas paling tinggi dibandingkan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1 dan 2 memiliki kristalinitas lebih rendah dan diperoleh ukuran zeolit >100 nm. Sedangkan menurut literatur,

Maryam (2014) telah mensintesis zeolit yang berukuran mikro dan nano diperoleh hasil bahwa zeolit yang berukuran nano memiliki kristalinitas lebih amorf dan memiliki ukuran rata-rata nano sebesar 80 nm sedangkan zeolit yang berukuran mikro lebih kristalin dan memiliki ukuran rata-rata sebesar 310–360 nm. Zeolit yang berukuran nano cenderung memiliki kristalinitas lebih rendah dan amorf karena zeolit yang terbentuk memiliki ukuran kristal lebih kecil.

4.5 Karakterisasi Nanozeolit Sintesis dengan *Scanning Electron Microscope*

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi hasil sintesis nanozeolit X. Karakterisasi SEM dilakukan pada rasio molar terbaik untuk nanozeolit X hasil sintesis yaitu pada rasio molar 1,5. Hasil karakterisasi SEM ini digunakan untuk mendukung hasil karakterisasi dari XRD. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada Gambar 4.3



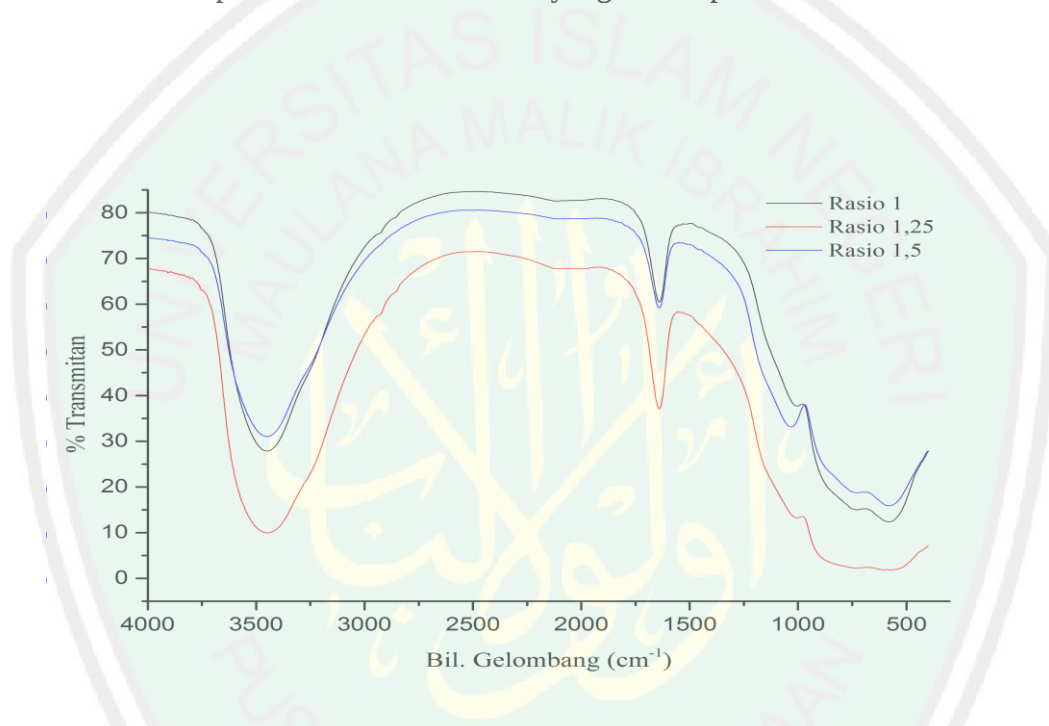
Gambar 4.3 Hasil SEM nanozeolit X rasio 1,5 a) perbesaran 5000 kali b) perbesaran 10000 kali c) perbesaran 25000 kali d) perbesaran 50000 kali

Hasil karakterisasi SEM nanozeolit X rasio 1,5 menunjukkan tingkat keteraturan dan bentuk kristal struktur permukaan nanozeolit X hasil sintesis. Gambar 4.3 (a) dan (b) menunjukkan bahwa morfologi nanozeolit X yang dihasilkan dari hasil sintesis tidak homogen, baik bentuk dan ukuran kristalnya. Berdasarkan literatur (Treacy dan Higgins, 2001) bahwa bentuk kristal zeolit tipe *faujasite* berbentuk kubik akan tetapi hasil sintesis nanozeolit X yang diperoleh hampir membentuk kubik namun tidak sempurna, hal ini dikarenakan rasio 1,5 memiliki tingkat kristalinitas yang sangat rendah karena ukurannya sangat kecil. Rasouli (2013) telah berhasil mensintesis nanozeolit X dan dihasilkan zeolit X murni dengan diperoleh hasil karakterisasi SEM bahwa bentuk kristal nanozeolit X tidak terlihat kubik, karena ukuran kristal yang diperoleh sangat kecil.

Hasil SEM ini telah didukung dengan hasil analisis XRD yang ditunjukkan pada Gambar 4.2 pada rasio 1,5 memiliki kristalinitas sangat rendah. Hal ini juga diperkuat dengan hasil analisis kuantitatif dari hasil perhitungan XRD yang menggunakan persamaan *Deybe-Scherrer* yang ditunjukkan pada Tabel 4.5 bahwa pada rasio 1,5 ukuran kristal nanozeolit X tidak seragam. Pada Gambar 4.3 (c) & (d) terlihat jelas permukaan yang tidak merata. Hasil tersebut menunjukkan bahwa kristal nanozeolit X memiliki permukaan yang berpori. Tipe pori yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 (c) & (d) tipe pori *Dead end* yang merupakan tipe pori yang hanya memiliki satu mulut lubang dan pori ini berakhir di dalam partikel.

4.6 Karakterisasi Nanozeolit Sintesis dengan *Fourier Transform Infra-Red*

Analisa FTIR dilakukan untuk mendukung hasil karakterisasi analisa XRD. Tujuan dilakukan karakterisasi FTIR yaitu untuk mengetahui gugus fungsi dari kerangka nanozeolit X sintesis. Analisa FTIR ini dilakukan dengan cara membandingkan data produk nanozeolit sintesis dengan data standar FTIR. Berikut merupakan hasil analisis FTIR yang tertera pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Hasil spektra FTIR nanozeolit X rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25 ; 1,5

Zeolit secara umum memiliki serapan khas inframerah pada daerah bilangan gelombang $1200\text{--}300\text{ cm}^{-1}$ karena pada daerah ini terjadi vibrasi pada pembangun kerangka zeolit ($\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$). Pada struktur zeolit tersebut terdapat dua jenis vibrasi yaitu vibrasi internal dan vibrasi eksternal. Vibrasi internal merupakan vibrasi dari tetrahedral $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ yang sangat sensitif terhadap komposisi dari kerangka zeolit, sedangkan vibrasi eksternal berhubungan dengan adanya ikatan antar $\text{SiO}_4/\text{AlO}_4$ tetrahedral yang sangat dipengaruhi oleh topologi kerangkanya (Murni dan Helmawati, 2006).

Pada Gambar 4.4 dapat dilihat bahwa sampel memiliki pita absorpsi di daerah 581, 573 dan 580 cm^{-1} merupakan karakteristik SiO_4 (atau AlO_4) unit tetrahedral, yang menunjukkan vibrasi eksternal dari cincin ganda (D4R/D6R) dalam struktur kerangka zeolit yang tidak sensitif terhadap perubahan struktur (Goncalves dkk, 2008). Puncak spektra pada bilangan gelombang 581, 573 dan 580 cm^{-1} menunjukkan vibrasi regangan simetri Si-O-Si yang mengakibatkan frekuensi rendah dan intensitas lemah (Socrates, 1994). Puncak spektra pada bilangan gelombang 727, 725 dan 728 cm^{-1} menunjukkan rentangan/regangan simetri internal O-Si-O atau O-Al-O (Socrates, 1994). Puncak spektra pada daerah ini merupakan puncak khas dari zeolit tipe *faujasite* yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit (Mozgawa, dkk., 2011 dan Sriatun, 2004). 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 (Widiawati, 2005). Semakin tinggi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ maka menyebabkan massa aluminium lebih kecil. Maka, semakin kecil massa aluminium senyawa Si akan bertambah besar sehingga menggeser puncak ke bilangan gelombang yang lebih tinggi (Sriatun, 2004). Pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 memiliki bilangan gelombang lebih tinggi dan mendekati serapan khas rentangan asimetri internal dari unit bangunan primer zeolit sehingga dapat dimungkinkan bahwa nilai bilangan gelombang mendekati serapan khas bilangan gelombang zeolit maka semakin dominan zeolit *faujasite* yang terbentuk. Hal ini sesuai dengan hasil analisis XRD bahwa hasil sintesis terbaik yang mendominasi puncak zeolit X paling banyak yaitu rasio 1,5.

Berdasarkan hasil analisis FTIR bahwa absorpsi kuat nanozeolit X rasio 1; 1,25 dan 1,5 berturut-turut pada bilangan gelombang 1004, 1005 dan 1030 cm^{-1} . Menurut Widiawati (2005), suatu rentangan asimetri internal dari unit bangun primer memberikan pita serapan yang kuat pada daerah bilangan gelombang 1250–900 cm^{-1} . Daerah ini berhubungan dengan rentangan O-Si-O dan O-Al-O.

Selanjutnya, terdapat puncak yang melebar pada bilangan gelombang 3448, 3447, dan 3448 cm^{-1} , pada bilangan gelombang tersebut terjadi vibrasi ulur/rentangan O-H dari air, Si-OH, dan Al-OH pada masing-masing rasio. Pada daerah bilangan gelombang 3400 cm^{-1} terdapat gugus –OH pada kerangka zeolit yang menyebabkan terjadinya ikatan hidrogen dengan silika (Socrates, 1994). Masing-masing rasio 1; 1,25; 1,5 pada bilangan gelombang 1639, 1639 dan 1640 cm^{-1} terdapat adanya tekukan H-O-H dimana O-H berikatan hidrogen (H_2O) hal tersebut menunjukkan adanya air yang terserap zeolit. Berdasarkan analisis spektra pada Gambar 4.4 diperoleh daerah serapan gugus fungsi dari masing-masing rasio.

Tabel 4.6 Hasil analisa kualitatif data FTIR dengan standar zeolit X

No	Bilangan gelombang FTIR (cm^{-1})					Keterangan
	Rasio 1	Rasio 1,25	Rasio 1,5	Standar zeolit X	Standar zeolit A	
1	582	573	580	580 – 565 ¹	580 – 550 ¹	Cincin ganda Regangan simetris T–O internal
2	727	725	728	725 – 670 ¹	700 – 660 ¹	
3	1004	1005	1030	1020 – 970 ¹	1050 – 990 ¹	Rentangan asimetris T– O internal
4	1639	1639	1640	1650 – 1600	1650 – 1600	Tekukan H–O–H
5	3448	3447	3448	3100–3600 ²	3600 – 3100 ²	O–H

¹Flanigen (1971) dan ²Socrates (1994)

4.7 Pemanfaatan abu sekam padi dalam Perspektif Islam

Penelitian dengan judul “sintesis dan karakterisasi nanozeolit X dari abu sekam padi dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan metode sol-gel” merupakan penelitian yang dilakukan dengan memanfaatkan limbah yang berasal dari suatu tumbuhan berupa sekam padi yang dihasilkan dari gilingan padi yang menjadi beras. Berlimpahnya limbah sekam padi di lingkungan juga memberikan manfaat kepada kita, sekam padi yang telah diabukan memiliki berbagai macam kandungan mineral-mineral dalam jumlah berlimbah yang dapat kita manfaatkan.

Pada firman Allah SWT dalam surat Al-imran ayat 191 dan surat Shaad ayat 27 berdasarkan pendapat para ulama bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah tidak ada yang sia-sia tanpa senda gurau dan seluruh ciptaanNya mengandung hikmah-hikmah yang berguna untuk menunjukkan segala kekuasaan dan kesempurnaan agar makhluk yang diciptakanNya selalu beramal dengan ketaatan, beribadah, dan mengesakanNya.

Sekam padi merupakan sesuatu yang awalnya tidak berguna bagi manusia yang dapat dimanfaatkan sebagai material dalam proses sintesis nanozeolit X. Peningkatan kualitas limbah sekam padi dilakukan agar sekam padi dapat diproses menjadi produk yang bermutu dan memiliki nilai guna yang tinggi. Proses pemanfaatan limbah sekam padi yaitu sekam padi telah mengalami proses pengabuan sehingga abu sekam padi mengandung prosentase unsur silika tinggi yang dapat digunakan sebagai bahan baku sintesis nanozeolit X. Hasil XRF dan XRD dari abu sekam padi menunjukkan prosentase kandungan silika dari abu sekam padi tersebut sebesar 94,5 % dan bersifat amorf.

Dapat diketahui bahwa segala sesuatu yang diciptakan Allah memiliki kapasitas/ukuran masing-masing begitu pula dengan sintesis nanozeolit perlu memperhatikan metode untuk menghasilkan produk zeolit yang mirip dengan zeolit alam, dengan melihat beberapa faktor seperti temperatur hidrotermal, waktu pemeraman, variasi rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Sintesis nanozeolit ini merupakan usaha berpikir manusia untuk memanfaatkan bahan alam yang diciptakan oleh Allah SWT dan memaksimalkan hasil ciptaanNya agar menjadi sesuatu yang lebih bermanfaat dengan memperbaiki karakter suatu zeolit alam dengan suatu zeolit yang disintesis menjadi zeolit yang berukuran nano. Zeolit yang berukuran nano merupakan zeolit yang direkayasa oleh manusia dengan cara sintesis dalam skala nanopartikel yang memiliki ukuran kurang dari 100 nm.

Pemanfaatan zeolit kini telah meningkat yaitu dapat dimanfaatkan sebagai adsorben, katalis, dan lain-lain sehingga zeolit dalam ukuran nano ini dianggap memiliki potensi yang lebih karena ukurannya yang semakin kecil menyebabkan meningkatkan kualitas fungsinya salah satunya sebagai adsorben, dalam fungsi aplikatifnya nanozeolit digunakan sebagai adsorben sebagai proses desalinasi air laut. Proses ini merupakan proses pembuatan air minum yang layak di konsumsi oleh manusia dari air laut. Proses ini melibatkan nanozeolit sebagai adsorben yang digunakan untuk mengikat mineral-mineral dalam air laut sehingga dihasilkan air dengan kadar ion yang dibutuhkan yang layak dikonsumsi manusia.

Sesuai dengan firman Allah SWT dalam surat Yaasin ayat 82 yang berbunyi “فَيَكُونُ كُنْ” yang artinya “*Jadilah!, maka terjadilah dia*” maka ayat tersebut menunjukkan makna bahwa Allah SWT maha segalanya dalam menciptakan apapun dengan sangat mudahnya. Seluruh penciptaanNya diluar dugaan manusia

namun manusia wajib berpikir tentang ciptaan yang telah diberikan oleh Allah SWT di muka bumi ini agar tetap terjaga dan memiliki nilai yang lebih bermanfaat bagi manusia karena seluruh ciptaanNya tidak ada yang sia-sia. Oleh karena itu, manusia sebagai *khalifah fil ardl* yang harus berfikir cerdas wajib mengolah sumber daya alam yang telah diciptakan oleh Allah SWT salah satunya yaitu mengeksplorasi air laut untuk dijadikan air layak konsumsi. Sehingga, itulah tujuannya manusia diciptakan untuk berpikir agar dapat menjadikan sesuatu yang tidak mungkin menjadi mungkin. Manusia juga wajib mensyukuri pemberianNya karena air asin yang telah didatangkan oleh Allah SWT semata-mata tidak sia-sia karena telah diketahui bahwa air asin akan berbahaya jika dikonsumsi karena memiliki banyak kandungan logam berat didalamnya sehingga dari sisi lain atas kedahsyatan akal dan pikiran yang diberikan manusia serta izin Allah SWT air asin tersebut dapat di olah dengan nanozeolit yang berasal dari bahan baku alam untuk mengurangi kandungan logam-logam yang terdapat dalam air laut.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Hasil karakterisasi XRD pada variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25; dan 1,5 bahwa sintesis nanozeolit pada rasio 1 terdapat campuran nanozeolit A dan X. Pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,25 dan 1,5 diperoleh hasil sintesis nanozeolit X murni tanpa campuran. Ukuran kristal pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25; dan 1,5 berturut-turut adalah 25 – 44 nm; 7 – 88 nm; dan 11–50 nm. Analisis SEM pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1,5 menunjukkan morfologi nanozeolit X memiliki tingkat keteraturan yang sangat rendah. Analisis FTIR pada rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 1; 1,25; dan 1,5 menunjukkan serapan khas bilangan gelombang zeolit tipe *faujasite* yang berupa cincin ganda pada daerah $573 - 582 \text{ cm}^{-1}$.

5.2 Saran

1. Digunakan suhu hidrotermal $> 100^\circ\text{C}$ dengan alat bejana teflon agar diperoleh nanozeolit X dengan kristalinitas tinggi.
2. Perlu dilakukan penambahan waktu pemeraman sehingga dapat mengetahui pembentukan inti kristal secara maksimal.

DAFTAR PUSTAKA

- Abrishamkar, M dan Izadi, A. 2013. Nano-ZSM-5 Zeolite: Synthesis and Application to Electrocatalytic Oxidation of Ethanol. *Elsevier*. Vol. 180: hal. 56 – 60.
- Aditama, S. N. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Suhu Hidrotermal menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., dan Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol. 1(1). h. 1-6.
- Agustinus, E.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.
- Aji, S. B., dan Anjar. 2009. The Role of a Coal Gasification Fly Ash as Clay Additive in Building Ceramic. *Journal of the European Ceramic Society*. Vol. 26. Hal. 3783 – 3787.
- Al-Maraghi, A.M. 1993. *Terjemahan Tafsir Al-Maraghi Jilid 8*. Semarang: Toha Putra.
- Al-Qurthubi, S.I. 2009. *Tafsir Al Qurthubi*. diterjemahkan oleh Khotib, Ahmad. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Anna, R. 2004. Pembuatan Zeolit dari Kaolin dan Aplikasinya sebagai Penyaring Beberapa Kelas Molekul Hidokarbon. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ansari, M., Aroujalin, A., dan Raisi, A. 2014. Preparation and Characterization of Nano-NaX Zeolite by Microwave Assisted Hydrothermal Method. *Elsevier*. Vol. 25. Hal. 722 – 727.
- Aplesiasfika, H. 2007. Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi $\text{TiO}_2/\alpha\text{Au}$ Nanopartikel Dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Asfadiyah, N. R. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu Dengan Variasi molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi S-1*. Malang: UIN Malang.

- Ash-Shiddieqy., M. Hasbi dan Teungku. 2000. *Tafsir Al Quranul Majid An-Nuur*. Semarang: Pustaka Rizki Putra.
- Assolah, A. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Asy-Syanqithi, Syaikh. 2006. *Tafsir Adhawa'ul Bayan*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Ath-Thabari, Abu Ja'far Muhammad bin Jarir. 2008. *Tafsir Ath-Thabari*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Auerbach, S. E., Carrado, A. K. dan Dutta, K. P. (2003). *Handbook of Zeolite Science and Technology*. 5th Edition, Marcel Dekker Inc. pg. 129 – 195.
- Aurelia, I. 2005. Studi Modifikasi Glassy Carbon dengan Teknik Elektrodposisi Iridium Oksida untuk Aplikasi sebagai Elektroda Sensor Arsen (III). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Azizi, N. S., dan Kavian, S. 2013. Synthesis and Characterization of Organic Template-Free NaX Nanozeolite Using Stem Sweep Ash as Silica Source at Low Temperature. *Skripsi S-1*. Mazandaran: University of Mazandaran.
- Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. 2009. Sekam Padi Sebagai Sumber Energi Alternatif dalam Rumah Tangga Petani. Jakarta: Departemen Pertanian. Amorphous White Silica, *Journal of Materials Science*, Vol. 23, pp. 21– 24.
- Barrer, R. M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. Academic Press. Nb.
- Bin Muhammad Al-Mahali, Jalaluddin dan Muhammad bin Ahmad, Al-Imam. 2010. *Tafsir Jalalain*. Surabaya: Pustaka eLBA.
- Bin Muhammad, Abdullah dan Bin Ishaq Alu Syaikh, Abdurrahman. 2004. *Terjemah Tafsir Ibnu Katsir Jilid 2*. Bogor: Pustaka Imam Syafi'i.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*. New York: John Wiley.
- Brinker, C.J., dan Scherer, G.W. 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. America: Academic Press Inc.
- Chang, R. 1998. *Chemistry Sixth Edition*. Boston: Mc Graw-Hill.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.

- Cundy, CS dan Cox PA. 2005. The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism. *Microporous and Mesoporous Materials*. 82: 1 – 78.
- Das, S.N. 2011. Zeolite Synthesis and Its Application as Adsorbent. *Thesis*. Patiala: Department of Chemical Engineering Thapar University.
- Ebitani, K., Nagashima, K., Mizugaki, T., dan Kaneda, K. 2000. Preparation of a Zeolite X-Encapsulated Copper (II) Chloride Complex and Its Catalysis for Liquid-Phase Oxygenation of Amines in the Presence of Molecular Oxygen. *The Royal Society of Chemistry*. Volume 10: 869-870.
- Eng-Poh Ng., Awala, H., Tan, K., Adam, F. 2015. EMT-Type Zeolite Nanocrystals Synthesized From Rice Husk. *Science direct*. 204 – 209.
- Esmaeili. 2011. Controlled Crystallization of LTA Zeolitic Nanoparticles from a Clear Solution Using Organic Template. *Iran. J. Chem. Eng.* Vol. 30, No. 2, 2011.
- Ewing, G. W. 1985. *Instrumental Methods of Chemical Analysis*. New York: McGraw Hill Book Company.
- Fansuri, H. 2010. *Modul Pelatihan Operasional XRF*. Surabaya: Laboratorium Energi dan Rekayasa. LPPM ITS.
- Fathizadeh, M dan Abdolreza, A. 2011. Synthesis and Characterization of Nano Particle Crystals of Na-X Zeolite. *International Journal of Industrial Chemistry* Vol. 2, No.3, 2011, pp.140 – 143.
- Fernandez, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Flanigen, E.M., Szymanski, H.A., dan Khatami, H. 1971. *Infrared Structural Studies of Zeolites Framework in Molecular Sieve Zeolites I, Advances in Chemistry Series 101*. Washington DC: Gould ed.
- Folletto, E. L., Ederson, G., Leonardo, H. O., Sergio, J., 2006, Conversion of Rice Hull Ash Into Sodium Silicate. *Material Research*, vol. 9, No. 3, hal. 335 – 338.
- Franus, W., Wdamin, M., dan Franus, M. 2012. Synthesis and Characterization of Zeolites Prepared from Industrial Fly Ash. *Science Direct*: DOI 10.1007/s10661-014-3815-5.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Markovska, I., dan Hristov, Y. 2009. A Study On The Synthesis And Structure Of Zeolite NaX. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 48. 2. 168 – 17.

- 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*.
- Goncalves, M.L., Dimitrov, L.D., Jorda, M.H., Wallau, M., Ernesto, A., dan Gonzalez, U. 2008. Synthesis of Mesopori ZSM-5 by Crystallisation of Aged Gels in The Presence of Cetyltrimethylammonium Cations. *Catalysis Today*. Vol. 133-135, hal: 69-79.
- Hadi, S. H. 1993. Pembuatan dan Karakterisasi Zeolit A dari Sekam Padi. *Skripsi* 86/57716/PA/3926. Yogyakarta: UGM.
- Hamdan, H.1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*. Kuala Lumpur: Universitas Teknologi Malaysia.
- Hara.1986. *Utilization of Agrowaste for Building Material*, International Research and Development Cooperation Division, AIST, MITI, Japan.
- Harjanto, S. 1987. *Lempung, Zeolit, Dolomit, dan Magnesit: Jenis, Sifat Fisik, Cara Terjadi dan Penggunaannya*. Publikasi Khusus Direktorat Sumberdaya Mineral, Direktoat Sumberdaya Mineral, Dirjen Geologi dan Sumberdaya Mineral, Departemen Pertambangan dan Energi Republik Indonesia. Jakarta, Hal: 108-166.
- Hayati, E.K. 2007. *Buku Ajar Dasar-dasar Analisa Spektroskopi*. Malang: UIN-Press.
- Hazlisa , B. Ramli Z., 2003. "Synthesis of ZSM-5 Type Zeolite Using Crystalline Silica of Rice Husk Ash", *Malay, J. Chem.*, vol. 5: hal. 48 – 55.
- Holmberg., Brett A., Huanting, W., dan Joseph M. 2003. *Controlling Size and Yield of Zeolite Y Nanocrystyals Using Tetramethyl ammonium Bromide*. USA: College of Engineering-Center for Environmental Research and Technology (CE-CERT) and Department of Chemical and Environmental Engineering, University of California.
- Houston, D.F. 1972. *Rice Chemistry and Technology*, American Association of Cereal Chemist, Inc. Minnesota.
- 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.
- Huang L, Guo W, Deng P, Xue Z & Li Q. 2010. Investigation of Synthesizing MCM-41/ZSM – 5 Composites, *Journal of Physical Chemistry*.104 (13): 2817– 2823.

[Ismagilov, Z.R.](#), [Shikina, N.V.](#), [Mazurkova, N.A.](#), [Tsikoza, L.T.](#), [Tuzikov, F.V.](#), [Ushakov, V.A.](#), [Ishchenko, A.V.](#), [Rudina, N.A.](#), [Korneev, D.V.](#), dan [Ryabchikova, E.I.](#) 2012. Synthesis of Nanoscale TiO₂ and Study of the Effect of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The ScientificWorld Journal*. 498345-498359.

Ismunandar. 2006. *Padatan Oksida Logam: Struktur, Sintesis, dan Sifat-sifatnya*. Bandung: ITB.

Jenkin, R. 1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Toronto: John Wiley & Sons.

Kalapathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technol.* Vol. 73, hal: 257-262.

Khairinal, Triunaryanti, W. 2000. *Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari dengan Perlakuan Asam dan Proses Hidrotermal*. Prosiding Seminar Nasional Kimia VIII. Yogyakarta.

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. *Tesis*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.

Krishnarao R. V., Subrahmanyam J., dan Kumar, T. J., 2000. Studies on the formation of black in rice husk silica ash. *J. Ceramic Society.*, 21: 99 – 104.

Krishnarao, R.V. dan Godkhindi, M.M. 1992. Distribution of Silica in Rice Husks and its Effect on the Formation of Silicon Carbide. *Ceramics International*, Vol. 18: pp. 243-249.

Kurniawan, I. 2006. Sintesis Zeolit X dari Kaolin : Modifikasi Kepolaran Struktur dengan Menvariasikan Rasio Si/Al pada Zeolit X. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.

Kuronen M, M., Weller, R., Townsend, dan Risto, H. 2006. Ion exchange selectivity and structural changes in highly aluminous zeolites. *Reactive & Functional Polymers*, vol 66 , hal 1350–1361.

Kwaky-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Activity. *Thesis*. U. K: University of Wolverhampton.

Lee, J.D., 1991. *Concise inorganic chemistry*, Chapman and Hall, London.

- Lesley, S., dan Moore, E. 2001. Solid State Chemistry. Cheltenham : Nelson Thornes Ltd. structures Assembled from Zeolite ZSM-5 and Zeolite Beta Seeds. *Angew and teChemie*. 113(7): 1295 – 1298.
- Maryam, K.S., dan Ejhieh, A. N. 2013. Decolorization of a binary azo dyes mixture using CuO incorporated nanozeolite-X as a heterogeneous catalyst and solar irradiation. *Chemical engineering journal*. Vol. 228: hal. 631 – 641.
- Maryam, K., dan Ejhieh, A. N. 2014. Comparison of photocatalytic efficiency of supported CuO onto microand nano particles of zeolite X in photodecolorization of Methyleneblue and Methyl orange aqueous mixture. *Applied Catalysis A: General* 477 (2014) 83–92.
- 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 Alkylation Of Resorcinol. *Thesis Chemistry*, UTM, Malaysia.
- Mozgawa, W., Krol, M., dan Barczyk, K. 2011. FT-IR Studies of Zeolites from Different Structural Groups. *CHEMIK*. Vol. 65 No.7, hal:667-674.
- 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.
- Mursi, S. 1994. *Zeolit: Tinjauan Literatur*. Jakarta: Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah.
- Nikmah, R. A. Syukuri., Widiastuti, N., dan Fansuri, H. 2008. Pengaruh Waktu dan Perbandingan Si/Al Terhadap Pembentukan Zeolit A dari Abu Dasar Bebas Karbon dari PLTU PT. IPMOMI dengan Metode Hidrotermal. *Journal of Indonesia Zeolites*. Vol. 7 No. 1. Mei 2008 ISSN: 1411-6723.
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar, N. T. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, Vol. 27 (6): 555–564.
- Prasad, C.S., Maiti K,N., dan Venugopal R. 2001. Effect of Rice Husk Ash in White Ware Compositions. *Ceramic International*, vol. 27: hal. 629 – 635.
- Prasetyani, D. H. 1994. Sintesis Zeolit X dari Abu Sekam Padi, *Skripsi S-1*, FMIPA,UGM, Yogyakarta.

- Prasetyoko, D., dkk. 2003. Analisis Kumpulan Hidroksil Permukaan dan Tapak Asid Zeolit Beta Dari pada Abu Sekam Padi dengan Kaedah Spektroskopi FTIR. *Jurnal Teknologi*, Universitas Teknologi Malaysia, Malaysia.
- 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*. Vol. 2, No. 1, pp. 358 – 364.
- Priyosulistyo, HRC., Sudarmoko., Bambang S., dan Sumardi, P. 1999. *Pemanfaatan Limbah Abu Sekam Padi untuk meningkatkan Mutu Beton*. Laporan Penelitian Hibah Bersaing VI/2 Perguruan Tinggi.
- Qarni, ‘A. 2007. *Tafsir Muyassar*. Jakarta: Qisthi Press.
- Rahman, M.M. Hasnida, N. dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research. J. Sci. Res.* Vol. 1 (2), h. 285 – 291.
- Ramimoghadam, D., Hussein, M.Z.B dan Yap, Y.H.T. 2012. The Effect of Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) and CetylTrimethylAmmonium Bromide (CTAB) on the 10 Properties of ZnO Synthesis by Hydrothermal Method. *Int J Mol Sci*. 13: 13275 – 13293. doi: 10.3390/ijms 13103275.
- Rasouli, M. Yaghobi, N. Allahgholipour, F. dan Atashi, H. 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. 2003: 135–148. Malaysia: Universiti Teknologi Malaysia.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Shevade, S. S. 2000. Synthesis, Characterization and Catalytic Activity of Gallium and Vanadium Analogs of Ferrierite Type Zeolite. *Thesis*. University of Pune. India.
- Shihab, M.Q. 2003. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sibilia, P. 1996. *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis*. 2nd Edition. New York: John Willey-VCH.
- Smart, L & Moore, E. 1993. *Solid State Chemistry: An Introduction*. first edition. London: Chapman & Hall University and Professional Division.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chichester: John Willey & Sons Ltd.

- Soenardjo, Edi., dkk. 1991. *Padi Buku 3*. Bogor: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Sriatun. 2004. Sintesis Zeolit A dan Kemungkinan Penggunaannya sebagai Penukar Kation. *JKSA*. Vol. VII (3): 66-72.
- Sriyanti., Taslimah., Nuryono., dan Narsito. 2005. Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel. *JKSA* 8.
- Sumaatmadja, D. 1985. *Sekam Gabah Sebagai Bahan Industri*. Makasar: Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Banjar Baru.
- Sutarno., Arryanto, Y., dan Budyanoro, A. 2009. Kajian Pengaruh Rasio Berat NaOH/Abu Layang Batubara Terhadap Kristalinitas Dalam Sintesis Faujasit. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 10 No. 1. 2009 : 1 – 5.
- 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.
- Ulfah, E. M., Yasnuar, F.A., dan Istadi. 2006. *Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT.Kalman Media Pustaka.
- Wahyuni, T. 2003. *Hand Out Metode Difraksi Sinar X*. Yogyakarta: Laboratorium Kimia Analitik FMIPA UGM.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2012. Synthesis of zeolite X from low-grade bauxite. *J. Chem Technol Biotechnol*. Vol. 88, h. 1350–1357.
- Wang , H dan Yan Y. 2003. Direct Synthesis of Template-free Zeolite Nanocrystals within In-situ Thermo reversible Polymer Hydrogels. *Journal of American Chemical Society*.125:9928 – 9929.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. [Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide \(n-CTAB\) pada Sintesis Zeolit-Y](#). *Seminar Tugas Akhir S1Tidak 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*. Vol. 15 No. 2. Juli 2012.

Widiawati. 2005. Sintesis Zeolit dari Abu Ketel Asal Pg. Tasik Madu: Ragam Zeolit pada Berbagai Konsentrasi Natrium Aluminat. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sebelas Maret.

Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28, h. 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.

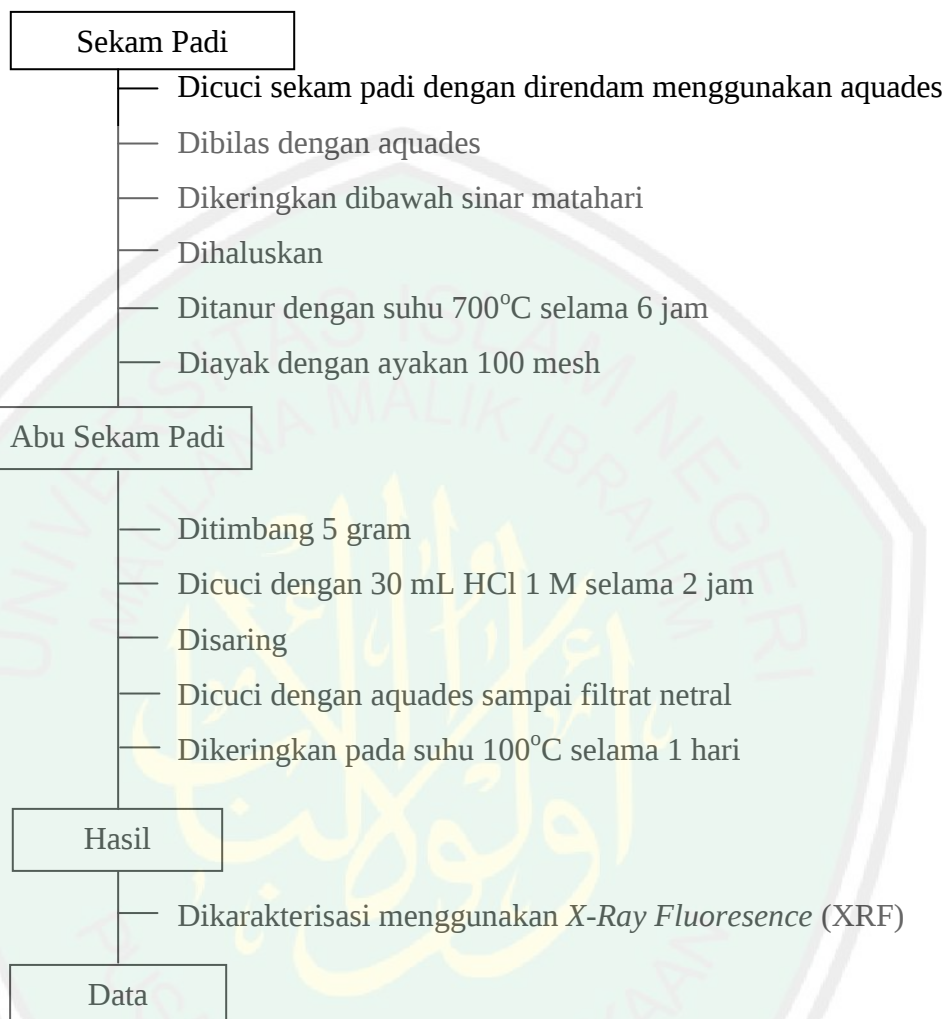
Yulizar, Y. 2004. *Hand Out Kuliah Kimia Nanopartikel*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA, UI.

Zaemi, H., Rahmat, T. T., dan Darjito. 2013. Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo dengan Penambahan Trimetilklorosilan (TMCS). *Kimia Student Journal*. Vol.1, no.2, pp.208-214: Universitas Brawijaya Malang.

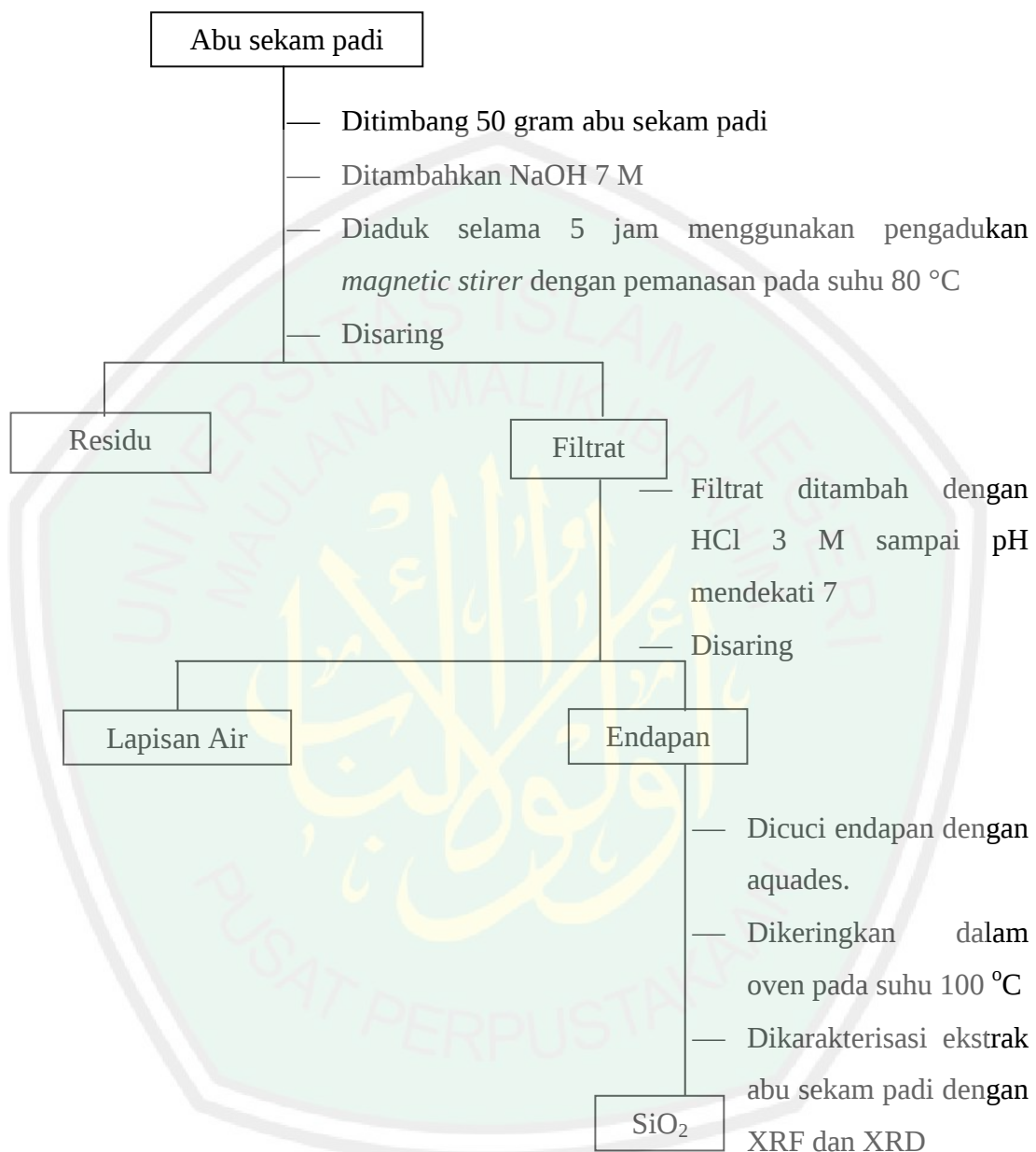
Zhely N.H.M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Lampiran 1. Skema Kerja

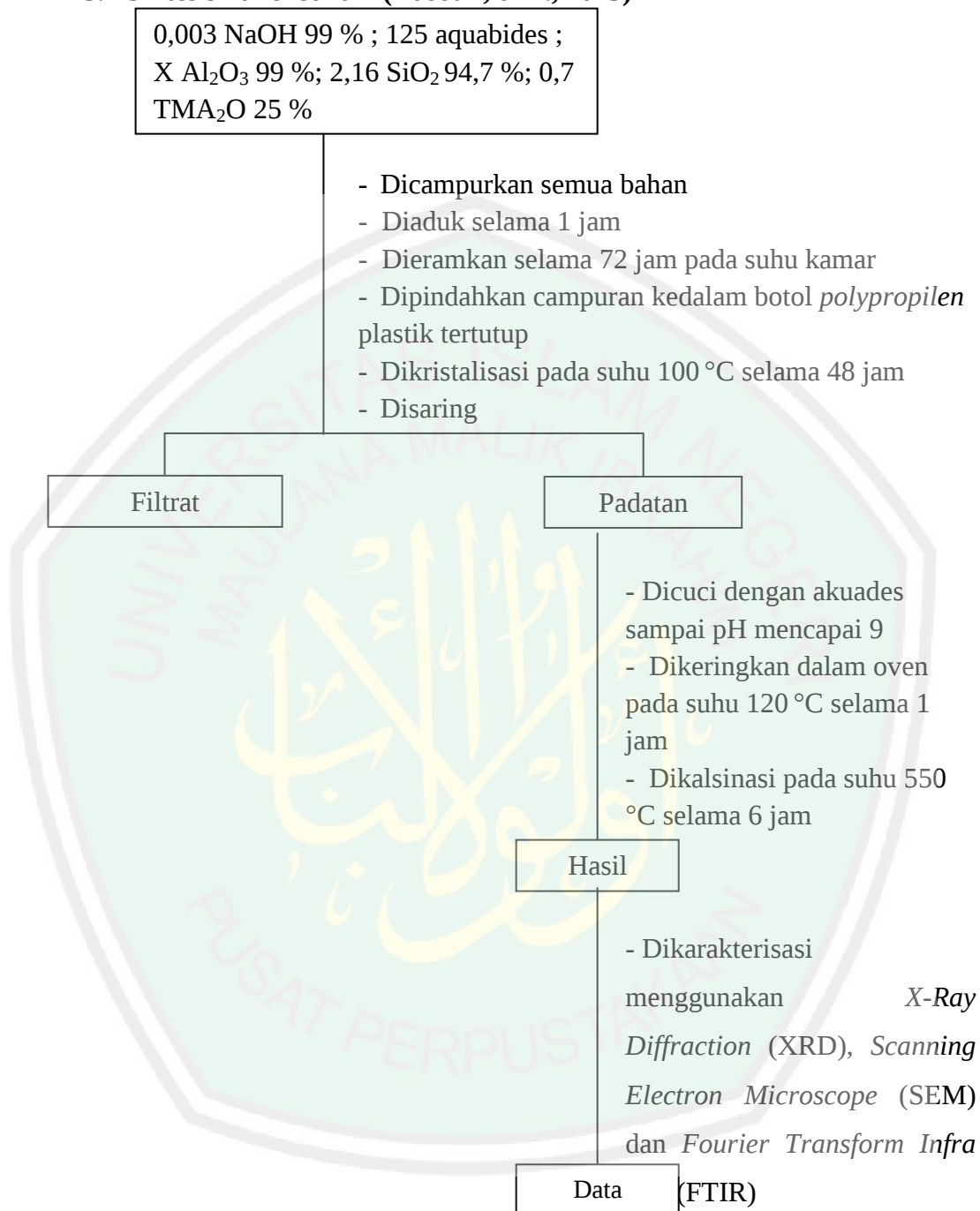
1. Preparasi Sekam Padi (Pratomo, dkk., 2013)



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



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



NB: Dilakukan perlakuan yang sama untuk variasi rasio molar 1,25 dan 1,5

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 SEM

Nanozeolit X hasil sintesis

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

Hasil

d. Karakterisasi dengan FTIR

Nanozeolit X hasil sintesis

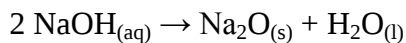
- Dihaluskan menjadi serbuk halus
- Ditambahkan padatan KBr
- Dicampurkan sampai merata
- Ditempatkan pada preparat
- Dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet
- Ditempatkan pada sample holder

Hasil

Dianalisa menggunakan FTIR

Lampiran 2. Perhitungan Komposisi Reaktan

0,7 TMA₂O : 0,003 Na₂O : x Al₂O₃ : 2,16 SiO₂ : 125 H₂O (x = SiO₂/Al₂O₃)



1. NaOH



0,003 mol Na₂O → dari 2 NaOH

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

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 0,003 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 0,12 \text{ gr} \times 2 \\ &= 0,24 \text{ gr} \end{aligned}$$

Misal NaOH : 99 %

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

2. Sintesis Abu Sekam Padi

Diketahui SiO₂ = 94,7%

SiO₂ dari abu sekam padi

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

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 2,16 \text{ mol} \times 60,084 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 129,78144 \text{ gr} \end{aligned}$$

Misal: SiO₂ 94,7 %

$$\frac{100}{94,7} \times 129,78144 \text{ gr} = 137,0448 \text{ gr}$$

3. Aluminium Oksida

Misal: 99%

$$\bullet \quad \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{2,16}{1} \text{SiO}_2 = 2,16 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 2,16 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 220,32 \text{ gr} \times \frac{100}{99} \\ &= 222,54 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\bullet \quad \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1,25) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{2,16}{1,25} \text{SiO}_2 = 1,73 \text{ mol}$$

$$\text{gr} = 1,73 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 176,46 \text{ gr} \times \frac{100}{99}$$

$$= 178,24 \text{ gr}$$

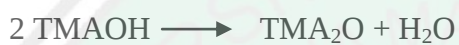
- $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1,5) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{2,16}{1,5} \text{SiO}_2 = 1,44 \text{ mol}$

$$\text{gr} = 1,44 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}$$

$$= 146,88 \text{ gr} \times \frac{100}{99}$$

$$= 148,36 \text{ gr}$$

4. TMAOH



Mr = 91,15 gr/mol

Diketahui TMAOH = 25%

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5. 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)

$$\text{➤ NaOH} = \frac{1}{100} \times 0,242 \text{ gr} = 0,00242 \text{ gr}$$

$$\begin{aligned} \text{➤ } 0,003 \text{ mol H}_2\text{O} &= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \\ \text{gr} &= 0,003 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \end{aligned}$$

$$\text{gr} = 0,054 \text{ gr}$$

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

$$\begin{aligned} \text{➤ } 0,7 \text{ mol H}_2\text{O} &= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \\ \text{gr} &= 0,7 \text{ mol} \times 18 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ \text{gr} &= 12,6 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$\text{➤ Massa total H}_2\text{O dalam campuran} = 0,00242 \text{ gr} + 0,054 \text{ gr} + 382,83 \text{ gr} + 12,6 \text{ gr} = 395,486 \text{ gr}$$

$$\text{➤ Massa H}_2\text{O yang harus ditambahkan} = 2250 \text{ gr} - 395,486 \text{ gr} = 1854,514 \text{ gram} = 1854,514 \text{ mL}$$

Karena densitas air (H₂O) ialah 1 gram/mL, maka volume air yang ditambahkan ialah 1854,514 mL.

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. Abu sekam padi (SiO₂) = 137,0448 gram
2. Al₂O₃(1) = 222,54 gram
3. Al₂O₃ (1,25) = 178,24 gram
4. Al₂O₃ (1,5) = 148,36 gram
5. NaOH = 0,24 gram
6. H₂O = 1854,514 gram = 1854,514 mL
7. TMAOH = 510,44 gram = 502,897 mL

❖ Pada penelitian akan menggunakan perhitungan 1/25 resep

Massa reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. Abu sekam padi (SiO₂) = 5,482 gram
2. Al₂O₃(1) = 8,902 gram
3. Al₂O₃(1,25) = 7,129 gram
4. Al₂O₃(1,5) = 5,934 gram
5. NaOH = 0,0096 gram
6. H₂O = 74,180 gram = 74,180 mL
7. TMAOH = 20,116 gram = 20,116 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:

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

$$\begin{aligned} M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 1 \text{ M} \times 250 \text{ mL} &= 12 \text{ M} \times V_2 \\ V_2 &= 20,8 \text{ mL} \end{aligned}$$

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:

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

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

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

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

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

Hasil Karakterisasi

L.4.1 Hasil Karakterisasi XRF

L.4.1.1 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Sekam padi sebelum pencucian dengan HCl 1 M



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

Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 200) / 574895 / 085106001088

Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 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	

L.4.1.2 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Sekam Padi setelah pencucian dengan HCl 1 M



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

Jl. Semarang 5 Malang, Telp. (0341) 551312 (psw 200) / 574895 / 085106001088

Email: laboratoriumsentralum@yahoo.co.id ; Website : central-laboratory.um.ac.id

HASIL ANALISIS

Sampel diterima tanggal : 10 Maret 2016
Sampel diuji tanggal : 11 Maret 2016
Nama Sampel : ABU SEKAM PADI SETELAH CUCI HCl 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	

L.4.1.3 Hasil Karakterisasi menggunakan XRF pada Abu Sekam Padi 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

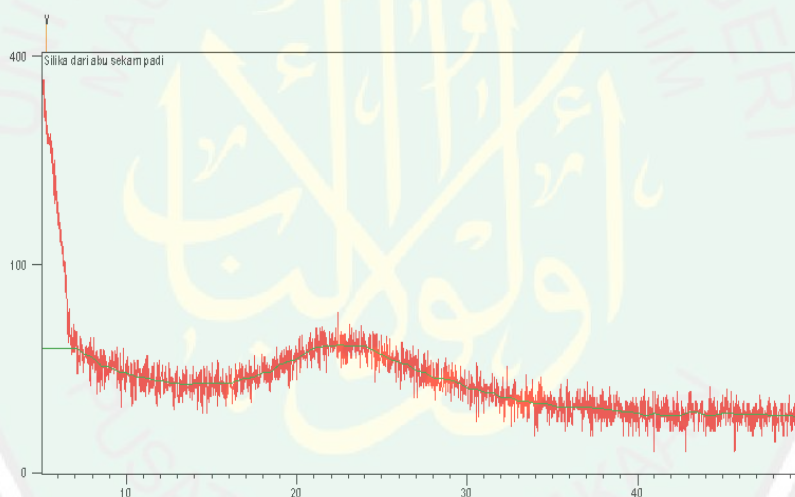
Compound	Conc (%)	Methods
Si	94.7 +/- 0.1	XRF
K	1.0 +/- 0.02	
Ca	1.8 +/- 0.02	
Sc	0.02 +/- 0.02	
Cr	0.099 +/- 0.008	
Mn	0.46 +/- 0.01	
Fe	0.97 +/- 0.02	
Ni	0.26 +/- 0.009	
Cu	0.19 +/- 0.006	
Zn	0.05 +/- 0.004	
Eu	0.1 +/- 0.03	
Re	0.4 +/- 0.02	

L.4.2 Hasil Karakterisasi XRD

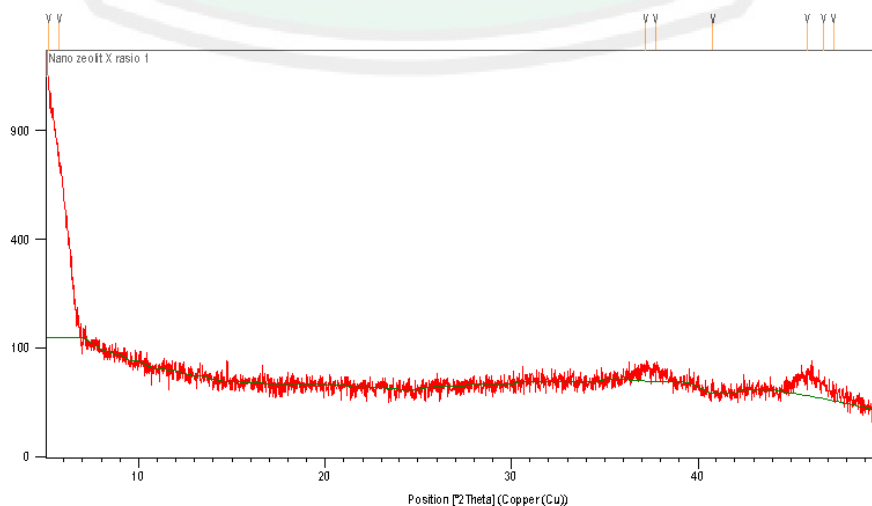
XRD dilakukan menggunakan alat merk Philip di Laboratorium Sentral Fakultas Matematika IPA

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

L.4.2.1 Pola XRD Material Abu Sekam Padi Setelah Proses Ekstraksi



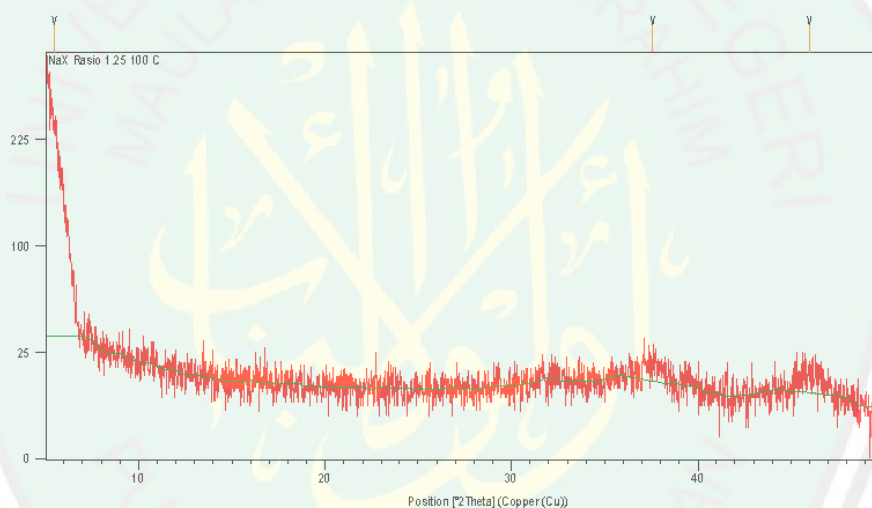
L.4.2.2 Pola XRD Material Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1



Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [$\text{\AA}$]	Rel. Int. [%]
5.1700	1049.66	0.3149	17.09340	100.00
5.7525	608.17	0.4723	15.36364	57.94
37.1973	14.20	0.3936	2.41721	1.35
37.7495	18.88	0.6298	2.38311	1.80
40.8012	9.82	0.1181	2.21164	0.94
45.8585	22.97	0.9446	1.97882	2.19
46.7511	19.45	0.1968	1.94310	1.85
47.2678	17.42	0.1181	1.92306	1.66
49.5430	3.40	0.2880	1.83842	0.32

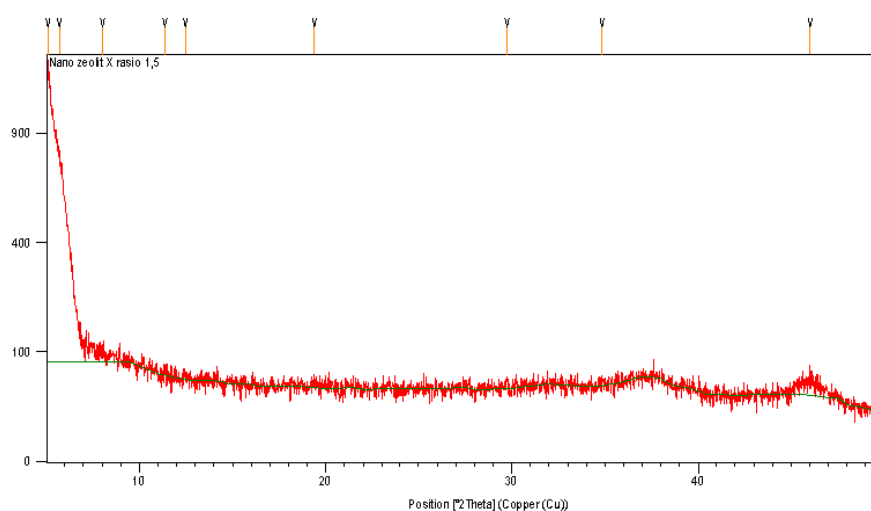
L.4.2.3 Pola XRD Material Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,25



Daftar puncak utama yang muncul :

Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [$\text{\AA}$]	Rel. Int. [%]
5.4616	219.83	0.9446	16.18129	100.00
37.5707	5.86	0.9446	2.39404	2.67
45.9791	6.20	1.1520	1.97228	2.82

L.4.2.4 Pola XRD Material Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,5

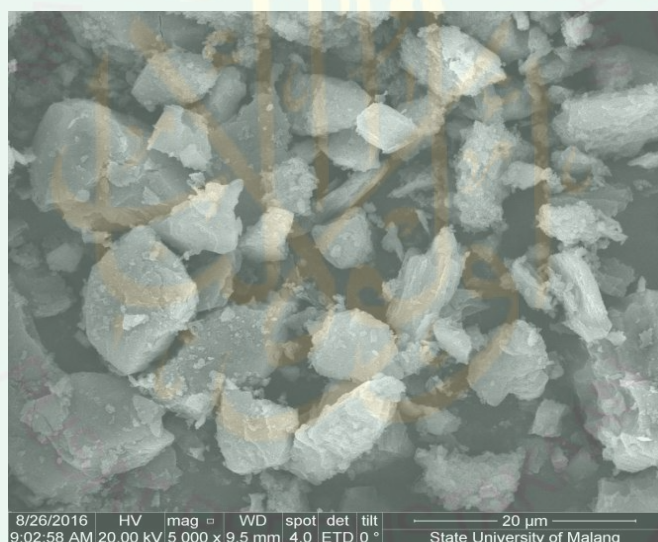


Daftar puncak utama yang muncul :

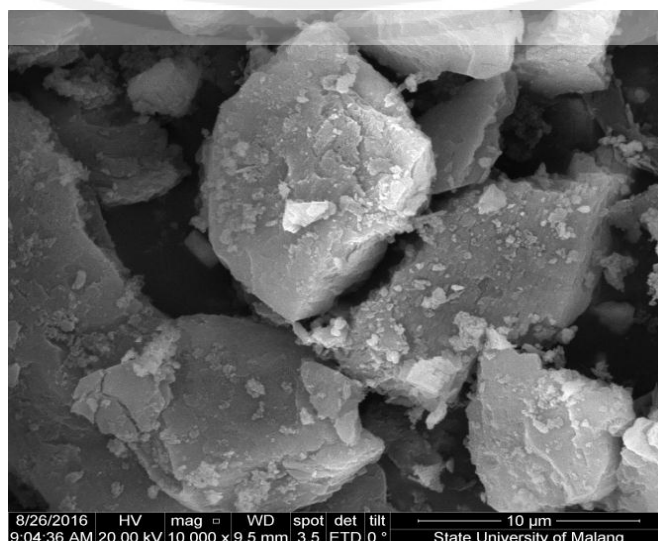
Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}2\theta$]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.0910	1212.52	0.1574	17.35846	100.00
5.7096	680.89	0.3936	15.47907	56.16
8.0261	22.87	0.1968	11.01598	1.89
11.3517	5.36	0.0984	7.79507	0.44
12.4765	5.34	0.1968	7.09473	0.44
19.4117	5.75	0.3936	4.57284	0.47
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

L.4.3 Hasil Karakterisasi SEM

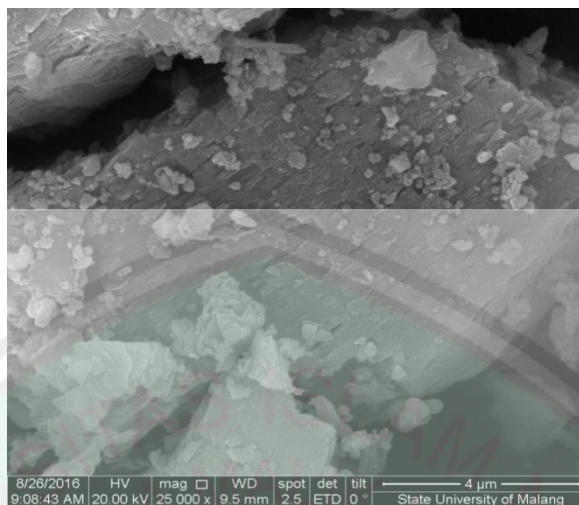
L.4.3.1 Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,5 dengan Perbesaran 5000 x



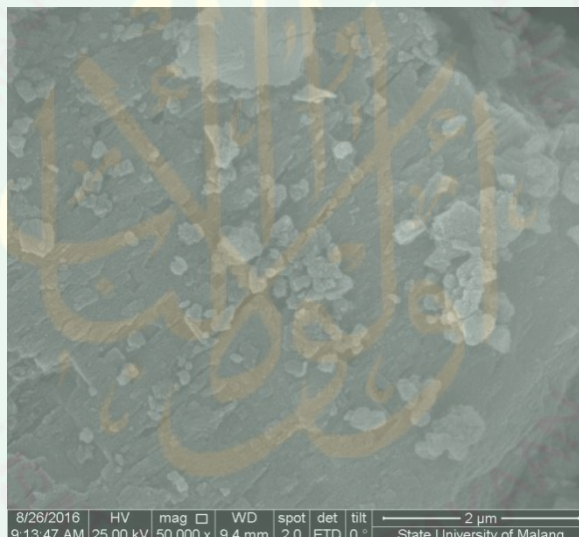
L.4.3.2 Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,5 dengan Perbesaran 10000 x



L.4.3.3 Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,5 dengan Perbesaran 25000 x

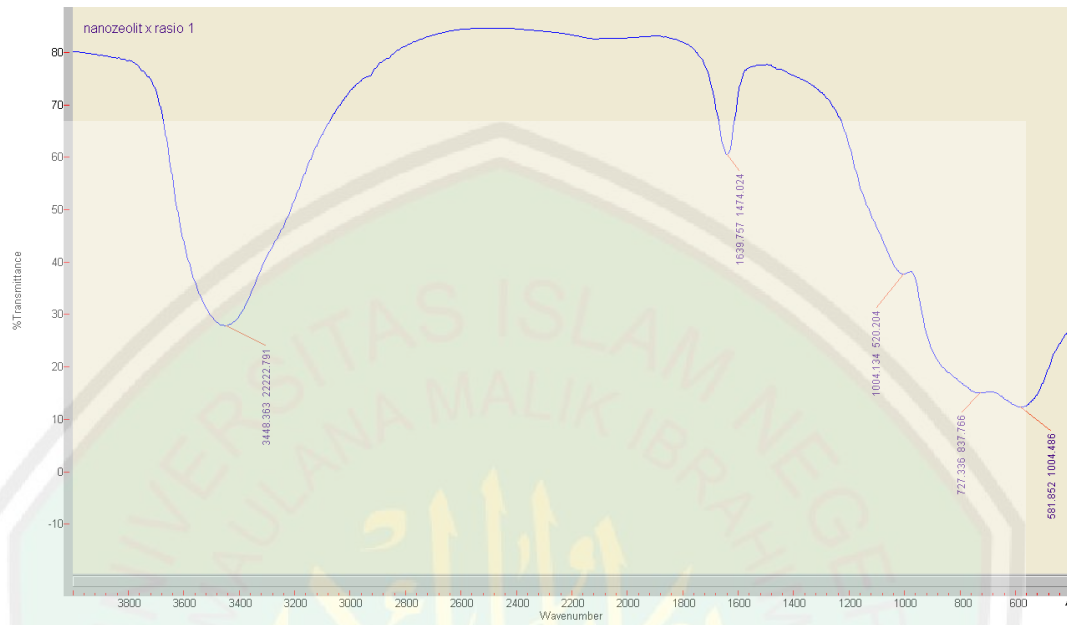


L.4.3.4 Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,5 dengan Perbesaran 50000 x

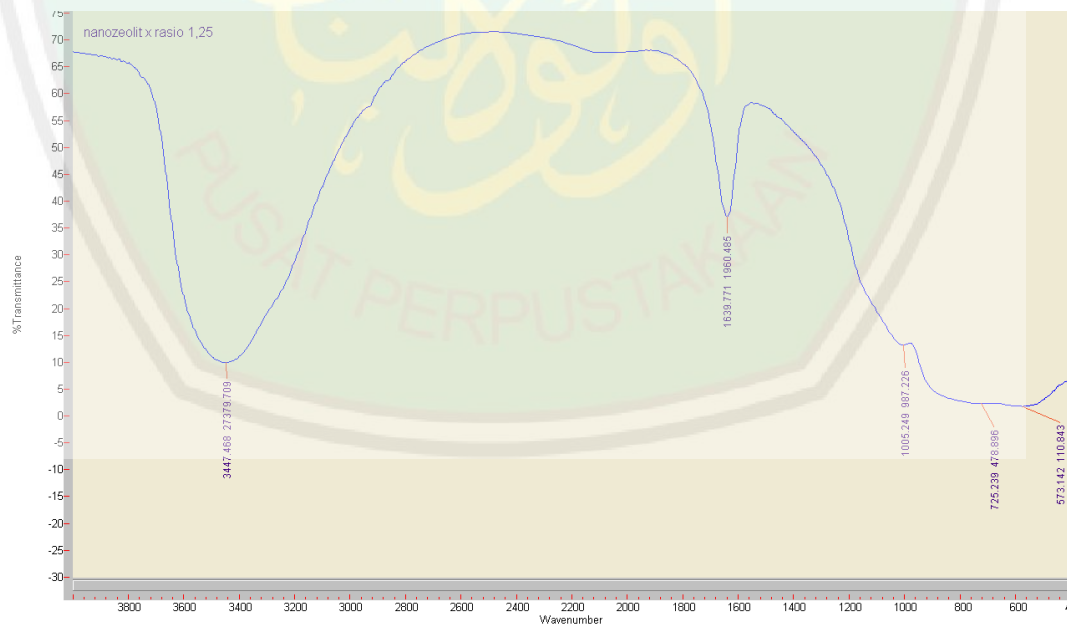


L.4.4 Hasil Karakterisasi FTIR

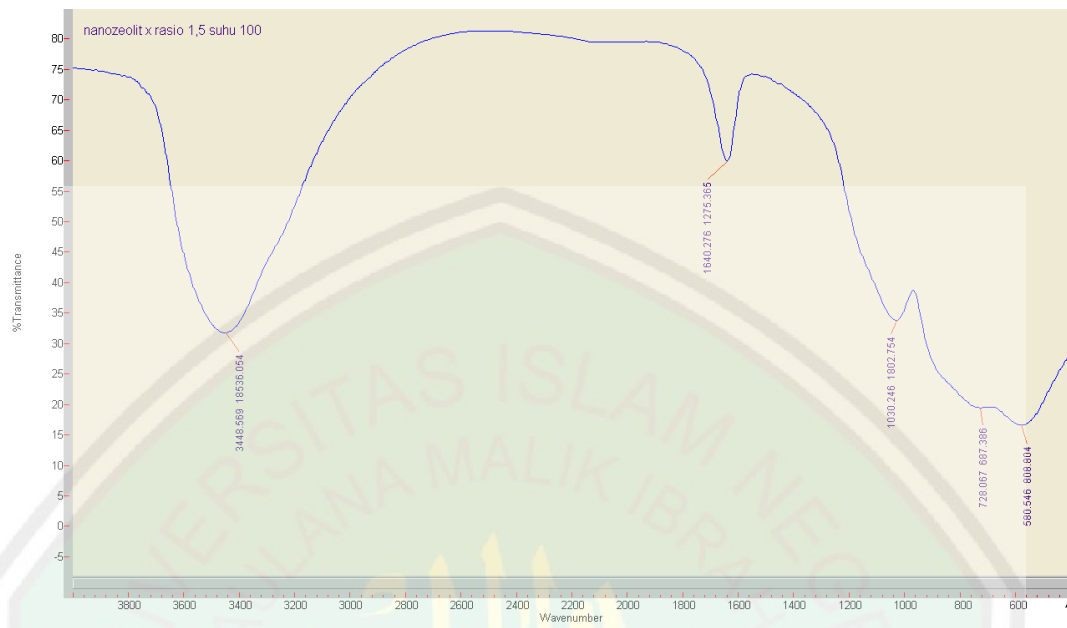
L.4.4.1 Spektra FTIR Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1



L.4.4.2 Spektra FTIR Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,25



L.4.4.3 Spektra FTIR Hasil Sintesis Nanozeolit X Rasio 1,5



Lampiran 5

Hasil Perhitungan dan Pengolahan Data

L.5.1 Hasil Perbandingan nanozeolit X dengan data JCPDS

Nama Sampel	Nanozeolit X (2 θ)	Nanozeolit X Standar (2 θ)	Nanozeolit A (2 θ)	Nanozeolit A Standar (2 θ)
Nanozeolit X (1)	5,1700° 5,7525° 37,1973° 37,7495° 40,8012° 46,7511° 47,2678° 49,5430°	6,12° 6,12° 37,34° 37,34° 40,79° 46,46° 47,06° 49,82°	45,8585°	45,44°
Nanozeolit X (1,25)	5,4616° 37,5707° 45,9791°	6,12° 37,34° 46,31°		
Nanozeolit X (1,5)	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° 34,17° 46,31°		

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

1. Nanozeolit X Rasio 1

```

+-----+
|          Phase: 1          |
+-----+
CELL PARAMETERS   = 25.221869 0.005993 0.010466
                   25.221869 0.005993 0.010466
                   25.221869 0.005993 0.010466
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
                   90.000008 0.000000 0.000000
CELL VOLUME       = ***** 11.531333
SCALE * VOLUME    = 160.447052 0.115313
+-----+
| Hist | Rp  | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
|  1  | 12.73 | 13.73 | 42.39 |  1.674 |  1.900 | 988 |

```

```
| SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.5692E+04| 0.4470E+05| 0.4470E+05| 0.5497E+04| 0.1050E+00| 0.2386E+17 |
+-----+
```

2. Nanozeolit X Rasio 1,5

```
+-----+
|          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
```

```
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 | SUMWYOBSSQ | GOF |
CONDITION |
+-----+
| 0.5676E+04| 0.4600E+05| 0.4601E+05| 0.5753E+04| 0.1229E+00| 0.1631E+17 |
+-----+
```

L.5.3 Ukuran Kristal Nanozeolit X

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran kristal (nm)

K = Konstanta (0,9)

λ = Panjang gelombang radiasi (nm)

β = Integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

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

1. Nanozeolit X rasio 1

a) $2\theta^\circ = 5,1700$

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

$$2\theta^\circ = 5,1700$$

$$\theta = 2,585$$

$$\cos\theta = 0,99898$$

$$\beta = \frac{0,3149}{180} \times 3,14 = 0,005493$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,005493 \times 0,99898}$$

$$= 25,269 \text{ nm}$$

b) $2\theta^\circ = 37,7495$

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

$$2\theta^\circ = 37,7495$$

$$\theta = 18,875$$

$$\cos\theta = 0,94622$$

$$\beta = \frac{0,6298}{180} \times 3,14 = 0,010986$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,010986 \times 0,94622}$$

$$= 13,338 \text{ nm}$$

c) $2\theta^\circ = 46,7511$

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

$$2\theta^\circ = 46,7511$$

$$\theta = 23,3755$$

$$\cos\theta = 0,91792$$

$$\beta = \frac{0,1968}{180} \times 3,14 = 0,003430$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,003430 \times 0,91792}$$

$$= 44,045 \text{ nm}$$

2. Nanozeolit X rasio 1,25

a) $2\theta^\circ = 5,4616$

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

$2\theta^\circ = 5,4616$

$\theta = 2,7308$

$\cos\theta = 0,99886$

$$\beta = \frac{0,9446}{180} \times 3,14 = 0,016478$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,016478 \times 0,99886}$$
$$= 8,424 \text{ nm}$$

c) $2\theta^\circ = 45,9791$

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

$2\theta^\circ = 45,9791$

$\theta = 22,9895$

$\cos\theta = 0,92057$

$$\beta = \frac{1,1520}{180} \times 3,14 = 0,020096$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,020096 \times 0,92057}$$
$$= 7,494 \text{ nm}$$

b) $2\theta^\circ = 37,5707$

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

$2\theta^\circ = 37,5707$

$\theta = 18,7853$

$\cos\theta = 0,94673$

$$\beta = \frac{0,9446}{180} \times 3,14 = 0,0016478$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,0016478 \times 0,94673}$$
$$= 88,880 \text{ nm}$$

3. Nanozeolit X rasio 1,5

a) $2\theta^\circ = 5,0910$

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

$2\theta^\circ = 5,0910$

$\theta = 2,5455$

$\cos\theta = 0,99901$

$$\beta = \frac{0,1574}{180} \times 3,14 = 0,002745$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,002745 \times 0,99901}$$
$$= 50,566 \text{ nm}$$

b) $2\theta^\circ = 46,0174$

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

$2\theta^\circ = 46,0174$

$\theta = 23,0087$

$\cos\theta = 0,92044$

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

$$D = \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,013397 \times 0,92044}$$
$$= 11,244 \text{ nm}$$

$$\begin{aligned}
 c) 2\theta^\circ &= 8,0261 \\
 \lambda &= 0,15406 \text{ nm} \\
 2\theta^\circ &= 8,0261 \\
 \theta &= 4,0130 \\
 \cos\theta &= 0,99754
 \end{aligned}$$

$$\beta = \frac{0,1968}{180} \times 3,14 = 0,003430$$

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{0,9 \times 0,15406 \text{ nm}}{0,003430 \times 0,99754} \\
 &= 40,5235 \text{ nm}
 \end{aligned}$$

L.5.4 Persentase Komposisi Nanozeolit Sintesis

L.5.4.1 Hasil Sintesis Nanozeolit Rasio 1

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar Nanozeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{165,86}{168,05} \times 100 \% \\
 &= 98,696 \% \\
 2. \text{ Kadar Nanozeolit A (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit A}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{2,19}{168,05} \times 100 \% \\
 &= 1,303 \%
 \end{aligned}$$

L.5.4.2 Hasil Sintesis Nanozeolit Rasio 1,25

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar nanozeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{105,49}{105,49} \times 100 \% \\
 &= 100 \%
 \end{aligned}$$

L.5.4.3 Hasil Sintesis Nanozeolit Rasio 1,5

$$\begin{aligned}
 1. \text{ Kadar nanozeolit X (\% berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit X}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\
 &= \frac{162,09}{162,09} \times 100 \% \\
 &= 100 \%
 \end{aligned}$$

Lampiran 6. Dokumentasi



1. Sekam padi



2. Abu sekam padi



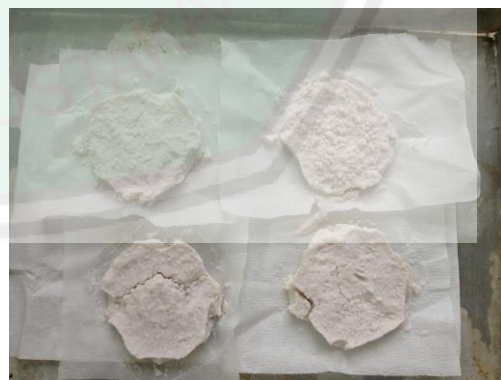
3. Proses ekstraksi silika



4. Proses ekstraksi silika



5. Proses ekstraksi silika



6. Silika hasil estraksi



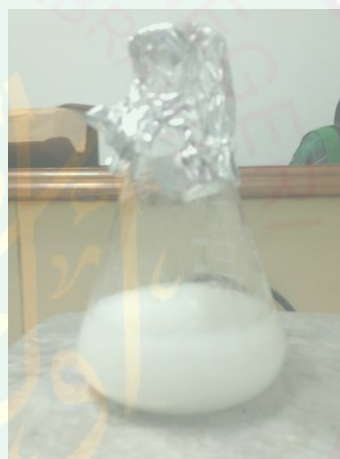
7. Proses awal sintesis nanozeolit



8. Proses awal sintesis nanozeolit



9. Proses pencampuran bahan



10. Setelah pengadukan 30 menit



11. Hasil nanozeolit X rasio 1, 1,25 dan 1,5

Lampiran 7

Data JCPDS

1. Zeolit X

FAU

Na-X, Hydrated

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

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

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

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

2. Zeolit A

LTA

Linde Type A, Hydrated

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

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

Lampiran 8

Persembahkan

Segala puji dan rasa syukur atas kenikmatan yang diberikan oleh Allah serta atas izinnya untuk berpikir dan mengembangkan ilmu yang diperoleh sehingga saya dapat menyelesaikan karya ilmiah. Karya ilmiah (skripsi) ini merupakan hasil kerja keras serta membutuhkan pengorbanan baik secara fisik maupun materiil, sehingga karya ini ingin ku persembahkan kepada sosok yang paling berharga dihidupku, teruntuk:

Ayahku tercinta "Saefun Masir" dan Ibundaku tersayang "hidayatul Choiriyah" atas cucuran keringat dan segala pengorbanan untuk memperjuangkan buah hatimu ini dapat menempuh studi hingga sarjana. Semoga setiap tetesan air mata yang mengalir saat kau panjatkan do'a untuk anakmu ini dapat mengantarkan kesuksesanku dan memberikan keberkahan bagi anak cucumu serta setiap untaian do'a yang selalu kau panjatkan tanpa lelah demi masa depanku semoga dapat digantikan Allah oleh surgaNya.

Tak lupa kepada adikku satu-satunya "Afalalailatin Nisfi" serta keluarga besarku Dinasti S. Sujudi dan Bani S. Murchadi di Tuban yang selalu memberikan do'a dan motivasi sehingga karya ilmiah ini dapat terselesaikan.

Terimakasih juga kepada Bapak & Ibu dosen UIN Malang, khususnya kepada ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si yang selalu memberikan bimbingan, motivasi, dan selalu mendengarkan keluh kesahku pahit dan manis ketika penelitian dan proses penyusunan skripsi hingga selesai.

Buat sahabatku Aryani Imelda Rizqi, S.Si terimakasih banyak karena atas segala do'a, dorongan, semangat dan segala kesediaan yang selalu ada untukku sehingga proses penyelesaian skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.

Dan terimakasih juga buat teman-temanku kimia C angkatan 2012 atas dukungan, semangat dan do'a yang selalu kalian ucapkan.

"PERJUANGANKU SEMATA HANYA UNTUK ORANG TUAKU"

Lampiran 9

Motto

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا ﴿٦﴾

Artinya: “Sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan”
(Q.s Al-Insyiroh: 6).

Allah tidak akan memberikan suatu kesulitan di luar batas kemampuan hamba-Nya. Maka, janganlah mudah menyerah karena dibalik Allah menciptakan kesulitan pasti akan ada hikmah kemudahan di akhirnya.