

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI
DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
IRADATUL ILAHIYAH
NIM. 12630029



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI
DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
IRADATUL ILAHIYAH
NIM. 12630029

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

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI
DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

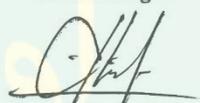
Oleh:
IRADATUL ILAHIYAH
NIM. 12630029

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 26 Oktober 2016

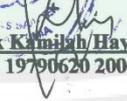
Pembimbing I


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

Pembimbing II


Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 1985122520160801 1 069

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y
DARI ABU SEKAM PADI
DENGAN VARIASI WAKTU PEMERAMAN**

SKRIPSI

Oleh:
IRADATUL ILAHIYAH
NIM. 12630029

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

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317	(.....)
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 1985122520160801 1 069	(.....)

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 : Iradatul Ilahiyah
NIM : 12630029
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : "Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Waktu Pemeraman"

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,,, 2016

Yang Membuat Pernyataan,



Iradatul Ilahiyah
NIM. 12630029

MOTTO

إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا ۖ فَإِذَا فَرَغْتَ فَانصَبْ ۗ وَإِلَىٰ رَبِّكَ فَارْغَب ۝٨

sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan. Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain. dan hanya kepada Tuhanmulah hendaknya kamu berharap



PERSEMBAHAN

Segala puji bagi Allah swt., Tuhan semesta alam atas ridha dan nikmat-Nya yang tak terhingga, dengan berkat ridha-Mu pula kami bisa belajar menuntut ilmu, dan dengan itu kami semakin menyadari akan kebasaran dan keagungan Mu. Shalawat serta salam terhaturkan kepada baginda Rasulullah Muhammad saw., atas segala kasih sayang dan perjuangan untuk membuka, menunjukkan jalan keselamatan bagi kami ummat-Nya. Kiranya berkenan sebuah karya ini ku persembahkan untuk mereka berdua yang Allah pilih untuk ku sebagai wali, yang memberikan kasih sayang dan cinta yang tak seorang pun akan bisa memberikan seperti yang mereka berikan, dengan tulus merawat membesarkan dengan cinta, mendidik menasihati dengan belaian kasih sayang dan do'a, sungguh hanya Allah dan Rasul-Nya yang berada di atas mereka berdua, kepada bapak Hasyirullah dan ibu Salimah, terimakasih untuk segalanya, takkan terbalas, hanya do'a yang putri mu bisa berikan, ya Allah jaga lindungi mereka berdua, berikan rizki dan usia yang barokah, kasih dengan rahman dan rahim mu, biarkan mereka menjadi pembimbing terbaik ku di dunia ini hingga menuju syurga-Mu di akhirat kelak, Aamiin...

Untuk adik-adik ku, Yusril Izzat Zardari, Cahya Silvika Ramadhina dan Addhar Qutni Alby, kalian bagian dari semangat ku, sehat selalu, semoga Allah berikan kemampuan untuk bisa menjadi contoh, menjadi pendamping menuju kesuksesan yang lebih di masa depan nanti.

Kapda Bapak dan Ibu Guru ku, merekalah pelita yang memberikan secerca cahaya, dengan setiap bimbingan ilmu pengetahuan yang mereka berikan membuka cakrawala berfikir melukisnya dengan begitu indah, membuat ku mengerti apa yang selama ini belum aku ketahui, menyadari apa yang selama ini tidak pernah terbayangkan, dengan ilmu itu baik buruk bisa ku bedakan, menuntun menuju tujuan yang ku cita-citakan, sungguh kalianlah pahlawan, semoga Allah membalas segala yang mereka berikan.

Kepada dia yang Allah pertemukan dengan ku dan seluruh keluarga ku, terimakasih atas kebersamaan dan semangat selama ini, semoga Allah meridhai setiap langkah kita, bersama membimbing mu di jalan-Nya, menjaani hidup penuh berkah atas rahman rahim-Nya hingga menuju jannah-Nya kelak.

Kepada seluruh teman sahabat yang selalu ada, seluruhnya mereka yang ku kenal sejak SD sampai dengan teman Kimia 2012, semoga Allah memberikan keberkahan atas usaha yang kita lakukan dalam menuntut ilmu selama ini, semoga semua cita-cita dan harapan kita bisa tercapai, sukses selalu untuk kita semua.

Almamaterku tercinta Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

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

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

6. Ayah, Ibu, dan Adik tercinta yang senantiasa memberikan doa kepada penulis dalam menuntut ilmu dan membangun nilai kejujuran.
7. Kepada teman-temanku angkatan 2012 yang selalu memberikan semangat untuk menyelesaikan skripsi.
8. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materil.

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

Malang,,, 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan.....	7
1.4 Batasan Masalah.....	7
1.5 Manfaat Penelitian.....	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Sekam Padi	8
2.2 Abu Sekam Padi	10
2.3 Zeolit	13
2.4 Definisi dan kegunaan Zeolit Y	15
2.5 Sintesis zeolit Y.....	17
2.6 Sintesis nano partikel zeolit.....	19
2.7 Metode Sintesis Zeolit Y	21
2.7.1 Sol-gel	21
2.7.2 Hidrothermal	23
2.8 Karakterisasi Sintesis Nanozeolit Y	25
2.8.1 <i>X-Ray Flourescnce (XRF)</i>	25
2.8.2 <i>Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction)</i>	27
2.8.3 <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	32
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	35
3.2 Alat dan Bahan.....	35
3.2.1 Alat-alat.....	35
3.2.2 Bahan-bahan.....	35
3.3 Rancangan Penelitian	36
3.4 Tahapan Penelitian	36
3.5 Prosedur Penelitian.....	37
3.5.1 Preparasi Abu Sekam Padi sebagai Sumber Silika	37

3.5.2 Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi.....	37
3.5.2 Karakterisasi Silika Abu Sekam Padi Menggunakan XRF.....	37
3.5.3 Sintesis NanoZeolit Y	38
3.5.4 Karakterisasi Nanopartikel zeolit Y.....	38
3.5.4.1 Analisis kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X (XRD) ..	38
3.5.4.2 Analisis Morfologi Nanozeolit Y menggunakan SEM..	39
3.6 Analisis Data	39
3.6.1 Mencari Ukuran Partikel	39
3.6.2 Kemurnian Nanozeolit Y	39
3.6.3 Analisis Morfologi	39
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Abu Sekam Padi	40
4.2 Ekstraksi SiO ₂ dari Abu Sekam Padi	41
4.3 Sintesis Nanozeolit Y	43
4.4 Karakterisasi	46
4.4.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	46
4.4.2 <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	50
4.5 Kajian Prespektif Islam terhadap Sintesis Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi	52
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN.....	63

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktural dari Zeolit A, <i>Sodalite</i> , dan <i>Faujasite</i> Zeolit.....	15
Gambar 2.2 Kerangka Dasar Faujasit	16
Gambar 2.3 Proses Pembentukan Zeolit	20
Gambar 2.4 Prinsip Kerja XRF	26
Gambar 2.5 Difraksi Sinar-X	29
Gambar 2.6 Hasil Karakterisasi Nanozeolit NaY Tanpa Template Organik dengan Analisa XRD	31
Gambar 2.7 Hasil Karakterisasi Nanozeolit NaY Menggunakan Template Organik dengan Analisa XRD	32
Gambar 2.8 Hasil Karakterisasi Nanozeolit Y dengan Analisa SEM.....	34
Gambar 4.1 Difraktogram SiO ₂ dari Abu Sekam Padi	43
Gambar 4.2 Difraktogram Nanozeolit Y.....	47
Gambar 4.3 Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit Y	51



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Komponen Kimia Sekam Padi.....	9
Tabel 2.2 Komponen Kimia Abu Sekam Padi.....	11
Table 2.3 Templat Organik untuk Berbagai jenis Zeolit	19
Tabel 2.4 Hasil Analisis dengan XRF.....	26
Tabel 2.5 Hasil Analisis dengan XRF	27
Tabel 2.6 Hasil Analisa dengan XRF.....	27
Table 4.1 Komposisi Awal Senyawa Kimia dalam Abu Sekam Padi	41
Table 4.2 Hasil Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi.....	42
Table 4.3 Parameter Sel Satuan Nanozeolit Y Menggunakan Program Rietica....	48
Table 4.4 Ukuran Kristal Nanozeolit Y sintesis.....	49



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir.....	63
Lampiran 2 Perhitungan Komposisi Bahan	67
Lampiran 3 Perhitungan Pembuatan Larutan.....	70
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi.....	72
Lampiran 5 Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data	81
Lampiran 6 Dokumentasi.....	87
Lampiran 7 Data JCPDS	89



ABSTRAK

Ilahiyah, I. 2016. **Sintesis dan Karakterisasi Nano-Zeolit Y dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Waktu Pemeraman**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci : Abu Sekam Padi, Nanozeolit Y, Variasi waktu pemeraman

Abu sekam padi memiliki kandungan silika yang dapat digunakan sebagai bahan baku pembuatan nanozeolit. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter nanozeolit Y hasil sintesis dengan variasi waktu pemeraman dan mengetahui pengaruh pemeraman terhadap proses sintesis.

Abu sekam padi dicuci dengan HCl untuk mengurangi logam-logam pengotor dilanjutkan dengan proses ekstraksi silika. Sintesis nanozeolit dilakukan dengan rasio 2,5. Variasi waktu pemeraman yang digunakan selama 24, 48, 72 jam. Proses ini dilakukan dengan cara mencampurkan bahan dengan komposisi molar $0,72 (TMA)_2O: 0,0094 Na_2O: x Al_2O_3: 1 SiO_2: 108,82 H_2O$. Karakterisasi meliputi penentuan kadar silika dengan XRF, kristalinitas zeolit hasil sintesis dengan XRD, dan morfologi dengan SEM.

Analisis XRF menunjukkan kandungan ekstrak silika dari abu sekam padi sebesar 94,7 %. Analisis XRD menunjukkan bahwa sintesis zeolit pada pemeraman 24 jam masih amorf, pemeraman 48 jam menghasilkan zeolit Y murni, sedangkan pada pemeraman 72 jam menghasilkan campuran nanozeolit Y dan A. Ukuran kristal pada variasi pemeraman 24, 48 dan 72 jam berturut-turut 0 nm; 26-42 nm; 20-96 nm. Analisis SEM menunjukkan ukuran kristal pada pemeraman 48 jam lebih kecil dan terlihat lebih homogen, sedangkan pemeraman 72 jam kristal kubus yang terlihat sedikit homogen.

Ilahiyah, I. 2016. **Synthesis and Characterization Nanozeolite Y from Rice Husk Ash with Variation of Aging Time**. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim Islamic State University of Malang. Supervisor I: Suci Amalia, M.Sc; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Rice husk ash has contain of silica which can be used as raw material for making nanozeolite. The purpose of this study is to determine the character nanozeolite Y synthesized with a variety of aging time and determine the effect of aging time in the synthesis process.

Rice husk ash washed with HCl to reduce metals followed by silica extraction process. Synthesis nanozeolite with ratio of 2.5. Variations aging time is used for 24, 48, 72 hours. This process is done by mixing the ingredients with a molar composition of 0.72 (TMA)₂O: 0.0094 Na₂O: Al₂O₃ x: 1 SiO₂: 108.82 H₂O. The Characterization includes determining the amount of silica by XRF, the crystallinity of the zeolite synthesis by XRD and SEM morphology.

XRF analysis shows the content of extract silica from rice husk ash is 94.7%. XRD analysis showed that the zeolite synthesis at aging time 24 hours is still amorphous, aging time 48 hours is produced pure zeolite Y, whereas at aging time 72 hours is produced a mixture nanozeolit Y and A. The size of the crystals on a variety of aging time 24, 48 and 72 hours, respectively 0 nm; 26-42 nm; 20-96 nm. SEM analysis showed crystal size at aging time 48 hours is smaller and looks more homogeneous, while aging time 72 hours crystal cube that looks a little homogeneous.

Keywords: Rice Husk Ash, Nanozeolite Y, Variation of Aging Time

مستخلص البحث

إلهية، إرادة ، 2016. اصطناع وتوصيف زيولايت Y ذو التركيب البلوري النانوي من قشر الأرز الرماد مع اختلاف وقت المعالجة. بحث جامعي بقسم كيمياء كلية العلوم وتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: سوجي أماليا الماجستير والمشرف الثاني: حنافي الماجستير والمستشار: سوسي نور الخليفة الماجستير.

الكلمات الرئيسية: الأرز القشة الرماد، زيولايت Y ذو التركيب البلوري النانوي، تباين وقت المعالجة يحتوي قشر الأرز الرماد السيليكا والتي يمكن استخدامها كمادة خام لصنع زيولايت Y ذو التركيب البلوري النانوي. الغرض من هذا البحث هو تحديد الطابع لصنع زيولايت Y ذو التركيب البلوري النانوي توليفها مع مجموعة متنوعة من وقت المعالجة وتحديد تأثير علاج عملية التوليف.

غسل قشر الأرز الرماد مع حمض الهيدروكلوريك للحد من الشوائب المعدنية المعادن تليها عملية استخراج السيليكا زيولايت Y ذو التركيب البلوري النانوي التوليف مع نسبة 2.5. الاختلافات علاج مرة يتم استخدام لمدة 24، 48، 72 ساعة. تتم هذه العملية عن طريق خلط المكونات مع تركيبة المولي $0.72 (TMA)_2O : 0,0094 Na_2O : x Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O$. ويشمل تشخيص تحديد كمية من السيليكا التي كتبها XRF، وتبلور توليف الزيوليت بواسطة حيود الأشعة السينية ووزارة شؤون المرأة التشكل.

ويظهر تحليل XRF محتوى استخراج السيليكا من قشر الأرز الرماد من 94.7%. وأظهر تحليل حيود الأشعة السينية التي توليف الزيوليت ينتج خليط من وأظهر تحلي زيولايت ذو التركيب البلوري النانوي Y و A. حجم وضوح الشمس في علاج 48 ساعة أصغر ويبدو متجانسا قليلا، في حين يعالج 72 ساعة الكريستال مكعب التي تبدو أكثر تجانسا. زيولايت Y ذو التركيب البلوري النانوي الكريستال متوسط حجم أقل من 100 نانومتر.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Alam memiliki sejuta kekayaan yang berpotensi menghasilkan suatu manfaat bagi kehidupan manusia. Salah satu sumber daya alam yang memiliki manfaat adalah tanaman hal ini sesuai dengan firman Allah SWT. dalam surat an Nahl ayat 11:

يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿١١﴾

“Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan”. (QS. An Nahl: 11)

Surat an Nahl ayat 11 menerangkan bahwa, sesungguhnya Allah SWT mempunyai tujuan dalam segala penciptaanNya, untuk itu manusia harus memikirkannya, karena manusia diberi akal agar dapat memanfaatkan tanda penciptaan Tuhan (Yahya, 2008). Setiap yang diciptakanNya merupakan tanda atas kebesarannya dan diciptakan demi kemaslahatan kehidupan manusia.

Tanaman merupakan salah satu ciptaan Allah SWT yang memiliki banyak manfaat, seperti untuk bahan pangan, sandang, obat-obatan, dan lain-lain. Salah satu tanaman yang memiliki peran dalam kehidupan adalah padi. Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris, termasuk Indonesia. Beras yang merupakan hasil penggilingan padi menjadi makanan pokok penduduk Indonesia. Sekam padi merupakan produk samping yang melimpah dari hasil penggilingan padi (Prasetyoko, 2007).

Sekam padi merupakan sumber silika alternatif sebagai pengganti bahan kimia murni, karena mempunyai kandungan silika yang sangat besar dan harganya yang murah (Ramli,1995). Pemanfaatan sekam padi masih sangat terbatas sebagai pakan ternak, bahan pembakar bata merah, campuran pembuatan batu bata, bahan baku dalam pembuatan keramik atau dibuang begitu saja. Sekam padi sebenarnya bisa digunakan sebagai penyerap (*adsorben*), pulp, selulosa, pupuk, media tanaman hidroponik, dan sumber silika. Kandungan silika pada abu sekam padi mencapai 86,9 – 97,8 %. Nilai paling umum kandungan silika (SiO_2) dalam abu sekam padi adalah 94–96 % dan apabila nilainya mendekati atau di bawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang kandungan silikanya rendah (Houston, 1972; Prasad, dkk., 2000).

Selain pada abu sekam padi, silika juga dapat ditemukan pada abu ampas tebu dan lumpur lapindo. Akan tetapi, kadar silika lebih rendah dibandingkan abu sekam padi. Kadar silika pada abu ampas tebu ialah 44,30 % (Ali, 2014) , dan kadar silika yang berasal dari lumpur lapindo mencapai 61,6 % (Assolah, 2015).

Silika dari abu sekam padi didapatkan melalui proses ekstraksi, pyrolisis dan penghilangan karbon (Wittayakun, dkk.,2008; Soenardjo, dkk., 1991; Rahman, dkk., 2009; Pratomo, dkk., 2013). Ekstraksi silika pada abu sekam padi selama ini menggunakan asam. Sedangkan proses pyrolisis dan penghilangan karbon menggunakan pemanasan 500 – 600 °C (Soenardjo, dkk., 1991; Wittayakun, dkk., 2008). Rahman, dkk (2009) berhasil melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi sebagai sumber silika. Preparasi yang dilakukan dengan pencucian sekam padi menggunakan H_2SO_4 10 % selama 24 jam dan ditanur dengan suhu 500 °C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh kadar silika dengan proses pencucian sebesar 95,85 %,

sedangkan tanpa pencucian kadar silika sebesar 90 %. Pada penelitian Pratomo, dkk (2013) melakukan penelitian tentang ekstraksi silika dari sekam padi menggunakan metode pencucian dengan asam dengan dua teknik, yakni pengadukan dan refluks dengan konsentrasi HCl 1, 2 dan 3 M dan ditanur pada suhu 700 °C selama 6 jam. Hasil yang diperoleh kadar silika dengan teknik pengadukan konsentrasi HCl 1 M sebesar 97,5 %, sedangkan dengan teknik refluks kadar silika sebesar 96,5 %. Anggoro (2005) silikat dari abu sekam padi di ekstraksi dengan 1M NaOH yang dipanaskan pada suhu 900 °C selama 3 jam dengan pengadukan menghasilkan kadar silikat sekitar 66 %. Silika yang dihasilkan dari sekam padi dapat digunakan untuk sintesis zeolit.

Zeolit merupakan suatu kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal. Unit pembentuk utama yang membangun struktur mineral zeolit adalah SiO_2 dan Al_2O_3 yang membentuk tetrahedral dimana setiap atom oksigen berada pada keempat sudutnya yang dihasilkan dari proses hidrotermal. Struktur rangka utama zeolit ditempati oleh atom silikon atau aluminium dengan empat atom oksigen di setiap sudutnya (Kundari, 2008).

Zeolit yang disintesis dalam penelitian ini adalah zeolit tipe Y, yaitu zeolit yang memiliki rasio $\text{Si}/\text{Al} = 1,5-3$ (Weitkamp dan Puppe, 1999). Zeolit Y merupakan kristal aluminosilikat sintesis yang terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota enam yang dihubungkan dengan atom oksigen (Kasmui, dkk. 2008). Zeolit Y biasanya berbentuk Na-zeolit dengan rumus kimia $\text{Na}_{56}(\text{AlO}_2)_{56}(\text{SiO}_2)_{136} \cdot 25\text{H}_2\text{O}$ (Hwang, dkk., 2000). Zeolit-Y mempunyai stabilitas dan selektivitas adsorpsi yang tinggi

terhadap air dan molekul-molekul polar. Zeolit-Y mempunyai bentuk padat, dengan rumus molekul $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4,8 \text{ SiO}_2 \cdot 8,9 \text{ H}_2\text{O}$ (Breck, 1974).

Penelitian Anggoro dan Purbasari (2009) tentang sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan komposisi molar $2,24 \text{ Na}_2\text{O} ; \text{Al}_2\text{O}_3 ; 8 \text{ SiO}_2 ; 112 \text{ H}_2\text{O}$ dilakukan pemeraman selama 24 jam disertai pengadukan pada suhu kamar dengan waktu kristalisasi 48 jam pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$ menghasilkan zeolit Y dengan kristalinitas sebesar 74 %. Anggoro, dkk (2007) melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan komposisi bahan yang digunakan yaitu $20 \text{ Na}_2\text{O} ; x \text{ Al}_2\text{O}_3 ; 20 \text{ SiO}_2 ; 600 \text{ H}_2\text{O}$ dengan waktu pemeraman 48 jam disertai dengan pengadukan pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 48 jam pada suhu $54 \text{ }^\circ\text{C}$ menghasilkan zeolit Y dengan kristalinitas 49 %. Penelitian mengenai sintesis zeolit Y dari abu sekam padi juga telah dilakukan oleh Kasmui, dkk (2007) melakukan sintesis zeolit Y dengan komposisi molar yang digunakan $2,24 \text{ Na}_2\text{O} ; \text{Al}_2\text{O}_3 ; 8 \text{ SiO}_2 ; 112 \text{ H}_2\text{O}$ dengan waktu pemeraman 24 jam disertai pengadukan pada suhu kamar dengan waktu kristalisasi 24 jam pada suhu $100 \text{ }^\circ\text{C}$ menghasilkan zeolit Y dengan kristalinitas sebesar 37 %.

Waktu pemeraman (*aging*) dapat mempengaruhi hasil sintesis zeolit. Waktu pemeraman yang semakin lama menyebabkan kristalinitas sampel yang semakin tinggi. Selama proses pemeraman, kekuatan dan kekakuan dari gel meningkat yang mengindikasikan meningkatnya derajat reaksi kondensasi dan ikatan silang siloksane di dalam pemutusan dan represipitasi silika (Smitha, dkk., 2006). Intensitas puncak menunjukkan kristalinitas dari sampel, semakin tinggi intensitasnya maka kristalinitas sampel akan semakin tinggi. Penelitian sebelumnya

pembentukan inti kristal terjadi pada saat pemeraman pada suhu kamar (*Aging*) yang dilakukan selama 24 jam (Warsito, dkk. 2008).

Sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan ukuran nanozeolit belum pernah diteliti atau dilakukan. Namun, sintesis nanozeolit dari berbagai jenis telah banyak dilakukan. Pada penelitian Moamen, dkk (2015) telah melakukan sintesis nanozeolit Y dari silika sintetik dengan komposisi molar yang digunakan ialah 0,044 NaOH ; 3,6 SiO₂ ; 1,0 Al₂O₃ ; 236 H₂O ; 0,88 Etanol dengan waktu pemeraman 3 hari menghasilkan ukuran partikel rata-rata sebesar 20 – 50 nm. Sintesis nanozeolit Y dari silika sintetik dengan komposisi molar 0,72 (TMA)₂O ; 0,0094 Na₂O ; 0,29 Al₂O₃ ; 1 SiO₂ ; 108,8 H₂O dengan waktu pemeraman 3 hari pada suhu kamar disertai dengan pengdukan menghasilkan rentang ukuran partikel nanozeolit Y yakni 50 nm (Taufiqurrahmi, dkk., 2011). Penelitian mengenai nanozeolit Y juga telah dilakukan oleh Rasouli, dkk (2012) menggunakan template TMAOH dengan komposisi molar 0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : x Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O pada waktu pemeraman 30-50 jam pada suhu kamar dan waktu kristalisasi 48-72 jam pada suhu 90-160 °C dan menghasilkan ukuran partikel sebesar 20 ± 5 nm.

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

Menurut Buzea (2007), terdapat beberapa kelebihan nanopartikel ialah kemampuan untuk menembus ruang-ruang antar sel yang hanya dapat ditembus oleh ukuran partikel koloidal, kemampuan untuk menembus dinding sel yang lebih tinggi, baik melalui difusi maupun opsonifikasi, dan fleksibilitasnya untuk dikombinasi dengan berbagai teknologi lain sehingga membuka potensi yang luas untuk dikembangkan pada berbagai keperluan dan target. Kelebihan lain dari nanopartikel menurut Kawashima (2000) adalah adanya peningkatan afinitas dari sistem karena peningkatan luas permukaan kontak pada jumlah yang sama.

Berdasarkan latar belakang di atas, maka penelitian ini akan dilakukan sintesis nano zeolit Y dari abu sekam padi menggunakan tempalte organik dengan variasi waktu pemeraman 24 ; 48 ; 72 jam. Abu sekam padi dianalisis menggunakan X-Ray *Flourence* (XRF) untuk mengetahui kandungan silika. Hasil sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi dikarakterisasi menggunakan X-ray *Diffraction* (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kristalinitas, ukuran partikel, serta keberhasilan sintesis. Serta, SEM untuk mengetahui morfologi dari nanozeolit Y serta ukuran pori zeolit hasil sintesis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka rumusan masalah pada penelitian ini adalah bagaimana karakter nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi waktu pemeraman ?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui karakter nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi waktu pemeraman.

1.4 Batasan Masalah

1. Sekam padi yang terdapat di daerah Kecamatan Megaluh, Jombang.
2. Zeolit yang disintesis ialah nanozeolit Y dengan menggunakan variasi waktu pemeraman 24 ; 48 ; 72 jam.
3. Sintesis nanozeolit menggunakan templat organik *Tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH).
4. Rasio molar Si/Al = 2,5.

1.5 Manfaat

Adapun manfaat penelitian yang dilakukan sebagai berikut:

A. Bagi Peneliti

1. Mengetahui pengaruh variasi waktu pemeraman pada sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi sehingga efisiensi sintesis nanozeolit dapat ditingkatkan.
2. Mengetahui karakteristik optimum sintesis nanozeolit Y berdasarkan variasi waktu pemeraman yang memberikan hasil maksimum pada sintesis nanozeolit Y.

B. Bagi Masyarakat

1. Memberikan referensi pembuatan nanozeolit Y dari bahan alam yang belum termanfaatkan.
2. Memberikan informasi pemanfaatan abu sekam padi.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Sekam Padi

Sekam padi adalah bagian terluar dari butir padi yang merupakan hasil samping dalam proses penggilingan padi. Dalam produksi sebesar 29 juta ton per tahun, hampir semua sekam padi yang diproduksi di negara ASEAN dibuang atau terbuang begitu saja. Sedikit sekali usaha yang dapat memanfaatkan sekam menjadi sesuatu yang berguna.

Hingga saat ini padi masih merupakan produk utama pertanian di negara agraris, termasuk Indonesia. Hal ini disebabkan oleh kenyataan bahwa beras yang merupakan hasil olahan dari padi merupakan bahan makanan pokok. Sekam padi yang merupakan salah satu produk sampingan dari proses penggilingan padi, selama ini hanya menjadi limbah yang belum dimanfaatkan secara optimal. Sekam padi lebih sering hanya digunakan sebagai bahan pembakar bata merah atau dibuang begitu saja. Padahal dari beberapa penelitian (Houston, 1972; Hara, 1986) yang telah dilakukan menunjukkan bahwa abu sekam padi banyak mengandung silika. Pemanfaatan abu sekam padi sebagai sumber silika pada zeolit sintesis merupakan salah satu usaha untuk mendayagunakan sekam padi dan meminimalkan dampak negatif dari pembuangan sekam padi.

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). Nilai paling umum kandungan silika dari abu sekam adalah 94 - 96% dan apabila nilainya mendekati

atau di bawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi dengan zat lain sehingga kandungan silikanya rendah. Silika yang terdapat dalam sekam ada dalam bentuk amorf terhidrat (Houston, 1972). Pada pembakaran yang dilakukan secara terus-menerus pada suhu di atas 650 °C akan menaikkan kristalinitasnya dan akhirnya akan terbentuk fasa kristobalit dan tridimit dari silika sekam (Hara, 1986). Komposisi kimia sekam padi menurut Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian mengandung beberapa unsur kimia penting yang ditunjukkan pada Tabel 2.1 sebagai berikut:

Tabel 2.1 Komponen Kimia Sekam Padi

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

Sumber: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian (2009)

Sekam padi merupakan sumber silika alternatif sebagai pengganti bahan kimia murni, karena mempunyai kandungan silika yang sangat besar dan harganya yang murah (Ramli, 1995). Sekam padi digunakan sebagai sumber silika aktif untuk sintesis zeolit Y (Ramli, 1995), untuk zeolit A, Y, ZSM-5 (Kismojohadi, 1995; Rawtani dkk, 1989). Dalam penelitian-penelitian tersebut, abu sekam padi (ASP) digunakan sebagai sumber silika. Mula-mula silika dibakar sempurna untuk menghasilkan abu putih yang bebas karbon. Kalsinasi dari sekam padi yang menghasilkan kehilangan lebih dari 70% berat, mengubah material silikon organik dalam sekam sehingga menjadi abu sekam padi putih (ASPP).

Seperti diketahui padi terdiri dari beras (65 %), sekam (20 %), bekatul (8 %), dan bagian lainnya yang hilang (7 %). Sekam mengandung senyawa organik berupa lignin, dan setin, selulosa, *hemisellulose* (pentosan), senyawa nitrogen, lipida, vitamin B1 dan asam organik.

Sekam padi terdiri dari senyawa organik dan senyawa anorganik. Komposisi organik terdiri dari protein, lemak, serat, pentosa, selulosa, hemiselulosa dan lignin (Houston, 1972). Sekam padi memiliki kadar pati lebih kecil daripada dedak padi. Kandungan protein rendah (1,7 – 7,26 %). Berbagai asam amino terdapat dalam protein sekam. Prolin merupakan asam amino yang dominan sedangkan arginin, histidin dan glutamat tergolong sangat rendah. Komposisi anorganik terdiri dari Na (0,0065 %), Fe (0,0043 %), Ca (0,0006 %), K (0,0559 %), Mg (0,0010 %), Si (56,8081 %), P (0,0041 %), dan Cl (0,0924 %) (Harsono, 2002).

2.2 Abu Sekam Padi

Abu sekam yang merupakan hasil karbonisasi sekam, agar optimal menjadi adsorben perlu satu tahap lagi yaitu 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).

Pada proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain akan diubah menjadi CO₂ dan H₂O. Abu berwarna keputih-putihan yang dihasilkan dari proses pembakaran sekam padi banyaknya adalah 13,1 - 29,04 % berat kering. Disamping mengandung silika

sebagai komponen utamanya, abu sekam padi juga mengandung senyawa-senyawa lain seperti dalam Tabel 2.2 berikut:

Tabel 2.2 Komponen Kimia Abu Sekam padi

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

Sumber: Folleto (2006)

Dari literatur yang lain disebutkan bahwa sekam terdapat dalam bentuk amorphous dan tetap dalam bentuk demikian bila sekam padi dibakar pada suhu antara 500 – 600 °C. Dari pembakaran sekam dapat diperoleh silikat dalam berbagai bentuk tergantung pada kebutuhan industri tertentu dengan mengatur suhu pembakaran. Silikat dalam bentuk amorf sangat reaktif. Pembakaran secara terbuka (seperti di sawah-sawah) dapat menghasilkan abu silikat bentuk amorf dan biasanya mengandung 86,9 - 97,80 % silika dan 10 – 15 % karbon (Sumaatmadja, 1985).

Abu sekam padi merupakan hasil samping pada penggilingan padi, dimana abu sekam padi tersebut memiliki kandungan silika yang sangat besar. Berdasarkan penelitian Putro (2007), abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika pada sintesis zeolit, dimana zeolite yang disintesis merupakan zeolite ZSM-5. Oleh sebab itu, abu sekam padi bisa digunakan sebagai sumber silika pada berbagai pembuatan zeolit sintetik yang lain, salah satunya ialah zeolite Y, karena semua ciptaan Allah SWT. tidak ada yang sia-sia. Sebagaimana dijelaskan dalam Al-qur'an QS. Ali Imran ayat 190-191:

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

“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (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”. (QS. Al Imran: 190-191)

Ayat 190 surat Ali Imran menjelaskan bahwa segala sesuatu yang diciptakan oleh Allah SWT. berupa langit dan bumi, silih bergantinya malam dan siang, planet dan bintang-bintang yang gemerlapan, lautan, gunung-gunung, hutan-hutan, pohon-pohon dan tetumbuhan, bermacam-macam binatang dan beraneka ragam tambang, semua itu mengandung tanda-tanda yang nyata bagi orang-orang yang memiliki akal yang sempurna, sehat dan cerdas (Ulul Albab). Ayat 191 menjelaskan karakteristik Ulul Albab tersebut yaitu, pertama, orang yang senantiasa berdzikir kepada Allah SWT, bagaimanapun keadaannya, berdiri, duduk, atau berbaring. Kedua, mereka senantiasa berfikir, bertafakur, bertadabur, atas ayat-ayat Allah SWT. sehingga mengakui bahwa segala ciptaanNya tidak sia-sia (Bahresy, 1988).

2.3 Zeolit

Nama zeolit ini berasal dari bahasa Yunani yaitu “Zeni” dan “Lithos” yang berarti batu yang mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air (Breck, 1974). Zeolit berkembang menjadi material utama dalam industri kimia untuk skala yang besar dalam aplikasinya dari perubahan ion sampai katalisis pada proses petrokimia, salah satu diantaranya yaitu zeolit NaA yang digunakan untuk industri detergen. Pada tahun 1987, sebanyak 375,000 ton kubik zeolit NaA

diproduksi secara besar-besaran hanya untuk industri detergen dengan total penggunaan 2,5 juta ton kubik pada tahun 2000 (Roland, 1989).

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali maupun alkali tanah. Struktur zeolit berupa kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling berhubungan melalui atom O membentuk rongga-rongga intrakristalin dan saluran-saluran yang teratur. Dalam struktur tersebut Si^{4+} dapat digantikan dengan Al^{3+} sehingga terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al. Muatan negatif ini akan dinetralkan oleh kation-kation (Barrer, 1982).

Secara umum zeolit mampu menyerap, menukar ion dan menjadi katalis, sehingga zeolit sintetis ini dapat dikembangkan untuk keperluan alternatif pengolahan limbah. Zeolit mempunyai beberapa sifat, diantaranya:

1. Dehidrasi

Sifat dehidrasi dari zeolit berpengaruh terhadap sifat adsorpsi. Jumlah molekul air sesuai dengan pori-pori kristal zeolit, bila kation-kation atau molekul air tersebut dikeluarkan dari dalam pori dengan suatu perlakuan tertentu maka akan tertinggal pori yang kosong pada zeolit (Barrer, 1982).

2. Adsorpsi

Dalam keadaan normal ruang hampa dalam kristal zeolit terisi oleh molekul air yang bila dipanaskan pada suhu 300 – 400 °C maka air tersebut akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan (Khairinal, 2000).

3. Penukar Ion

Ion-ion pada rongga atau kerangka zeolit berguna untuk menjaga kenetralan zeolit. Ion-ion ini dapat bergerak bebas dalam rangka zeolit dan bertindak sebagai "counter ion" yang dapat dipertukarkan dengan kation-kation lain. Pertukaran ion yang terjadi tergantung dari ukuran dan muatan maupun jenis zeolitnya. Sifat sebagai penukar ion dari zeolit antara lain tergantung dari sifat kation, suhu dan jenis anion (Poerwadi, dkk., 1998)

4. Katalis

Zeolit merupakan pengemban katalis yang baik karena mempunyai pori-pori yang banyak dengan luas permukaan maksimum. Zeolit sebagai katalis hanya mempengaruhi laju reaksi tanpa mempengaruhi kesetimbangan reaksi. Katalis berpori dengan pori-pori sangat kecil akan memuat molekul-molekul kecil tetapi mencegah molekul besar masuk. Selektivitas molekuler seperti ini disebut *molecular sieve* yang terdapat dalam substansi zeolit alam (Poerwadi, dkk., 1998)

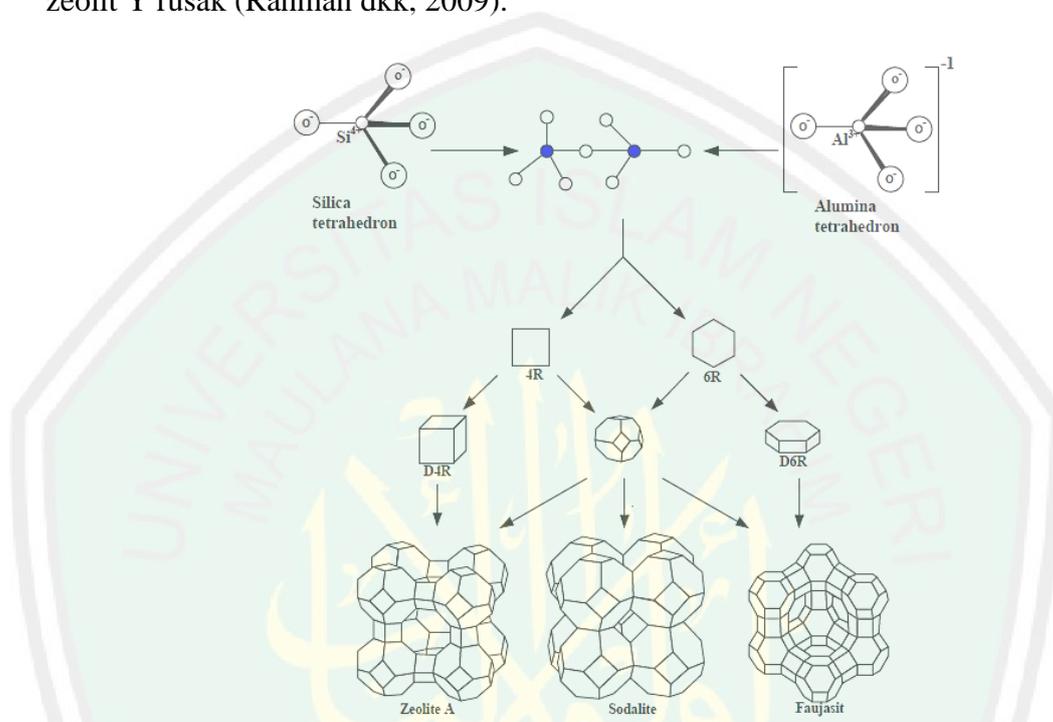
5. Penyaring/pemisah

Zeolit sebagai penyaring molekul maupun pemisah didasarkan atas perbedaan bentuk dan ukuran. Molekul yang berukuran lebih kecil dapat melintas sedangkan yang berukuran lebih besar dari ruang hampa akan ditahan (Poerwadi, dkk., 1998)

2.4 Definisi dan Kegunaan Zeolit Y

Zeolit Y adalah salah satu tipe zeolit golongan faujasit dengan diameter pori-pori 7,4 Å dan struktur pori tiga dimensi (Bhatia, 1990). Struktur dasar untuk zeolit Y adalah sangkar sodalite yang diatur sehingga untuk membentuk sangkar

super yang cukup besar untuk menampung bidang dengan diameter 1,2 nm (Taufiqurrahmi, 2011). Zeolit Y memiliki pecahan kosong volume 0,48 dengan rasio Si/Al 2,43. Jika suhu mencapai 793°C, maka dapat menyebabkan struktur zeolit Y rusak (Rahman dkk, 2009).

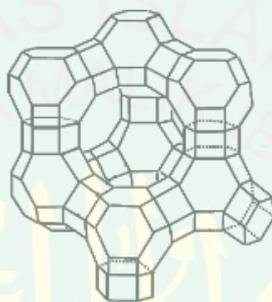


Gambar 2.1 Struktural dari Zeolit A, Sodalite dan Faujasite (Wang, dkk., 2013)

Faujasit adalah satu dari beberapa zeolit yang dapat disintesis dari bahan alam. Rumus umum zeolit faujasit adalah $\text{Na}_j[(\text{AlO}_2)_j(\text{SiO}_2)_{192-j}]\cdot z\text{H}_2\text{O}$ (Gates, 1991). Ada dua jenis zeolit faujasit yaitu zeolit faujasit kaya silikon (zeolit Y) yang mempunyai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1,5-3 dan zeolit faujasit kaya aluminium (zeolit X) yang mempunyai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1-1,5. Zeolit Y merupakan kristal alumino silikat sintesis yang terdiri dari kesatuan mata rantai sangkar sodalit yang berikatan membentuk cincin ganda beranggota enam yang dihubungkan dengan atom oksigen. Ketika dilakukan penyusunan sangkar-sangkar sodalit tersebut, masing-masing sangkar dihubungkan dengan cincin beranggota dua belas

yang disebut jendela (window) dan membentuk pori besar (*cavity/supercage*) yang merupakan sangkar alpha (Kasmui dkk, 2008).

Zeolit Y mempunyai simetri kubik dengan panjang sisi unit sel sebesar 24,345 Å. Sel satuan adalah sel terkecil yang masih menunjukkan sistem kristalnya. Kegunaan penting zeolit Y adalah sebagai padatan pendukung katalis untuk reaksi hidrorengkah fraksi berat minyak bumi (Kasmui dkk, 2008).



Gambar 2.2 Kerangka dasar faujasit (Salaman, 2004)

Pemodelan zeolit Y dilakukan dengan membuat kerangka struktur satu unit sel zeolit Y yang terdiri dari sepuluh sangkar sodalit (sangkar β) yang dihubungkan dengan jembatan oksigen dalam cincin ganda beranggota enam membentuk pori besar (*cavity/supercage*) yang merupakan sangkar α dan membentuk window yang merupakan cincin beranggota duabelas. Hanya dilakukan pemodelan satu unit sel zeolit Y karena sejauh pengamatan yang telah dilakukan, struktur zeolit merupakan pengulangan dari struktur-struktur unit selnya yang serupa. Sangkar sodalit (sangkar β) tersusun oleh cincin beranggota empat (SBU 4) dan cincin beranggota enam (SBU 6) dan terdiri dari 24 TO_4 dimana T adalah atom Si dan atom Al. Kerangka dasar struktur satu unit sel zeolit Y dibuat dengan menyusun pusat tetrahedral T seluruhnya atom Si (Rasio Si/Al = \sim) tanpa adanya pengaruh kation dan molekul air (Kasmui dkk, 2008).

2.5 Sintesis Zeolit Y

Zeolit merupakan bahan galian non logam atau mineral industri multi guna karena memiliki sifat-sifat fisika dan kimia yang unik yaitu sebagai penyerap, penukar ion, penyaring molekul dan sebagai katalisator (Hay, 1966). Menurut Utomo dan Yunita (2012), dijelaskan bahwa proses komersial yang pertama dilakukan berdasar atas sintesis laboratorium yang asli menggunakan hidrogel yang amorf. Pengolahan zeolit secara garis besar dapat dibagi menjadi 2 tahap, yaitu preparasi dan aktivasi. Tahapan preparasi zeolit dilakukan agar mendapatkan zeolit yang siap olah. Tahap ini meliputi pengecilan ukuran dan pengayakan. Tahapan ini dapat menggunakan mesin secara keseluruhan atau dengan cara sedikit konvensional. Tahapan pengolahan zeolit yang kedua adalah aktivasi. Aktivasi zeolit dapat dilakukan dengan 2 cara, yaitu:

1. Aktivasi pemanasan, hasil preparasi zeolit tahap pertama dikeringkan dalam pengering putar dengan suhu tetap 2300 °C dan waktu pemanasan selama 3 jam. Proses ini bertujuan untuk menguapkan air yang terperangkap di dalam pori-pori kristal zeolit, sehingga luas permukaannya bertambah (Khairinal, 2000)
2. Penambahan pereaksi kimia, dilakukan di dalam pengaktifan dengan basa (NaOH) atau asam (HCl), dimaksudkan untuk membersihkan permukaan pori, membuang senyawa pengotor dan mengatur kembali letak atom yang dipertukarkan (Weitkamp, 1999). Zeolit yang telah diaktivasi perlu dikeringkan terlebih dahulu, pengeringan dapat dilakukan dengan penjemuran dibawah sinar matahari atau didiamkan dalam desikator..

Penelitian Anggoro dan Purbasari (2009) mengenai sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan komposisi molar $2,24 \text{ Na}_2\text{O}$; Al_2O_3 ; 8 SiO_2 ; $112 \text{ H}_2\text{O}$

dilakukan waktu pemeraman (*aging*) selama 24 jam disertai pengadukan pada suhu kamar menggunakan *autoclave*. Waktu kristalisasi yang dilakukan ialah 48 jam pada suhu 100 °C menghasilkan zeolit Y dengan kristalinitas sebesar 74 %. Anggoro, dkk (2007) melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan komposisi bahan yang digunakan yaitu $20 \text{ Na}_2\text{O}$; $x \text{ Al}_2\text{O}_3$; 20 SiO_2 ; $600 \text{ H}_2\text{O}$ dengan waktu *aging* 48 jam disertai dengan pengadukan pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 48 jam pada suhu 54 °C menghasilkan zeolit Y dengan kristalinitas 49 %. Penelitian mengenai sintesis zeolit Y dari abu sekam padi juga telah dilakukan oleh Kasmui, dkk (2007) melakukan sintesis zeolit Y dengan komposisi molar yang digunakan $2,24 \text{ Na}_2\text{O}$; Al_2O_3 ; 8 SiO_2 ; $112 \text{ H}_2\text{O}$ dengan waktu pemeraman (*aging*) 24 jam disertai pengadukan pada suhu kamar dengan waktu kristalisasi 24 jam pada suhu 100 °C menghasilkan zeolite Y dengan kristalinitas sebesar 37 %.

2.6 Sintesis Nano Partikel Zeolit

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

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 faujasit

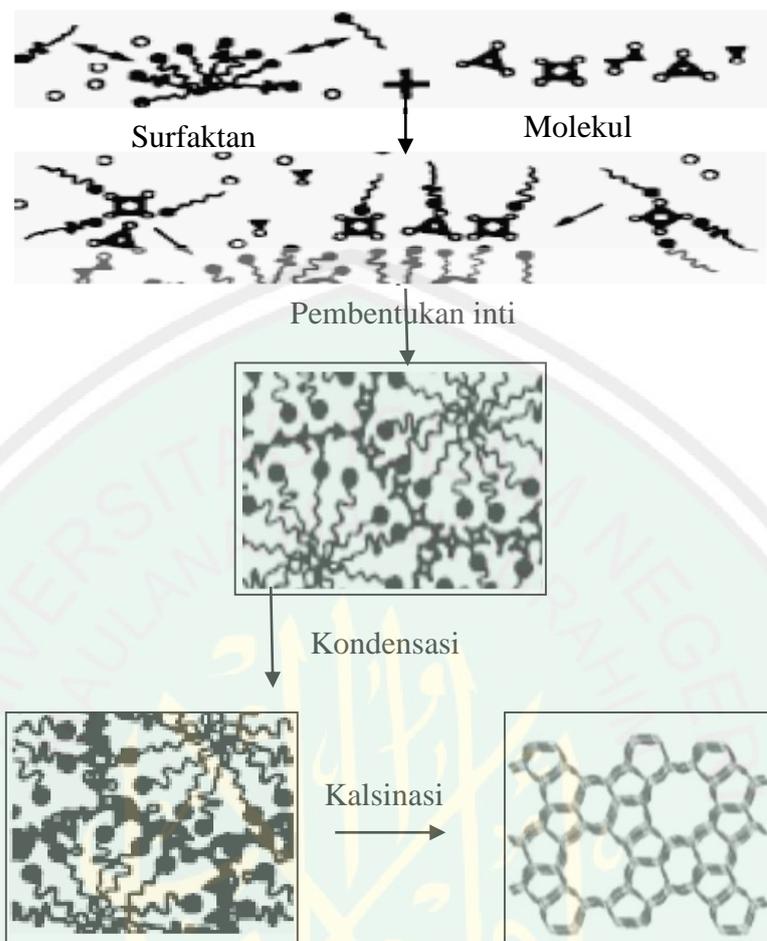
yaitu TMA^+ (*tetramethyl ammonium*) (Mintova dan Ng, 2013). Macam-macam templat organik yang digunakan untuk berbagai jenis zeolit dapat dilihat pada Tabel 2.3 :

Tabel 2.3 Templat organik untuk berbagai jenis zeolit

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

Sumber : (Mintova dan Ng, 2013).

Pada penelitian ini menggunakan tetrametil ammonium hidroksida (TMAOH) yang bertindak sebagai molekul pengarah struktur zeolit atau *structure directing agent* (SDA) (Nugandini, 2007). Templat difungsikan seperti agen yang mengarahkan dalam pembentukan struktur kristal zeolit. Adanya surfaktan kation TMA^+ dalam campuran akan bereaksi cepat dengan kerangka anionik yaitu ion silikat dalam proses perakitan struktur untuk membentuk suatu embrio zeolit (Mazak, 2006). Mekanisme pembentukan kerangka zeolite dapat dilihat pada gambar 2.3.



Gambar 2.3 Proses pembentukan zeolit (Warsito, dkk., 2008)

Beberapa penelitian telah melaporkan bahwa sintesis nanozeolit Y dengan penambahan templat organik TMAOH dihasilkan nanozeolit dengan ukuran partikel yang lebih seragam. Taufiqurrahmi, dkk (2011) telah berhasil melakukan sintesis nanozeolit Y dari silika sintetik menggunakan templat organik TMAOH dengan rasio molar $0,72(\text{TMA})_2\text{O} : 0,0094 \text{Na}_2\text{O} : 0,29 \text{Al}_2\text{O}_3 : 1 \text{SiO}_2 : 108,82 \text{H}_2\text{O}$ dengan waktu pemeraman selama 3 hari pada suhu kamar disertai pengadukan menghasilkan ukuran partikel nanozeolit Y sebesar 50 nm. Pada penelitiab Moamen, dkk (2015) telah melakukan sintesis nanozeolit Y dari silika sintetik

dengan komposisi molar yang digunakan ialah 0,0044 NaOH : 3,6 SiO₂ : 1,0 Al₂O₃ : 236 H₂O : 0,88 Etanol dengan waktu pemeraman 3 hari menghasilkan ukuran partikel rata-rata sebesar 20 – 50 nm. Selain itu, Rasouli, dkk (2011) melakukan penelitian tentang sintesis nanozeolit Y menggunakan templat TMAOH dengan komposisi molar 0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : x Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O pada waktu aging 30 – 50 nm pada suhu kamar dan waktu kristalisasi 48 – 72 jam pada suhu 90 – 160 °C dan menghasilkan ukuran partikel sebesar 20 ± 5 nm.

2.7 Metode Sintesis Zeolit Y

2.7.1 Sol-gel

Proses sol gel dapat didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2011). Terdapat beberapa tahap dalam metode sol-gel, antara lain (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. Faktor yang sangat berpengaruh terhadap proses hidrolisis adalah rasio air/prekursor dan jenis katalis hidrolisis yang digunakan. Peningkatan rasio pelarut/prekursor akan meningkatkan reaksi hidrolisis yang mengakibatkan reaksi berlangsung cepat sehingga waktu gelasi lebih cepat (Fernandez, 2011).

B. Kondensasi

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

Pada berbagai kasus, reaksi ini juga menghasilkan produk samping berupa air atau alkohol (Fernandez, 2011).

C. Pemeraman (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 didalam 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).

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

2.7.2 Hidrothermal

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, 2000):

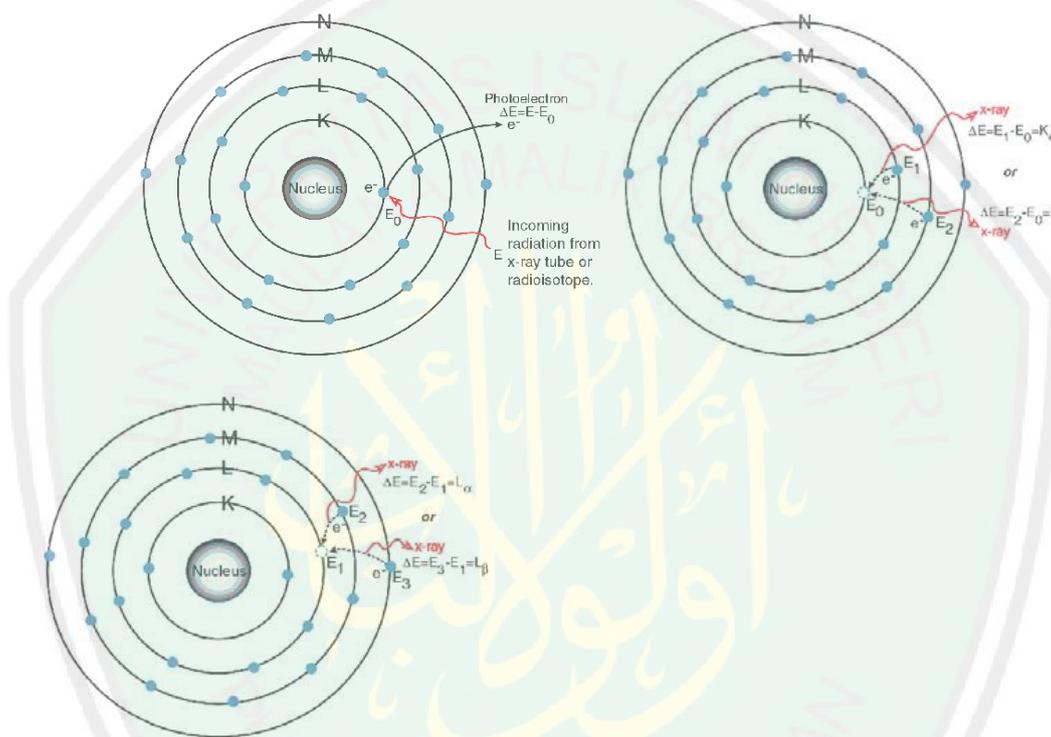
1. Suhu relatif rendah untuk reaksi.
2. Dengan menaikkan suhu dan tekanan dapat menstabilkan preparasi senyawa dalam keadaan oksidasi yang tidak biasanya.
3. Pada kondisi super-heated water, oksida logam yang tidak larut dalam air dapat menjadi larut. atau bila suhu dan tekanan tersebut belum mampu, 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.

2.8 Karakterisasi Sintesis Nanozeolit Y

2.8.1 *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). Bagian dari skema XRF ditunjukkan Gambar 2.3 nomor 1 menunjukkan selama proses jika *X-ray* mempunyai energi yang cukup maka elektron akan terlempar dari kulitnya yang lebih dalam (tereksitasi), menciptakan *vacancy* pada kulitnya, *vacancy* itu mengakibatkan kondisi yang tidak stabil pada atom. Untuk

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



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

Ghasemi dan Habibollah, (2011) melakukan sintesis nanozeolit NaA dari abu sekam padi, dari hasil analisis XRF diperoleh kadar SiO_2 sebesar 95,913 % yang ditunjukkan pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Hasil analisa dengan XRF (Ghasemi dan Habibollah, 2011)

Komposisi	Abu Sekam Padi (%)	Bubuk 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	-
LOI	2,562	10,64

Eng-Poh Ng, dkk., (2015) melakukan sintesis zeolit tipe EMT dari abu sekam padi dan diperoleh kadar SiO₂ sebesar 97,1 % yang ditunjukkan pada Tabel 2.5.

Tabel 2.5 Hasil analisis dengan XRF (Eng-Poh Ng, dkk., 2015)

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

Rahman, dkk., (2009) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi sebagai sumber silika dan dari hasil analisis XRF diperoleh kadar SiO₂ sebesar 95,85 %. Pratomo, dkk., (2013) telah melakukan penelitian tentang ekstraksi silika dari abu sekam padi. Perlakuan dilakukan dengan pencucian menggunakan HCl dengan variasi konsentrasi yakni 1, 2, dan 3 M dan tanpa pencucian, dengan teknik pengadukan dan refluks. Kadar silika tertinggi diperoleh dengan pencucian menggunakan HCl 1 M teknik pengadukan yang ditunjukkan pada Tabel 2.6 berikut :

Tabel 2.6 Hasil analisis dengan XRF (Pratomo, dkk., 2013)

Parameter	Kandungan Kimia (%)								
	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	TiO ₂	CrO	MnO	NiO	CuO
Sebelum	94,9	2,84	0,84	0,69	0,03	0,03	0,37	0,03	0,05
Sesudah	97,5	1,01	0,69	0,4	0,04	0,03	0,16	0,02	0,04

2.8.2 Difraksi Sinar-X (X-Ray Diffraction)

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 kristalin, akan menghasilkan pola-pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada kisi padatan (Chang, 1998).

Kegunaan metode ini adalah:

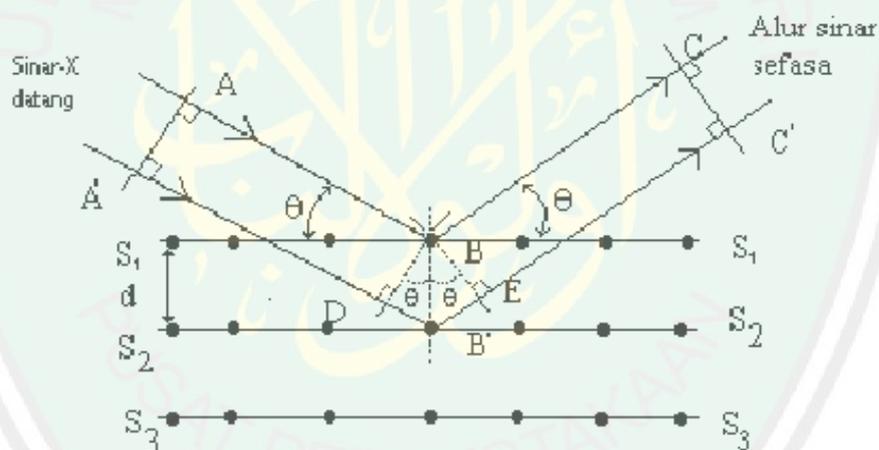
1. Penentuan struktur kristal yaitu bentuk dan ukuran sel satuan kristal, pengindeksan bidang kristal dan jumlah atom persel satuan.
2. Analisis kimia yaitu identifikasi kristal, penentuan kemurnian hasil sintesis dan deteksi senyawa baru. Dasar dari analisis kimia adalah bahwa setiap jarak antar bidang kristal (d) karakteristik untuk materi tertentu.

Pola difraksi pada setiap materi akan berbeda satu sama lain sehingga dapat digunakan untuk identifikasi dan memberikan informasi mengenai kesimetrian serta ukuran unit-unit molekuler (Wahyuni, 2003).

Dari difraktogram, dapat diperoleh harga d sesuai hukum Bragg. Tiga harga d dari puncak terkuat dibandingkan dengan data standar. Jika terdapat kecocokan, berarti jenis sampel sama dengan standar. Dalam penelitian ini difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui perubahan struktur mikroskopi dari padatan yang dihasilkan dalam proses transformasi.

Difraksi sinar-X merupakan suatu metode analisis yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan radiasi elektromagnetik sinar-X yaitu pengukuran radiasi sinarX yang terdifraksi oleh bidang kristal. Penghamburan sinarX oleh unit-unit pada kristal, akan menghasilkan pola difraksi yang digunakan untuk menentukan susunan partikel pada pola padatan (Goldberg, dkk., 2004).

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 dari sinar kristal dengan mengikuti Hukum Bragg (Hayati, 2007)

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 seperti ditunjukkan pada Persamaan 2.1. W.L Bragg

menggambarkan difraksi sinar-X oleh kristal ditunjukkan seperti pada Gambar 2.5 (Aji dan Anjar, 2009).

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \quad (2.1)$$

keterangan :

λ : Panjang gelombang sinar X yang digunakan

θ : Sudut antara sinar datang dengan bidang normal

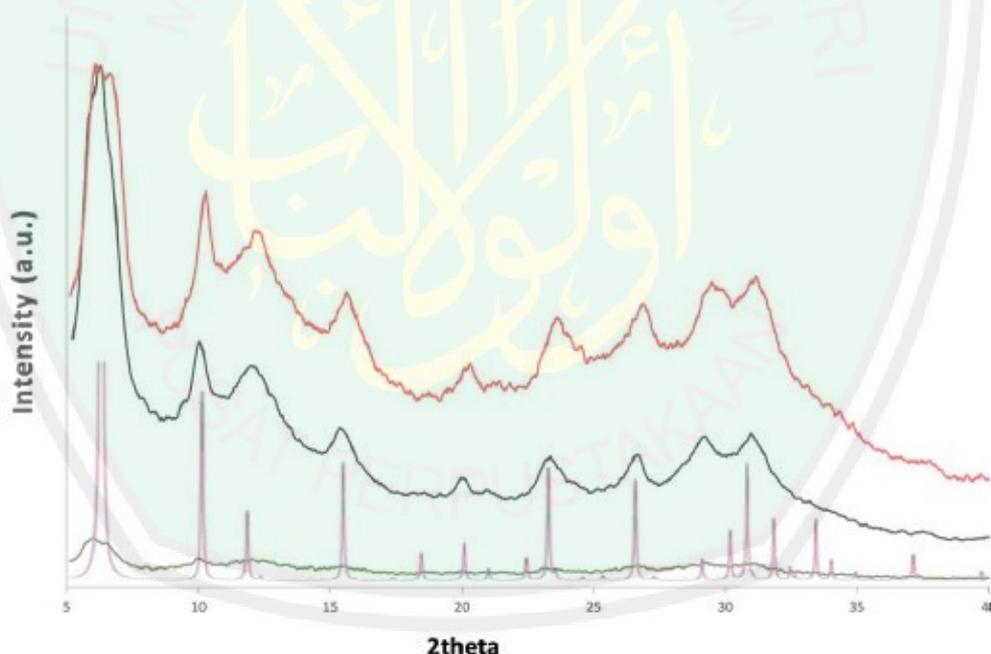
d : Jarak antara dua bidang kisi

n : Bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan

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

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

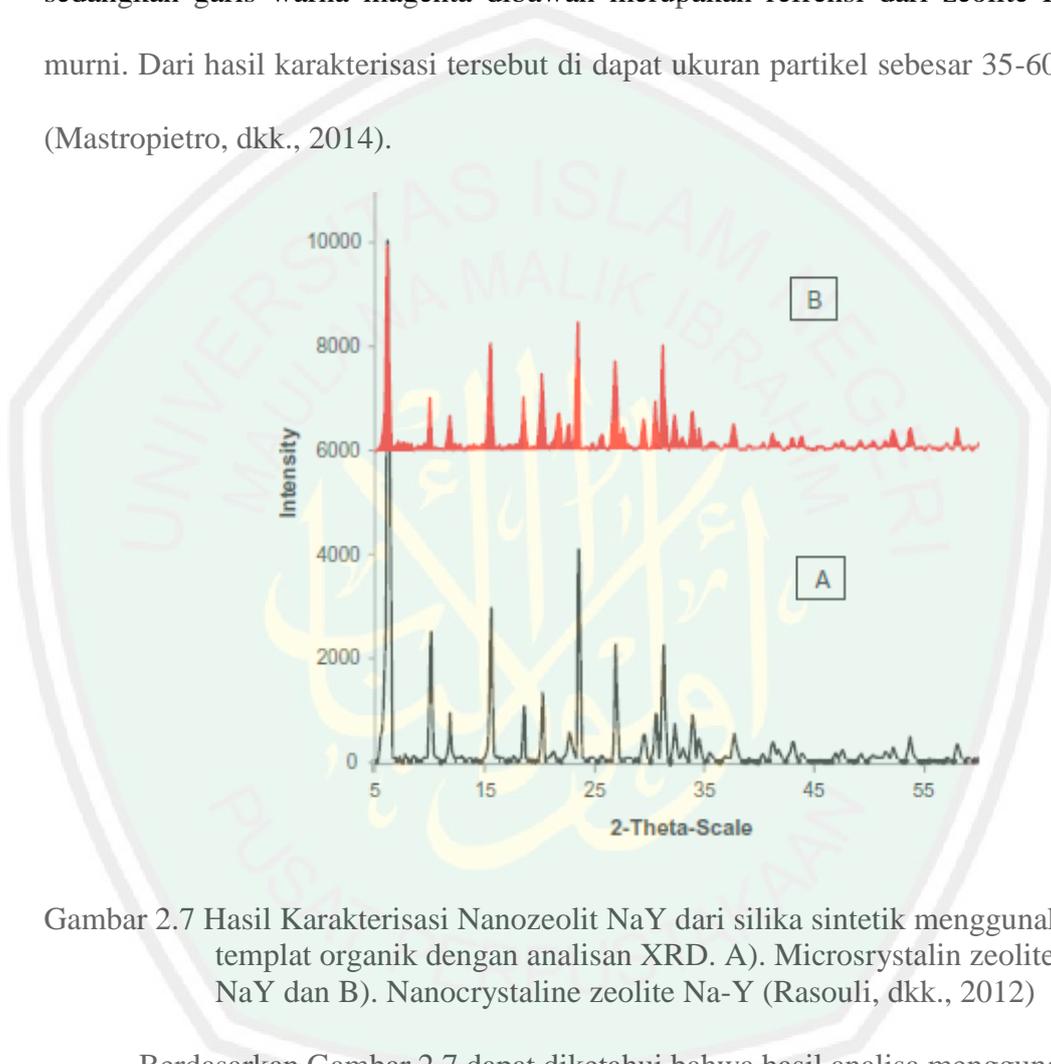
Analisis kualitatif dan kuantitatif jenis mineral zeolit dengan menggunakan difraktogram standar dari JCPDS (*Join Committee on Powder Diffraction Standarts*) dalam bentuk *Powder Diffraction File*. Setiap senyawa dengan struktur kristal yang sama akan menghasilkan difraktogram yang identik, oleh karena itu, pola difraksi dapat digunakan sebagai sidik jari suatu senyawa. Jadi, dengan membandingkan difraktogram suatu mineral yang tidak diketahui dengan difraktogram dalam *Powder Diffraction File* dapat ditentukan mineral yang tidak diketahui tersebut. Analisis kuantitatif dari campuran memerlukan perbandingan intensitas puncak difraksi dengan material lain, intensitas yang dinyatakan sebagai I/I_1 (Nelson, 2003).



Gambar 2.6 Hasil karakterisasi nanozeolit NaY dari bahan sintetik tanpa templat organik dengan Analisa XRD (Mastropietro, dkk., 2014)

Berdasarkan Gambar 2.6 diperoleh hasil bahwa analisis XRD menunjukkan sintesis nanozeolit NaY dari bahan sintetik dengan komposisi molar 4,3 SiO_2 ; 1 Al_2O_3 ; 15,2 NaOH ; 321,4 H_2O memiliki kristalinitas yang rendah. Pada garis merah atas menunjukkan hasil karakterisasi nanozeolit NaY tanpa *seeding supports*

pada suhu 30 °C selama 36 jam, garis hitam menunjukkan hasil karakterisasi nanozeolit NaY menggunakan seeding supports selama 36 jam, garis abu-abu menunjukkan karakterisasi nanozeolit NaY tanpa seeding supports selama 24 jam, sedangkan garis warna magenta dibawah merupakan refrensi dari zeolite FAU murni. Dari hasil karakterisasi tersebut di dapat ukuran partikel sebesar 35-60 nm (Mastropietro, dkk., 2014).



Gambar 2.7 Hasil Karakterisasi Nanozeolit NaY dari silika sintetik menggunakan templat organik dengan analisan XRD. A). Microcrystalin zeolite NaY dan B). Nanocrystalline zeolite Na-Y (Rasouli, dkk., 2012)

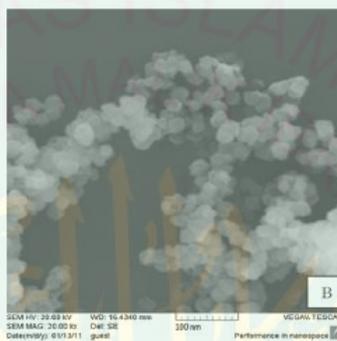
Berdasarkan Gambar 2.7 dapat diketahui bahwa hasil analisa menggunakan XRD sintesis nanozeolit Y dari silika sintetik dengan menggunakan templat organik berupa *tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH) dibawah kondisi hidrotehrmal pada suhu antara 90-160 °C selama 48-72 jam, memiliki kristalinitas yang hampir dekat dengan standart zeolit Na-Y (Rasouli, dkk., 2012).

2.8.3 Scanning Electron Microscope (SEM)

Prinsip kerjanya ialah suatu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron yang dihasilkan dapat menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas tersebut, sehingga akan menghasilkan gambar ke dalam bidang 300 – 600 kali lebih baik dari pada mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan gambar tiga dimensi. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan magnifikasi dari 20 – 100.000 kali (Whyman, 1996).

Proses pemindaian (*scanning process*) SEM secara singkat dapat dijelaskan sebagai berikut. Sinar elektron, yang biasanya memiliki energi berkisar dari beberapa ribu eV hingga 50 kV, difokuskan oleh satu atau dua lensa kondenser menjadi sebuah sinar dengan *spot focal* yang sangat baik berukuran 1 nm hingga 5 nm. Sinar tersebut melewati beberapa pasang gulungan pemindai (*scanning coils*) di dalam lensa obyektif, yang akan membelokkan sinar itu di atas area berbentuk persegi dari permukaan sampel. Selagi elektron-elektron primer mengenai permukaan, mereka dipancarkan secara tidak elastis oleh atom-atom di dalam sampel. Melalui kejadian penghamburan ini, sinar elektron primer menyebar secara efektif dan mengisi volume berbentuk air mata, yang dikenal sebagai volume interaksi, memanjang dari kurang dari 100 nm hingga sekitar 5 μm ke permukaan. Interaksi di dalam wilayah ini mengakibatkan terjadinya emisi elektron sekunder, yang kemudian dideteksi untuk menghasilkan sebuah gambar. Elektron-elektron sekunder akan ditangkap oleh detektor, dan mengubah sinyal tersebut menjadi suatu sinyal gambar. Kekuatan cahaya tergantung pada jumlah elektron-elektron sekunder yang mencapai detektor (Aplestiasfika, 2007).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Rasouli, dkk., (2012) berhasil mensintesis nanozeolit NaY dari silika sintetis menggunakan templat organik berupa *tetramethylemmonium hydroxide* (TMAOH) di bawah kondisi hidrotermal pada suhu antara 90-160 °C selama 48-72 jam, kemudian dianalisis menggunakan SEM dan diperoleh rata-rata ukuran Kristal 20 ± 5 nm. Hasil ditunjukkan pada Gambar 2.8 berikut:



Gambar 2.8 Hasil karakterisasi nanozeolit Y menggunakan templat organic dengan analisa SEM (Rasouli, dkk., 2012)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

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

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan yaitu silika dari abu sekam padi di Kecamatan Megaluh Jombang, aquades, natrium hidroksida (98 %, Merck), aluminium isopropoksida sebagai sumber aluminat (98 %, Sigma-Aldrich), asam klorida (1M, Merck), tetrametil amonium hidroksida (25 %, Sigma-Aldrich), indikator universal, kertas saring Whatman 42, dan aluminium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui karakter nanozeolit Y dengan variasi waktu *ageing* menggunakan metode hidrotermal. Nanozeolit Y disintesis dengan komposisi molar $0,72 (TMA)_2O : 0,0094 Na_2O : x Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O$. Variasi waktu *ageing* yang digunakan yaitu 24 ; 48 ; 72 jam.

Hasil sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kemurnian, kristalinitas, ukuran partikel, serta keberhasilan sintesis. *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk mengetahui morfologi permukaan dari nanozeolit Y hasil sintesis.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan yaitu sebagai berikut :

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

3.5 Prosedur Penelitian

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

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

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

Abu sekam padi ditambahkan NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (b/v) dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam pada suhu 80 °C. dipisahkan endapan dengan filtrate melalui penyaringan. Filtrate dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 10 menit yang kemudian ditambah HCl 3 M hingga pH mendekati 7 dan terbentuk endapan putih silika. Endapan silika lalu dicuci menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor yang berupa senyawa garam NaCl dan endapan SiO₂ dikeringkan pada suhu 110 °C selama 2 jam. Silika yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui prosentase kandungan silika dan kemurniannya. Selanjutnya karakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas dari silika yang dihasilkan.

3.5.3 Karakterisasi Silika Abu Sekam Padi Menggunakan XRF

Karakterisasi dengan XRF dilakukan pada silika abu sekam padi hasil preparasi. Mula-mula sampel ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan

sinar-X. Selanjutnya akan diperoleh data berupa difraktogram prosentase unsur yang terkandung di dalam sampel.

3.5.4 Sintesis Nanozeolit Y (Rasouli, dkk., 2012)

Komposisi molar yang digunakan $0,72 (TMA)_2O : 0,0094 Na_2O : x Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O$. Perlakuan sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan mencampurkan semua bahan yang digunakan yaitu 0,036 gram NaOH, 78,25 mL aquades, 2,08 gram Aluminium oksida, TMAOH, 0,0184 gram dan 3,534 gram SiO_2 . Kemudian diaduk dengan *stirrer* dan dieramkan selama 24 ; 48; 72 jam pada suhu ruang. Selanjutnya campuran dipindahkan ke dalam botol hidrotermal plastic tertutup dan dikristalisasi pada suhu $100\text{ }^{\circ}C$ selama 48 jam. Kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring, endapan yang diperoleh dicuci dengan auqades hingga mendekati pH 9. Endapan yang diperoleh dikeringkan pada suhu $100\text{ }^{\circ}C$ selama 12 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu $550\text{ }^{\circ}C$ selama 6 jam untuk menghilangkan bahan organik dan air.

3.5.5 Karakterisasi Nanozeolit Y

3.5.5.1 Analisis Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan pada nanopartikel zeolit Y hasil modifikasi. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya, ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu $K\alpha$ pada λ sebesar $1,54060\text{ \AA}$, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2θ sebesar 2° - 60° dan kecepatan scan 4° per menit.

3.5.5.2 Analisis Morfologi Nanozeolit Y Menggunakan SEM

Karakterisasi dengan SEM dilakukan terhadap nanozeolit Y hasil sintesis variasi waktu pemeraman (24 ; 48 ; 72 jam). Nanozeolit Y yang dihasilkan ditempatkan pada sampel holder SEM yang telah dilapisi karbon. Selanjutnya dianalisis menggunakan instrument SEM.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Mencari ukuran partikel

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

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta} \dots\dots\dots (3.1)$$

keterangan :

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

3.6.2 Kemurnian Nanozeolit Y

Berdasarkan difraktogram yang diperoleh dari difraksi sinar-X, maka kemurnian hasil sintesis nanozeolit Y dapat ditentukan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ nanozeolit Y} = \frac{\text{Jumlah intensitas nanozeolit Y}}{\text{Jumlah intensitas total}} \times 100 \%$$

3.6.3 Analisis Morfologi

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

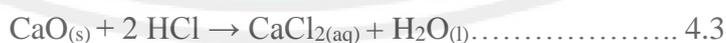
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Zeolit dapat disintesis dari bahan baku yang mengandung sumber alumina dan silika. Sumber silika yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari abu sekam padi. Sampel sekam padi ini mempunyai sifat fisik berwarna coklat. Preparasi sekam padi diawali dengan pencucian menggunakan aquades untuk menghilangkan pengotor seperti tanah, akar, daun dan lain-lain. Kemudian dihaluskan dan dipanaskan pada suhu 700 °C untuk menghilangkan senyawa organik dalam sekam padi. Pada suhu tinggi senyawa organik akan terdekomposisi menjadi senyawa yang lebih sederhana dan akan mudah menguap (Krishnarao, 2001)

Abu sekam padi dicuci menggunakan HCl 1 M untuk melarutkan oksida lain selain SiO₂ berupa oksida-oksida logam (Kalapathy, dkk., 2000 dan Widati, dkk., 2010). Reaksi pelarutan oksida logam terhadap HCl ditunjukkan pada Persamaan 4.1 – 4.3 (Pratomo, dkk., 2013):



Abu sekam padi sebelum dan sesudah dicuci dengan HCl 1 M dilakukan karakterisasi dengan *X-Ray Fluorescence* sebagai analisis awal untuk mengetahui perubahan prosentase kandungan SiO₂. Berikut merupakan prosentase kandungan awal abu sekam padi yang tertera pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Komposisi awal senyawa kimia dalam abu sekam padi

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

Pada Tabel 4.1 menunjukkan kandungan silika memiliki prosentase yang tinggi yaitu 79,2 %, sehingga abu sekam padi dapat digunakan sebagai alternatif sumber silika yang baik untuk sintesis zeolit (Rahman, dkk., 2009).

4.2 Ekstraksi SiO₂ dari Abu Sekam Padi

Ekstraksi SiO₂ dari abu sekam padi dilakukan untuk meningkatkan prosentase kandungan silika. Kandungan abu sekam padi selain silika, juga terdapat kandungan logam lainnya (pengotor), sehingga harus dilakukan ekstraksi untuk menghilangkan logam-logam yang tidak dibutuhkan.

Pertama, abu sekam padi direaksikan dengan basa kuat NaOH 7 M untuk melarutkan silika, karena kelarutan silika dalam basa kuat sangat besar yang kemudian akan menghasilkan natrium silikat (Handoyo, 1996). Larutan natrium silikat yang terbentuk kemudian ditambahkan HCl 3 M hingga mendekati pH 7 atau pada pH asam untuk menghasilkan dan mengendapkan SiO₂ secara optimal (Suka, dkk., 2008). Proses pencucian SiO₂ dengan aquades dilakukan untuk menetralkan senyawa SiO₂ dari ion pengganggu yaitu Cl⁻, ion ini diperoleh ketika penambahan larutan asam klorida ke dalam larutan panas natrium silikat. Selain itu digunakan

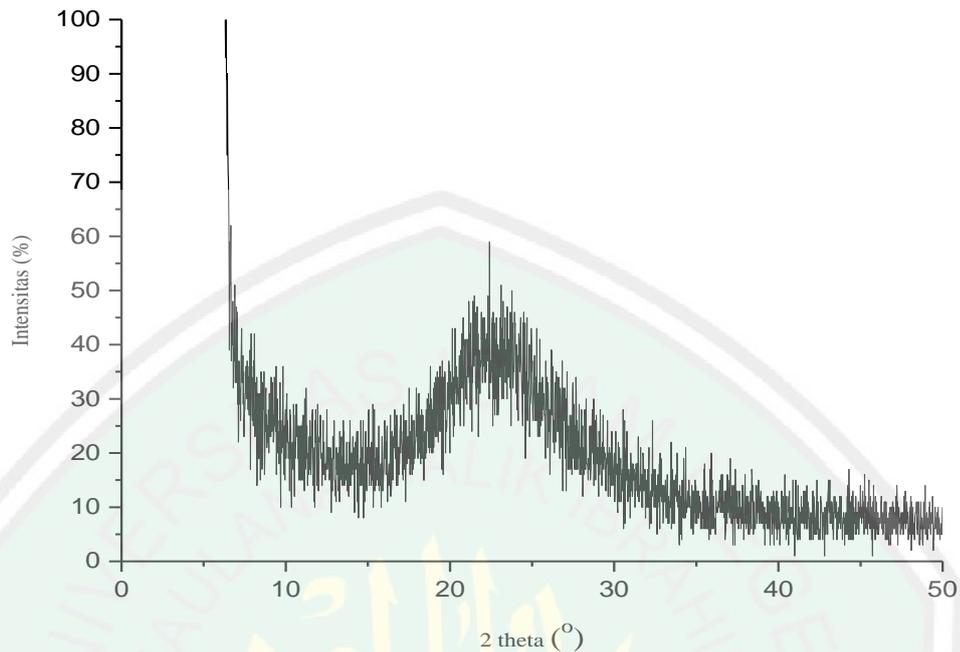
larutan AgNO_3 10 % untuk mendeteksi adanya senyawa Cl^- yang ditandai oleh endapan putih dalam filtrat ketika proses pencucian dengan aquades. Penambahan aquades berlebih akan mengionkan senyawa Cl^- sehingga senyawa Cl^- akan terpisah dari ekstrak SiO_2 . Data hasil ekstraksi dapat diketahui dari hasil analisis *X-Ray Fluorescence* yang tertera pada Tabel 4.2

Tabel 4.2. Hasil Ekstraksi silika dari abu sekam padi

Senyawa	Kadar (%)
Si	94,7
K	1,0
Ca	1,8
Se	0,02
Cr	0,099
Mn	0,46
Fe	0,97
Ni	0,26
Cu	0,19
Zn	0,05
Re	0,4
Eu	0,1

Tabel 4.2 menunjukkan terjadi peningkatan prosentase SiO_2 dari 79,2 % menjadi 94,7 % dan terjadi pengurangan kandungan logam lainnya. Hal ini disebabkan adanya proses ekstraksi, dimana HCl pada proses ekstraksi tersebut dapat melarutkan beberapa senyawa yang ada di dalamnya, sehingga senyawa yang tidak dibutuhkan dapat larut dalam HCl dan dapat meningkatkan prosentase SiO_2 .

Selain komposisi unsur maka perlu diketahui fasa kristalinitas dari SiO_2 karena hal ini berhubungan dengan proses sintesis. Analisis kristalinitas dilakukan dengan instrumen *X-Ray Diffraction*. Berikut merupakan difraktogram hasil analisis dengan *X-Ray Diffraction* yang ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Difraktogram SiO₂ dari abu sekam padi

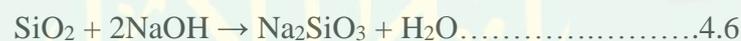
Difraktogram SiO₂ dari abu sekam padi terdapat gundukan pada rentang $2\theta = 20 - 30^\circ$ mempunyai intensitas yang rendah, hal itu menunjukkan fase SiO₂ dari abu sekam padi memiliki fase amorf. Silika amorf memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi silika amorf lebih reaktif dari pada silika kristalin (Kirk dan Orthmer, 1984). Oleh karena itu, silika abu sekam padi dapat dijadikan sumber silika dalam sintesis nanozeolit Y.

4.3 Sintesis Nanozeolit Y

Nanozeolit Y telah disintesis menggunakan metode hidrotermal dan sol-gel dengan variasi waktu pemeraman 24, 48 dan 72 jam. Metode sol gel merupakan proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. Proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel) (Fernandez, 2011). Metode sol-gel mempunyai

beberapa tahapan didalamnya yaitu hidrolisis, kondensasi, pemeraman, kristalisasi (*hydrothermal*) dan pengeringan.

Komposisi molar yang digunakan mengacu pada penelitian Rasouli, dkk (2013) sebesar $0,72 (TMA)_2O : 0,0094 Na_2O : x Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O$, dimana nilai x merupakan rasio molar Si/Al yaitu 2,5. Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan mencampurkan semua bahan sesuai hasil perhitungan. Tahap pencampuran tersebut merupakan tahap hidrolisis dimana prekursor terhidrolisis oleh air sehingga menghasilkan sol berupa koloid putih. Reaksi yang terjadi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012):



NaOH yang ditambahkan bertindak sebagai aktivator selama peleburan untuk membentuk garam silikat dan aluminat yang dapat larut, yang lebih lanjut berperan dalam pembentukan zeolit selama proses hidrotermal. Pada struktur zeolit terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al sehingga dibutuhkan kation-kation pendukung diluar rangka untuk menetralkannya, yaitu kation Na^+ (Ojha, dkk., 2004). Selain berfungsi sebagai pembentuk kation penyeimbang kerangka, NaOH juga berfungsi untuk menjaga pH campuran berada pada suasana basa yaitu pada kisaran pH 8-12 (Ahkam, 2011). Pada pH > 12 akan terbentuk $Si(OH)_4$ dengan konsentrasi optimum. Spesies Si^{4+} merupakan spesies utama dalam pembentukan kerangka zeolite (Warsito, dkk., 2008).

Penambahan templat organik berupa larutan *Tetramethylammonium hydroxide* (TMAOH) bertindak sebagai molekul pengarah struktur zeolit atau *structure directing agent* (SDA) yang berupa surfaktan. Pada saat larutan aluminat dan larutan silikat dicampur dengan TMAOH akan membentuk cetakan misel yang cukup besar dan dikelilingi oleh ion-ion pembentuk zeolit, dimana gugus hidrofobik akan berkumpul dan kepala hidrofilik akan saling menjauhi gugus hidrofobiknya, sehingga terbentuk suatu lingkaran silinder (Nugandini, 2007).

Setelah semua bahan tercampur dilanjutkan dengan proses pemeraman yaitu selama 24, 48 dan 72 jam. Pemeraman merupakan suatu proses dimana gel yang telah didiamkan pada suhu kamar selama beberapa waktu (Widiawati, 2005). Proses tersebut merupakan tahapan yang berperan penting dalam sintesis zeolit karena meliputi proses pembentukan gel yang merupakan awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal (Warsito, dkk., 2008). Jaringan gel yang terbentuk bersifat kuat, kaku, dan menyusut dalam larutan. Pembentukan gel ini menunjukkan adanya interaksi antara silikat dan aluminat dimana terjadi perubahan fase sol menjadi fase gel. Reaksi yang terjadi adalah (Ojha, dkk., 2004):



Setelah terbentuk gel dari hasil pemeraman kemudian dilanjutkan dengan kristalisasi (hidrotermal) yang bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal zeolit (Warsito, dkk., 2008). Kristalisasi pada pembentukan zeolite dicapai dari fase larutan menjadi fase gel kemudian menjadi fase padatan. Proses tersebut terjadi secara kontinyu diawali dengan reaksi kondensasi dan diikuti oleh polimerisasi larutan jenuh membentuk

ikatan Si-O-Al (Hamdan, 1992). Reaksi yang terjadi pada proses kristalisasi yaitu (Zhely dan Widiastuti, 2012):



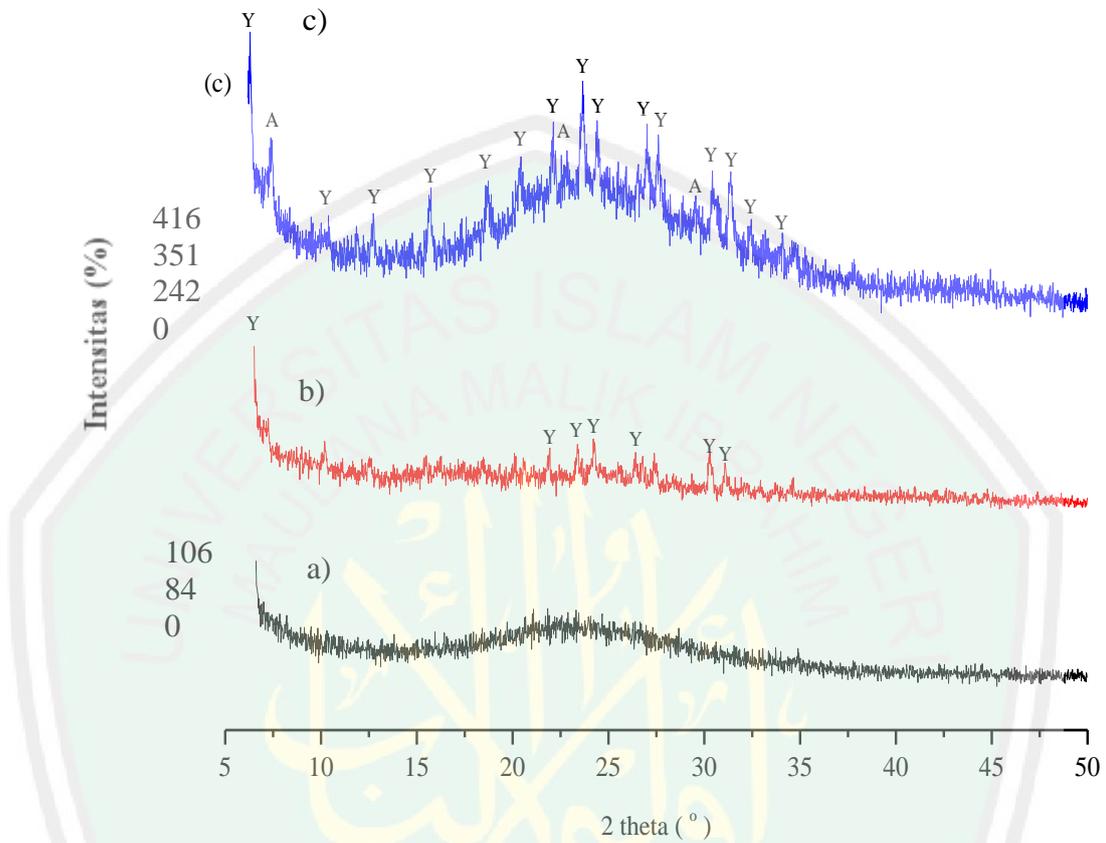
Pada tahap pembentukan kristal, gel amorf mengalami penataan ulang pada strukturnya yang terurai membentuk susunan yang lebih teratur dengan adanya pemanasan, sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa, dan larutan lewat jenuh pada keadaan metastabil (mudah berubah). Jika gel amorf sisa larut kembali, maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti tersebut sampai gel amorf sisa habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil (Warsito, dkk., 2008).

Padatan yang dihasilkan dicuci dengan aquades. Kemudian dikeringkan pada suhu 100 °C untuk menghilangkan uap air yang tersisa pada zeolit hasil sintesis tersebut. Setelah itu dilakukan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam untuk menguapkan senyawa-senyawa organik pada hasil sintesis tersebut.

4.4 Karakterisasi

4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD berperan dalam proses analisis padatan kristalin. Analisis kualitatif ini menggunakan sinar X-ray dengan kondisi operasi radiasi $\text{CuK}\alpha$ sebesar 1,540 Å dengan sudut 2θ sebesar 5 – 50°. Analisis menggunakan instrumen XRD ini bertujuan untuk mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral penyusun sampel dengan dibandingkan difraktogram hasil uji XRD dengan standar. Difraktogram hasil XRD sintesis nanozeolit Y variasi waktu pemeraman dapat diamati pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram Nanozeolit Y waktu pemeraman a) 24 jam; b) 48 jam; c) 72 jam

Berdasarkan Gambar 4.2 nanozeolit Y hasil sintesis dengan variasi waktu pemeraman, kristalinitas semakin tinggi dengan semakin lamanya waktu pemeraman. Pada pemeraman 24 jam belum muncul puncak, masih bersifat amorf. Pada waktu pemeraman 48 jam dihasilkan nanozeolit Y hasil sintesis mempunyai kemurnian yang tinggi yaitu 100%, tetapi pada nanozeolit Y murni memiliki kristalinitas yang lebih rendah dari pada pemeraman 72 jam. Pemeraman 72 jam dihasilkan nanozeolit campuran yaitu, nanozeolit A dan Y.

Kemurnian tertinggi dihasilkan pada nanozeolit Y 48 jam dengan kemurnian 100 %, akan tetapi intensitas puncak yang dihasilkan rendah.

Kemudian, pada nanozeolit Y 72 jam memiliki intensitas puncak yang tinggi dan terdapat beberapa campuran nanozeolit A. Adanya pengotor berupa nanozeolit A dalam sintesis ini dikarenakan unit pembangun sekunder (SBU) penyusun nanozeolit A dan Y sama. Nanozeolit Y dapat disusun dari unit pembangun sekunder 6,6 dan 4,6. Sedangkan nanozeolit A dapat disusun dari unit sekunder 4,4 dan 4,6. Setiap unit pembangun primer (PBU) dari zeolit dapat tersusun menjadi SBU 4,6. Oleh karena itu, terdapat kemungkinan terbentuknya zeolit A maupun zeolit Y dari SBU tersebut. Terbentuknya nanozeolit A dikarenakan sintesis zeolit Y sangat sensitif terhadap pH, adanya peningkatan pH yang agak tinggi dapat menyebabkan terbentuknya zeolit A (Sharma, dkk., 2014).

Sebagai analisis lanjut, dilakukan *refinement* (penghalusan struktur) menggunakan aplikasi *Rietica*. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui derajat kesesuaian antara data eksperimen dan data standar dengan hasil *refinement* yang tinggi. Model awal atau *input* yang digunakan adalah nanozeolit Y standar mempunyai grup ruang (*space group*) *Fd3m* dan kisi kristal dengan parameter sel $a=b=c$ 24,2576 (Treacy dan Higgins, 2011). Data parameter struktur material nanozeolit sintetik yang berupa hasil *refinement* akhir menggunakan *Rietica* disajikan pada Tabel 4.3.

Tabel. 4.3 Parameter sel satuan nanozeolit Y menggunakan program *Rietica*

Sampel	Space Group	Kisi Kristal	$a=b=c$ (Å)	$\alpha=\beta=\gamma$	Rp (%)	Rwp (%)	GoF (χ^2)
Pemeraman 24 jam	<i>Fd3m</i>	Kubik	24,0706	90°	14,52	14,52	0,157
Pemeraman 48 jam	<i>Fd3m</i>	Kubik	24,2652	90°	14,69	15,75	0,140
Pemeraman 72 jam	<i>Fd3m</i>	Kubik	24,2559	90°	20,78	19,31	1,656

Berdasarkan Tabel 4.3 nilai parameter kisi antara data standar dengan data olahan program mengalami sedikit perubahan, hal ini disebabkan adanya pergeseran atau perbedaan sudut difraksi (Istiqomah, dkk., 2014). Hasil penghalusan struktur menghasilkan derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen. Hal ini ditunjukkan nilai kesesuaian *goodness-of-fit* (GoF) berkisar antara 0 – 1 %. Widodo dan Darminto (2010) menyatakan bahwa secara umum pencocokan (*fitting*) dapat dinyatakan *acceptable* (bias diterima) apabila nilai GoF (χ^2) kurang dari 4%. Selain itu, keberhasilan penghalusan juga ditunjukkan dengan parameter nilai Rp (faktor profil) dan Rwp (faktor profil terbobot) yang merupakan residu kesalahan (Yashinta, 2011). Jika nilai mendekati 0 menunjukkan semakin miripnya kurva intensitas hasil penelitian dengan kurva intensitas teoritis, nilai ini bias diterima jika ≤ 20 %.

Data hasil analisis XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal. Ukuran kristal dari nanozeolit Y berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan *Debye Schererr* disajikan dalam Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Ukuran kristal nanozeolit Y sintesis

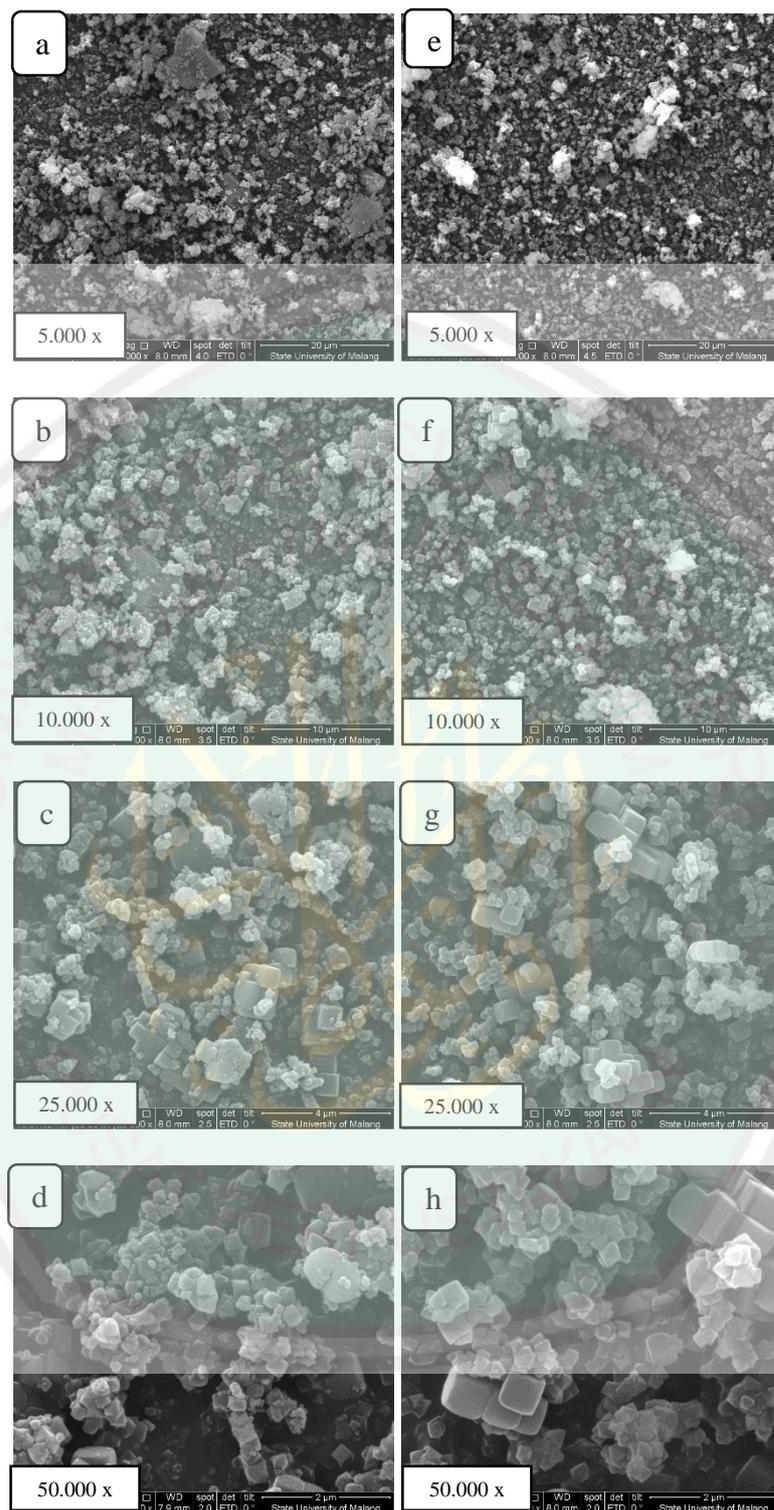
Sampel	2 theta(°)	Ukuran Kristal (nm)
Nanozeolit Y 24 jam	-	-
Nanozeolit Y 48 jam	6,0471	26,15
	21,8697	34,65
	23,4027	34,65
	24,2236	34,65
	27,4042	26,65
	30,2871	42
Nanozeolit Y 72 jam	6,2911	95,26
	22,0980	40,76
	23,6839	86,625
	24,4311	40,76
	27,5869	63
	30,4683	20,38

Pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa hasil sintesis zeolit Y berupa nanozeolit. Nanozeolit Y pemeraman 24 jam tidak dapat dihitung ukuran kristalnya karena hasil difraktogram XRD Gambar 4.2 tidak terdapat puncak zeolit yang terbentuk. Pada nanozeolit Y pemeraman 48 jam menghasilkan ukuran kristal berkisar antara 25 – 45 nm. Ukuran kristal nanozeolit Y pemeraman 72 jam menghasilkan ukuran berkisar antara 20 – 100 nm. Ukuran kristal pada pemeraman 48 jam lebih homogen dari pada 72 jam.

Menurut Monshi, dkk (2012) nilai ukuran kristal yang dihasilkan akan berbanding terbalik dengan nilai FWHM, sedangkan nilai FWHM dipengaruhi oleh intensitas masing-masing bidang kristal, dimana semakin tinggi intensitas maka nilai FWHM semakin kecil. Struktur kristal yang teratur menyebabkan derajat kristalinitasnya tinggi, oleh karena itu sesuai dengan hasil XRD kristalinitas nanozeolit Y tertinggi terdapat pada nanozeolit Y 72 jam. Sintesis zeolite Y juga pernah dilakukan menggunakan sumber silika dari lumpur lapindo tanpa menggunakan templat organik yang menghasilkan ukuran nano sekitar 40 – 90 nm (Toto, 2016). Hal ini dapat menunjukkan bahwa sintesis tanpa menggunakan templat organik juga dapat menghasilkan nanozeolit.

4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Karakterisasi dengan SEM dilakukan untuk mengidentifikasi morfologi dari permukaan kristal nanozeolit Y yang terbentuk. Hasil karakterisasi SEM nanozeolit Y pada waktu pemeraman 48 dan 72 jam disajikan pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil karakterisasi SEM nanozeolit Y waktu pemeraman a-d). 48 Jam e-h). 72 Jam

Karakterisasi SEM pada Gambar 4.3 (a – d) waktu pemeraman 48 jam dan Gambar 4.3 (d - h) waktu pemeraman 72 jam terlihat adanya kristal kubus. Pada pemeraman 48 jam ukuran kristal kubus lebih kecil dan terlihat lebih homogen, sedangkan pada pemeraman 72 jam ukuran kristal kubus lebih besar dan terlihat sedikit homogen. Hal ini sesuai dengan hasil XRD, dimana pada waktu pemeraman 48 jam puncak kristalinitas lebih rendah dan ukuran partikel lebih kecil dari pada waktu pemeraman 72 jam. Ukuran kristal kubus pada pemeraman 48 jam yang dihasilkan melalui perhitungan menggunakan persamaan *Debye Schererr* yaitu berkisar 26 – 42 nm, sedangkan pada pemeraman 72 jam berkisar 20-95 nm.

Selain itu, berdasarkan analisis *refinement* menggunakan program *Rietica*, pemeraman 48 jam memiliki parameter sel yang dihasilkan hampir sama dengan standar yaitu $a=b=c$ 24,2652 yang merupakan kisi kristal kubus dengan bentuk simetri *Fd3m*, memiliki nilai R_p dan R_{wp} dibawah 20 % dan nilai GoF dibawah 4 %.

4.5 Kajian Prespektif Islam terhadap Sintesis Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi

Islam merupakan agama yang mengajarkan pentingnya belajar. Belajar dalam Islam bukan hanya belajar ilmu keislaman seperti tauhid, fikih dan seterusnya, melainkan belajar ilmu-ilmu yang lain seperti kehidupan, sains, kedokteran dan ilmu-ilmu yang lain. Islam tidak mengkerdikan suatu ilmu, yang terpenting hal itu demi kemaslahatan umat manusia. Karena manusia dijadikan *khalifah* yang menentukan baik tidaknya kehidupan di muka bumi sebagaimana firman Allah SWT. Dalam surat al Baqarah ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ
الْدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ ﴿٣٠﴾

“Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi". Mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui". (QS. Al Baqarah: 30)

Ayat 30 surat al Baqarah menunjukkan malaikat meragukan kinerja manusia yang hanya dilandaskan pada aspek yang selalu menyebarkan kerusakan di muka bumi. Akan tetapi Allah SWT. memiliki rencana lain, karena manusia merupakan makhluk sosial yang bisa melakukan adaptasi dalam mengerjakan sesuatu. Oleh sebab itu manusia diberi kepercayaan penuh dalam mengelola bumi. Firman Allah SWT. yang lain dalam surat al Baqarah ayat 164:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ وَالْفُلْكِ الَّتِي تَجْرِي فِي الْبَحْرِ بِمَا يَنْفَع النَّاسَ
وَمَا أَنْزَلَ اللَّهُ مِنَ السَّمَاءِ مِنْ مَّاءٍ فَأَحْيَا بِهِ الْأَرْضَ بَعْدَ مَوْتِهَا وَبَثَّ فِيهَا مِنْ كُلِّ دَابَّةٍ وَتَصْرِيفِ
الرِّيْحِ وَالسَّحَابِ الْمُسَخَّرِ بَيْنَ السَّمَاءِ وَالْأَرْضِ لَآيَاتٍ لِقَوْمٍ يَعْقِلُونَ ﴿١٦٤﴾

“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, silih bergantinya malam dan siang, bahtera yang berlayar di laut membawa apa yang berguna bagi manusia, dan apa yang Allah turunkan dari langit berupa air, lalu dengan air itu Dia hidupakan bumi sesudah mati (kering)-nya dan Dia sebarkan di bumi itu segala jenis hewan, dan pengisaran angin dan awan yang dikendalikan antara langit dan bumi; sungguh (terdapat) tanda-tanda (keesaan dan kebesaran Allah) bagi kaum yang memikirkan.” (QS. Al Baqarah: 164)

Ayat 164 surat al Baqarah menyebutkan bahwasanya Allah SWT. menciptakan langit dan bumi memiliki saling ketergantungan satu sama lain baik berupa unsur mati maupun hidup. Tidak ada yang akan tersia-siakan selama tangan jahil manusia tidak melakukan hal-hal dengan kehendak mereka sendiri tanpa

melakukan pembenahan yang berarti. Alam kaya akan banyak manfaat terutama dibidang tumbuhan, salah satunya padi yang memiliki banyak manfaat disamping untuk disajikan nasi, sekam sisa penggilingannya bisa digunakan sebagai sumber silika dalam proses sintesis nanozeolit Y.

Urgensi ilmu pengetahuan dalam kemajuan kehidupan manusia bisa diaplikasikan pada proses sintesis nanozeolit Y dengan sumber silika dari abu sekam padi. Penggunaan sumber daya alam yang berupa zat sisa dengan pemanfaatannya yang masih kurang (khususnya di Indonesia) sangat dianjurkan dalam Islam, karena semua yang diciptakan Allah SWT. tidak akan terbuang secara percuma. Sebagaimana firmanNya dalam surat al Jaatsiyah ayat 13:

وَسَخَّرَ لَكُمْ مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿١٣﴾

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

Tafsir al Maraghi memberikan penjelasan pada ayat tersebut, bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah SWT. ciptakan yang tidak berarti dan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah-hikmah yang agung untuk memberikan yang terbaik bagi kelangsungan hidup di muka Bumi. Manusia sebagai *khilafah* di Bumi diberikan kekuasaan untuk mengelolanya (Sitanggal, 1993).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil pengamatan menggunakan instrumen XRD maka dapat disimpulkan bahwa Semakin lama waktu pemeraman, intensitas yang dihasilkan semakin tinggi. Pada variasi waktu pemeraman 24 jam nanozeolit Y masih amorf. Pada pemeraman 48 jam merupakan pemeraman yang optimum, dimana kemurnian nanozeolit Y berdasarkan difraktogram XRD yang dihasilkan yaitu 100 % dan analisis ukuran kristal yang lebih homogen yaitu berkisar 25 – 45 nm. Pada variasi waktu pemeraman 72 jam terbentuk nanozeolit Y yang bercampur dengan nanozeolit A, memiliki kristalinitas tertinggi dan memiliki ukuran kristal berkisar 20 – 100 nm. Hasil analisis SEM menunjukkan bahwa variasi waktu pemeraman 48 jam memiliki ukuran kristal kubus yang lebih homogen, sedangkan variasi pemeraman 72 jam memiliki ukuran kristal kubus yang sedikit homogen.

5.2 Saran

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut tentang aplikasi dari nanozeolit Y hasil sintesis ekstrak silika dari abu sekam padi yang menggunakan metode sol-gel.
2. Diperlukan penelitian lebih lanjut tentang sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan metode hidrothermal menggunakan reaktor hidrothermal yang berbahan stainless, untuk menghasilkan nanozeolit Y yang memiliki intensitas lebih tinggi.

DAFTAR PUSTAKA

- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., dan Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*, 1, (1): 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*. Geoteknologi Komplek LIPI : Bandung.
- Ahkam, M. 2011. Sintesis dan Karakterisasi Membran Nanozeolit Y Untuk Aplikasi Pemisahan Gas Metanol-Etanol. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- 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*, 26 : 3783-3787.
- Ali, S. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Anggoro, D., dan Purbasari, A. 2009. The optimization Of Production Zeolite Y Catalyst From RHA by Response Surface Methodology. *Reaktor*, 12 (3): 189-194.
- Anggoro, D., Fauzan, A.M., dan Dharmaprayana, N. 2007. Pengaruh Kandungan Silikat Dan Aluminat Dalam Pembuatan Zeolit Sintesis Y Dari Abu Sekam Padi. ISSN 1979-0880 Vol. 2 No. 1 Februari 2007.
- Anggoro, D.D. 2005. Aktivitas dan Pemodelan Katalis Silikat Dari Abu Sekam Padi Untuk Konversi Hexana. *Reaktor*, 9 (1): 1-7.
- Aplesiasfika, H. 2007. Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi $TiO_2/\alpha Au$ Nanopartikel Dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Assolah, A. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Rasio Molar SiO_2/Al_2O_3 menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Astini, V. 2008. Efektivitas Penambahan Karbon Terhadap Proses Reduksi Langsung Besi Oksida. *Skripsi*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ayoup, M., Ghair, J.I., dan Thilo, S. 2009. Zeolitic Tuff for Immobilizing Heavy Metals in Soil: Preparation and Characterization, Water Air Soil Pollut. *Journal of Nanoparticulate*. 2(3): 155- 168.
- Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. 2009. *Sekam Padi Sebagai Sumber Energi Alternatif dalam Rumah Tangga Petani*. Departemen Pertanian.
- Bahresy, S.H. 1988. *Terjemah Singkat Tafsir Ibnu Katsir*. Surabaya: PT Bina Ilmu.
- Barrer, R.M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. Academic Press.

- Bhatia, S. 1990. *Zeolite catalysis: principles and applications*. FL (USA): CRC Press.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*. New York: Jhon Wiley.
- Buzea, C., Blandino, I.I.P., dan Robbie, K. 2007. Nanomaterial and Nanoparticles: sources and toxicity. *Biointerphases*, 2:170–172.
- Chakraverty, A., Mishra, P., dan Banerjee, D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid-Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Materials Science*. Vol 23. 21-24.
- Chang, R. 1998. *Chemistry sixth edition*. Boston: McGraw-Hill.
- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press.
- Eng-Poh, Ng, dkk. 2015. EMT-type Zeolite Nanocrystal Synthesized from Roce Husk. *Microporous and Mesoporous Materials*, 204: 204–209.
- Fernandez, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Folletto, E.L., Ederson, G., Leonardo, H.O., dan Sergio, J. 2006. Conversion of Rice Husk Ash Into Sodium Silicate. *Material Research*, 9(3): 335-338.
- Gates, B.C. 1991. *Catalytic Chemistry*. Singapore: John Wiley and Sons Inc.
- 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*. 2(3): 267-279.
- Goldberg, A.B., Deitel, H.M., dan Deitel, P.J. 2004. *Internet & World Wide Web How to Program Third Edition*. New Jersey: Prentice Hall.
- Hamdan, H. 1992. *Introsuction to Zeolites: Synthesis, Characterization and Modification*. Malaysia: Universitas Teknologi Malaysia.
- Handoyo, K. 1996. *Kimia Anorganik*. Gajah Mada press, Yogyakarta
- Hara, I.K., dan Nanko, M. 1986. Utilization of Agrowastes for Building Materials. *International Research and Development Cooperation Division. Japan : AIST, MITI*.
- Harsono, H. 2002. Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi (*Syntesis of Amorphous Silicon from Outer Shell of Rice Seeds*). Surabaya : Staf Pengajar Jurusan Fisika FMIPA Universitas Brawijaya.
- Hay, R.L. 1966. *Zeolites and Zeolitic Reactions in Sedimentary Rocks*. Dept. Geology and Geophysics. California : University of California, Berkeley.
- Hayati, E.K. 2007. *Buku Ajar Dasar-dasar Analisa Spektroskopi*. Malang: UIN-Press.
- Houston, D. F. 1972. Rice Chemistry and Technology. *American Association on of Cereal Chemist Inc*, 4: 240-245.
- Hwang, Y.J., dkk. 2000. Photoactivity of CdSParticles Grown in Pt loaded Zeolite Y. *Bull. Korean Chem. Soc*, 21(2): 290-298.

- Ismagilov, Z.R., dkk. 2012. Synthesis of Nanoscale TiO₂ and Study of the Effect of Their Crystal Structure on Single Cell Response. *The ScientificWorld Journal*. 498345-498359.
- Istiqomah, M., Anif, J., dan Yofentina, I. 2014. Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat (BaTiO₃) Menggunakan Metode Solid State Reaction. *Jurnal Fisika Indonesia*, 53, (XVIII). ISSN: 1410-2994.
- 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.
- Kasmui., Kurdi, O., dan Anggoro, D.D. 2007. The Optimation Of Production Zeolite Synthesis Y From Rice Husk Ash. *Chemical Engineers*, 2 (1): 4-5.
- Kasmui., Muhlisin, M.Z., dan Sumarni, W. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Jurnal Kimia: Universitas Negeri Semarang*.
- Kawashima, Y., Yamamoto, H., Takeuchi, H., dan Kuno, Y. 2000. Mucoadhesive dl-lactide/glycolide Copolymer Nanospheres Coated With Chitosan to Improve Oral Delivery Of Elcatonin. *Pharmaceutical Development and Technology*, 5(1): 77-85.
- Khairinal, T.W. 2000. Dealuminasi Zeolit Alam Wonosari dengan Perlakuan Asam dan Proses Hidrotermal. Prosiding. *Seminar Nasional Kimia VIII*. Yogyakarta: 4 Januari
- Kirk dan Othmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology*. USA: John Wiley and Son Inc.
- Kismojohadi, E.L. 1995. Zeolite ZSM-5 And Aluminophosphate Molecular Sieves As Catalysts In The Fischer-Tropsch Reaction: synthesis, characterization and modification. *Tesis*. Malaysia: Universiti Teknologi Malaysia.
- Komulski, M. 2001. *Chemical Properties Of Material Surface, Surfactan Science Series*. Marcel Dekker New York.
- Krishnarao, R. V., Subrahmanyam J., Kumar, T. J., (2001), Studies on the formation of black in rice husk silica ash. *Journal of the European Ceramic Society*, 21(3): 99-104
- Kundari, A.N. 2008. Tinjauan Kesetimbangan Adsorpsi Tembaga dalam Limbah Pencuci PCB dengan Zeolit. *Reaktor*, 2(1) : 320-328.
- Lee, J. D. 2000. *Concise inorganic chemistry*. chapman and hall : London.
- Lesley, S., dan Moore, E. 2001. *Solid State Chemistry*. Cheltenham : Nelson Thornes Ltd.
- Mastropietro, T.F., Drioli, E., dan Poerio, T. 2014. Low Temperature Synthesis of Nanosized NaY Zeolite Crystal from Organic-free gel by Using Supported Seeds. *Royal Society of Chemistry*, 4: 21951-21957.
- Mazak, M.A., 2006. Modified Zeolite Beta As Catalyst in Friedel-Crafts Alkylation of Resorcinol. *Thesis Chemistry*. Malaysia: UTM.

- Mintova, S., dan Ng, E-P. 2013. *Zeolite Nanoparticles*. Elsevier. France.
- Moamen, O.A.A., Ismail I.M, Abdelmonem, N., dan Rahman, A.O.R. 2015. Factorial design analysis for optimizing the removal of cesium and strontium ions on synthetic nano-sized zeolite. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 000: 1-12.
- Monshi, A., Foroughi, R.M., dan Monshi R.M. 2012. Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 2: 154-160.
- Nelson, S.A. 2003. *Clays Mineral*. Tulane University. <http://www.tulane.edu/salnelson/eens211/mineralchemistry.htm>. Diakses tanggal 10 Januari 2016.
- Nugandini, S. 2007. Sintesis Material Mesopori dari Abu Sekam Padi dengan Penambahan Sumber Silika. *Skripsi*. Semarang : MIPA UNDIP.
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar, N. T. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, Vol. 27 (6): 555–564.
- Poerwadi, B.D., dan Meng, X.O. 1998. Pemanfaatan Zeolit Alam Indonesia Sebagai Adsorben Limbah Cair dan Media Fluiditas dalam Kolom Fluidisasi. *Jurnal MIPA*. Malang : Universitas Brawijaya.
- Prasad C.S., Maiti K.N., dan Venugopal, R. 2000. Effect of rice husk ash in whiteware compositions. *Ceramic International*, 27 (1): 629-635.
- Prasetyoko, D., dan Laksono, A. 2007. Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika Pada Sintesis Zeolit ZSM-5 Tanpa Menggunakan Templat Organik. *Akta Kimindo*, 3(1): 33-36
- Pratomo, I., Sri, W., dan Danar, P. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*, 2 (1) : 358-364.
- Rahman, M.M.N., Hasnida dan Wan, N.W.B. 2009. Preparation of Zeolite Y Using Local Raw Material Rice Husk as a Silica Source. *Journal of Scientific Research*, 1 (2): 285-291.
- Ramli, Z. 1995. Optimazation and Reactivity Study of Silica in The Synthesis of Zeolites from Rice Husk. *Jurnal Teknologi*, 25 (30): 27-35
- Rasouli, M., Yaghobi, N., Chitasazan, S., dan Sayyar, M.H. 2012. Effect of Nanocrystalline Zeolite Na-Y on Meta-Xylene Separation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 152: 141-147.
- Rawtani, A.V., Rao, M.S., and Gokhale, K.V.G.K. 1989. Synthesis Of ZSM-5 Zeolite Using Silica From Rice Husk Ash. *Ind. Eng. Res*, 28: 1411-1414.
- Roland, E. 1989. Industrial Production Of Zeolites, In *Zeolites as Catalysts, Sorbents And Detergent Builders*, 9(3): 464-470.
- Salaman, S. 2004. Persepsi Karakterisasi dan Modifikasi Katalis Ni₃-Pd₁/Zeolit-Y untuk Hidrorengkah Fraksi Aspaten dari Aspal Buton dengan Sistem Reaktor Semi Batch. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Schubert, U., dan Husing, N. 2000. *Synthesis of Inorganic Materials*. Federal Republik of Germany. Willey-VCH.

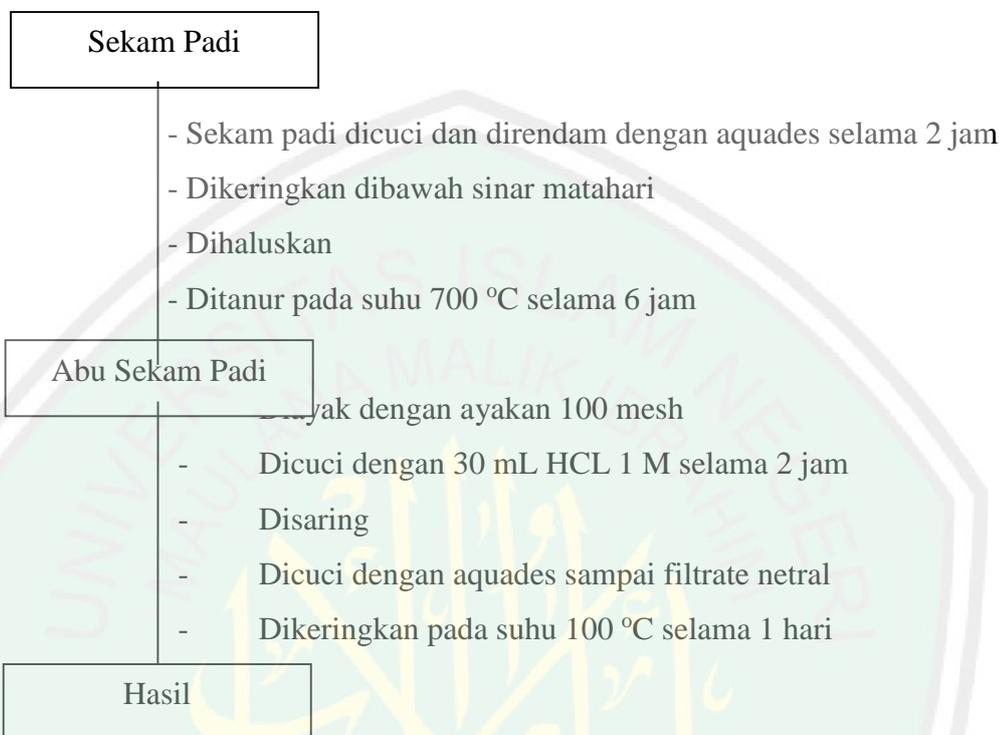
- Sharma, P., dkk. 2014. Influence of Silica Precursors on Octahedron Shaped Nano NaY Zeolite Crystal Synthesis. *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*. 000 (2015) 1-7.
- Sitanggal, A.U. 1993. *Tafsir Al-maraghi*. Semarang: Toha Putra
- Smitha, S., Shajesh, P., Aravind, P., Rajesh K., Pillai, P., dan Warriar, K. 2006. Effect of Aging Time and Concentration of Aging Solution on The Porosity Characteristics of Subcritically Dried Silica Aerogel. *Microporous And Mesoporous Materials*, 91: 286-292
- Soenardjo, E. 1991. *Padi Buku 3*. Bogor: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Suka, G.I., Simanjuntak, W., Sembiring, W., dan Trisnawati, E. 2008. Karakterisasi Silika Sekam Padi dari Provinsi Lampung yang Diperoleh dengan Metode Ekstraksi. *FMIPA Universitas Lampung*, 1(1): 47-52
- Sumaatmadja, D. 1985. *Sekam Gabah Sebagai Bahan Industri*. Makasar : Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Banjar Baru.
- Sutarti, M. 1994. *Zeolit : Tinjauan Literatur*. Jakarta : Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah.
- Taqiyah, R. 2012. Perbandingan Struktur Kristal dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) dan Barium Zirkonium Titanat (BZT) yang ditumbuhkan dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Surakarta: Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Taufiqurrahmi, N., Mohammed, A., dan Bhatia, S. 2011. Nanocrystalline Zeolite Beta and Zeolite Y as Catalysts in Used Palm Oil Cracking for The Production of Biofuel. *Journal Nanoparticles Res*, 13: 3177-3189.
- Toto, U.T. 2016. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Lumpur Lapindo dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- Tovina, H. 2009. Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang ditumbuhkan pada Permukaan Glassy Carbon. *Skripsi*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Treacy, M.M.J., dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. Amsterdam: Elsevier.
- Utomo, P.M., dan Yunita, I. 2012. Sintesis Zeolit Dari Abu Sekam Padi Pada Temperatur Kamar. *Kimia Student Journal*, 1, (2): 161-167.
- Wahyuni, E.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. 2013. Synthesis of Zeolite X From Low-Grade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 88: 1350–1357
- Warsito, S., Sriatun., dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) Pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir SI*. Semarang: Jurusan Kimia Fakultas Mipa, Universitas Diponegoro.
- Weitkamp, J., and Puppe, L., 1999. *Catalysis and Zeolites*. Berlin: Springer-Verlag.

- Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis Of Zeolite A From Baggase And Its Antimicrobial Activity On *Candida albicans*. *Jurnal Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*, 15(2):36-48
- 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*, 28: 6-19.
- Wittayakun, J., Pongtanawat, K., dan Sanchai, P. 2008. Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. *Korean J. Chem. Eng*, 25(4): 861-864.
- Yahya, H. 2008. *Keajaiban Al-Quran*. Jakarta : Sygma Publishing.
- Yashinta, M. 2011. Analisis Struktur Kristalin Hematite yang Disubstitusi Ion Manganes dan Ion Titanium. *Skripsi*. Semarang: Jurusan Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Diponegoro.
- Yulizar, Y. 2004. *Hand Out Kuliah Kimia Nanopartikel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- 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.

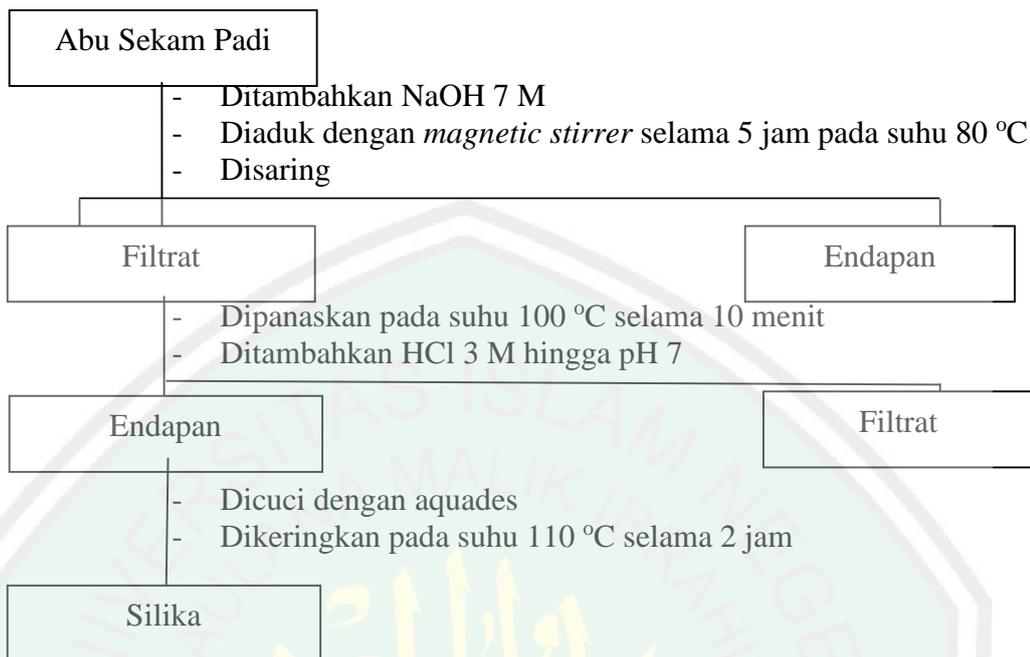
Lampiran 1

DIAGRAM ALIR

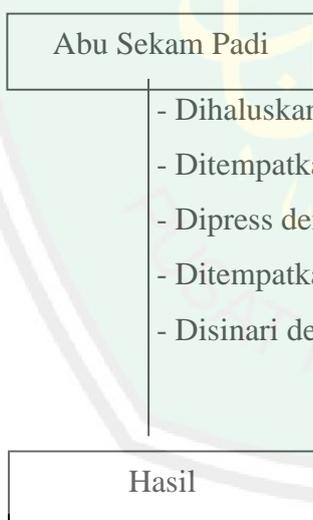
1. Preparasi Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika (Pratomo, dkk., 2013)



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



3. Karakterisasi Abu Sekam Padi menggunakan XRF



3. Sintesis Nanozeolit Y (Rasouli, dkk., 201)

NaOH, H₂O, Al₂O₃, TMAOH, dan SiO₂

- Dicampurkan semua bahan tersebut sesuai dengan rasio molar pada perhitungan
- Dicampur dan diaduk dengan stirrer
- Dieramkan pada suhu ruang dengan variasi *ageing* 24 ; 48 ; 72 jam
- Dipindahkan dalam botol hidrotermal
- Dikristalisasi pada suhu 100°C selama 48 jam
- Disaring dengan kertas saring
- Dicuci dengan aquades hingga mendekati pH 9

Endapan

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

Nanozeolit Y

1. Karakterisasi Nanozeolit Y

A. Analisis Kristalinitas dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Nanozeolit Y

- Dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus
- Ditempatkan pada preparat
- Dipress dengan alat pengepress
- Ditempatkan pada sampel holder
- Disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α pada λ sebesar 1.54060 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2 θ sebesar 2°-60° dan kecepatan scan 4° per menit.

Difraktogram

B. Analisis Morfologi Menggunakan SEM

Nanozeolit Y

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

Foto Permukaan



Lampiran 2

Perhitungan Komposisi Bahan

Rasio Molar :

0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : x Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O

1. Menghitung Massa TMAOH



$$\begin{aligned} \text{Mol TMAOH} &= 2 \times \text{mol } (\text{TMA})_2\text{O} \\ &= 2 \times 0,72 \text{ mol} \\ &= 1,44 \text{ mol} \end{aligned}$$

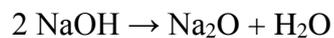
$$\begin{aligned} \text{Gram TMAOH} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 1,44 \text{ mol} \times 91,15 \text{ gram/mol} \\ &= 131,25 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{➤ Konsentrasi TMAOH} &= 25 \% \\ \text{Gram TMAOH} &= \frac{100}{25} \times 131,25 \text{ gram} \\ &= 525 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume TMAOH} &= \text{gram} / \text{densitas} \\ &= 525 \text{ gram} / 1,015 \text{ gr/cm}^3 \\ &= 517,24 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume TMAOH} &= 1/20 \text{ resep} \times 517,24 \text{ mL} \\ &= 25,86 \text{ mL} \end{aligned}$$

2. Menghitung Massa NaOH



$$\begin{aligned} \text{Mol NaOH} &= 2 \times \text{mol Na}_2\text{O} \\ &= 2 \times 0,0094 \text{ mol} \\ &= 0,018 \text{ mol} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{➤ Konsentrasi NaOH} &= 98 \% \\ \text{Gram NaOH} &= \frac{100}{98} \times 0,72 \text{ gram} \\ &= 0,734 \text{ gram} \\ \text{Gram NaOH} &= 1/20 \text{ resep} \times 0,734 \text{ gram} \\ &= 0,0367 \text{ gram} \end{aligned}$$

3. Menghitung Massa SiO₂

$$\begin{aligned} \text{Konsentrasi SiO}_2 &= 94,7 \% \\ \text{Mol SiO}_2 &= \text{gram} \times \text{Mr} \\ \text{Gram SiO}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 1 \text{ mol} \times 60,084 \text{ gram/mol} \\ &= 60,084 \text{ gram} \\ \text{Gram SiO}_2 &= \frac{100}{94,7} \times 60,084 \text{ gram} \\ &= 63,38 \text{ gram} \\ \text{Gram SiO}_2 &= 1/20 \text{ resep} \times 63,38 \text{ gram} \\ &= 3,169 \text{ gram} \end{aligned}$$

4. Menghitung Massa H₂O

$$\begin{aligned} \text{Mol H}_2\text{O} &= \text{gram} \times \text{Mr} \\ \text{Gram H}_2\text{O} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 108,82 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol} \\ &= 1958,76 \text{ gram} \\ \bullet \text{ H}_2\text{O dalam NaOH} &= 2/100 \times 0,72 \text{ gram} &= 0,0144 \text{ gram} \\ \bullet \text{ H}_2\text{O dalam TMAOH} &= 75/100 \times 525 \text{ gram} &= 393,75 \text{ gram} \end{aligned}$$

Jumlah = 393,76 gram

$$\begin{aligned} \text{Gram H}_2\text{O} &= 1958,76 \text{ gram} - 393,76 \text{ gram} \\ &= 1565 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume H}_2\text{O} &= \text{gram} / \text{densitas} \\ &= 1565 \text{ gram} / 1 \text{ gr/cm}^3 \\ &= 1565 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Volume H}_2\text{O} &= 1/20 \text{ resep} \times 1565 \text{ mL} \\ &= 78,25 \text{ mL} \end{aligned}$$

5. Menghitung Massa Al₂O₃

Rasio SiO₂/Al₂O₃ ialah 2,5

$$\text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{1}{2,5} \times 1$$

$$\begin{aligned} \text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= \frac{1}{2,5} \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\ &= 40,8 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= \frac{98}{100} \times 40,8 \text{ gram} \\ &= 41,63 \text{ gram} \end{aligned}$$

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

Lampiran 3

Perhitungan Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

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

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

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

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

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

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

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

2. Pembuatan Larutan HCl 3 M

Larutan HCl 3 M (BM = 36,5 g/mol) dibuat dengan cara pengenceran larutan HCl 37 % dalam labu ukur 100 mL. Perhitungan pengenceran digunakan rumus sebagai berikut:

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

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

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\12,063 \times V_1 &= 3 \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= 24,86 \text{ mL}\end{aligned}$$

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

3. Pembuatan Larutan NaOH 7 M

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

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

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

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

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

Lampiran 4

Hasil Karakterisasi

1. Hasil Karakterisasi XRF



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

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

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

HASIL ANALISIS

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

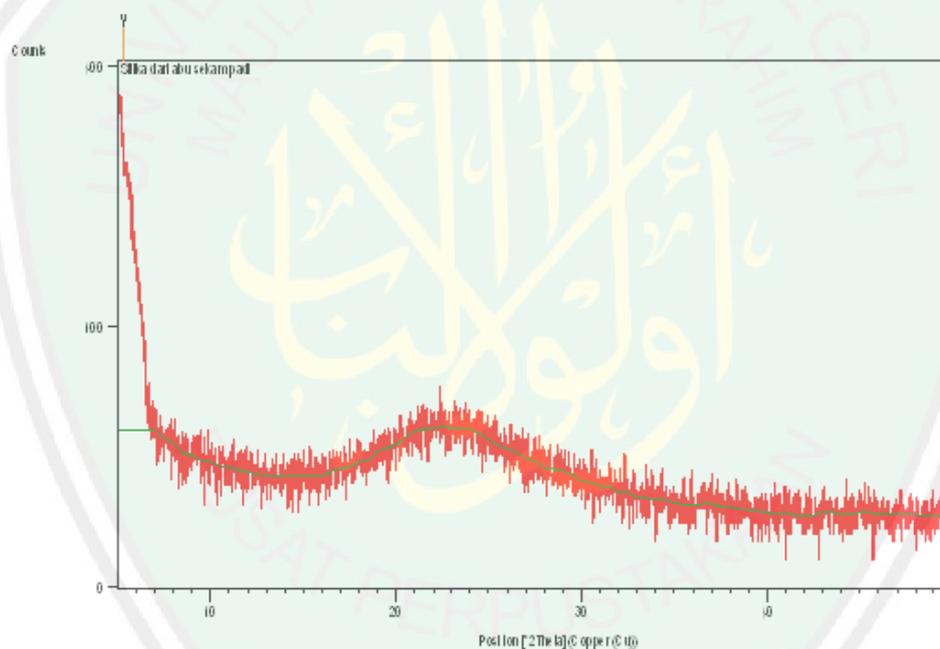
Sampel diterima tanggal : 22 April 2016
Sampel diuji tanggal : 22 April 2016
Nama Sampel : SILIKA SEKAM PADI

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

2. Hasil Karakterisasi XRD Silika dari Abu Sekam Padi

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

Graphics



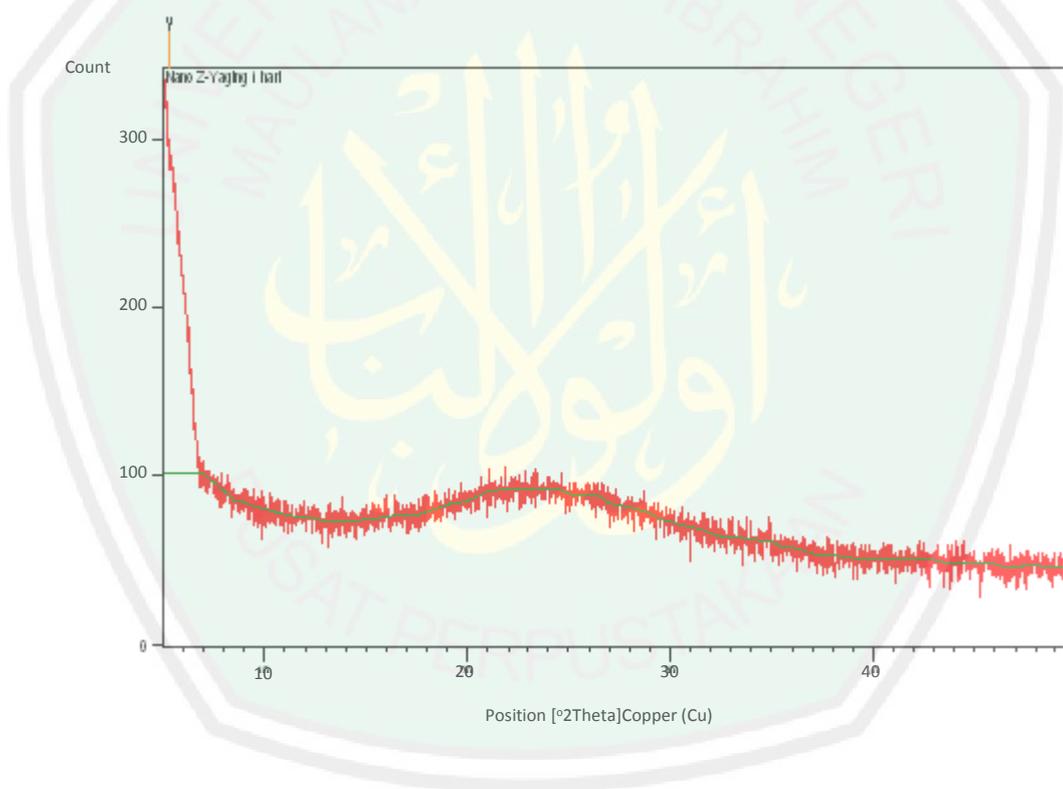
Peak List

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

3. Hasil Karakterisasi XRD Nanozeolit Y pemeraman 24 jam

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

Graphics



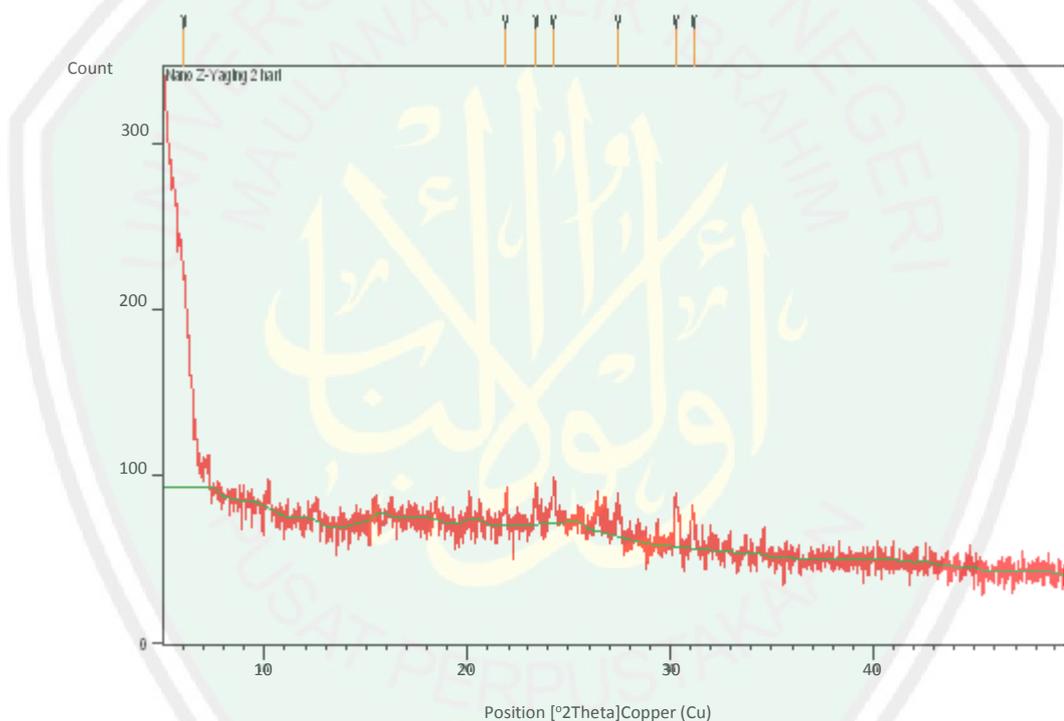
Peak List

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
5.3300	776.49	0.7680	16.56691	100.00

4. Hasil Karakterisasi XRD Nanozeolit Y pemeraman 48 jam

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

Graphics



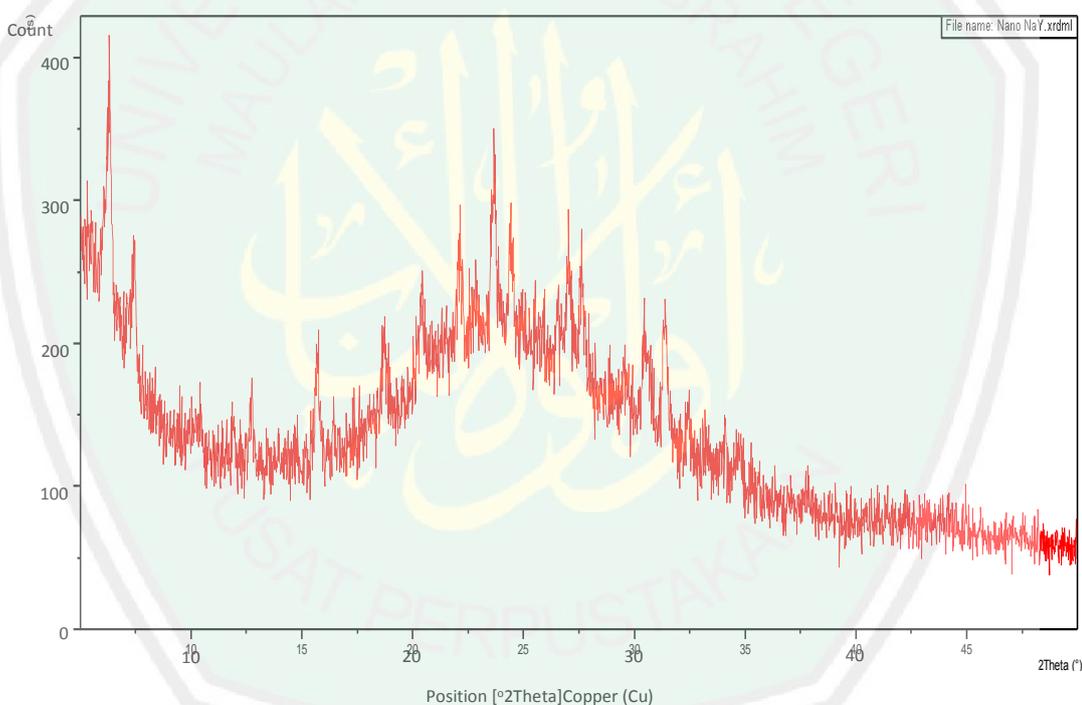
Peak List

Pos.[°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
6.0471	401.40	0.3149	14.61603	100.00
21.8697	24.86	0.2362	4.06413	6.19
23.4027	31.04	0.2362	3.80127	7.73
24.2236	34.49	0.2362	3.67428	8.59
27.4042	25.25	0.3149	3.25463	6.29
30.2871	43.96	0.1968	2.95109	10.95
31.1305	25.21	0.2362	2.87303	6.28

5. Hasil Karakterisasi XRD Nanozeolit Y pemeraman 72 jam

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

Graphics



Peak List:

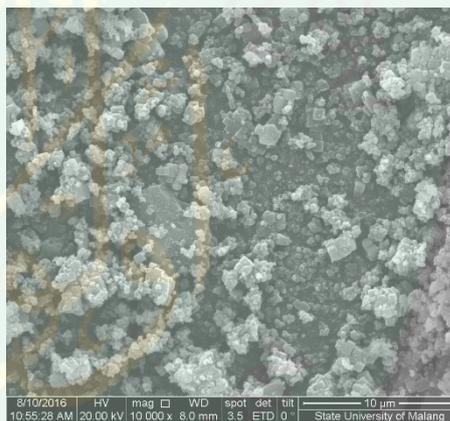
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.2911	158.61	0.0836	14.04954	75.26
7.4374	85.89	0.1338	11.88651	40.76
10.2368	16.84	0.4015	8.64143	7.99
12.7053	33.82	0.2007	6.96747	16.05
15.6701	62.58	0.1338	5.65529	29.69
18.6871	73.54	0.2676	4.74851	34.90
20.3901	111.29	0.2676	4.35557	52.81
22.0980	143.35	0.2007	4.02266	68.02

22.8318	112.42	0.4015	3.89501	53.34
23.6839	210.74	0.1004	3.75678	100.00
24.4311	153.10	0.2007	3.64354	72.65
26.9981	151.02	0.2007	3.30265	71.66
27.5869	142.93	0.1338	3.23349	67.82
29.5885	72.46	0.4015	3.01915	34.39
30.4683	101.19	0.4015	2.93395	48.02
31.3507	118.53	0.2007	2.85335	56.24
32.4329	54.40	0.2007	2.76057	25.82
34.7074	36.50	0.3346	2.58470	17.32

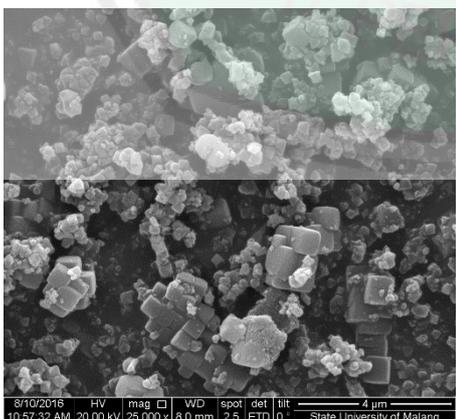
6. Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit Y pemeraman 48 jam



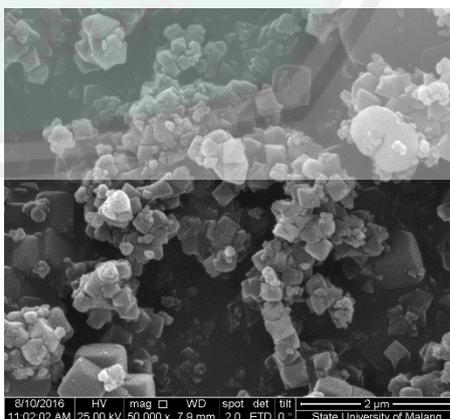
Perbesaran 5000x



Perbesaran 10000x

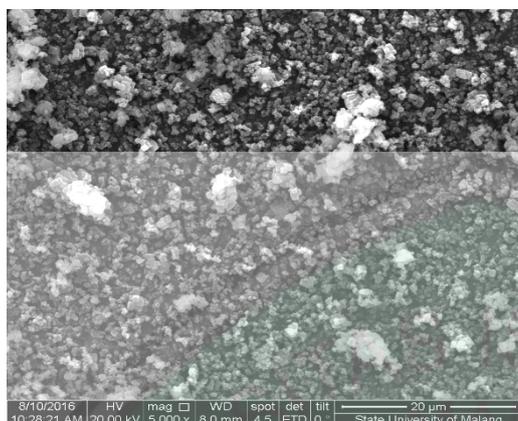


Perbesaran 25000x

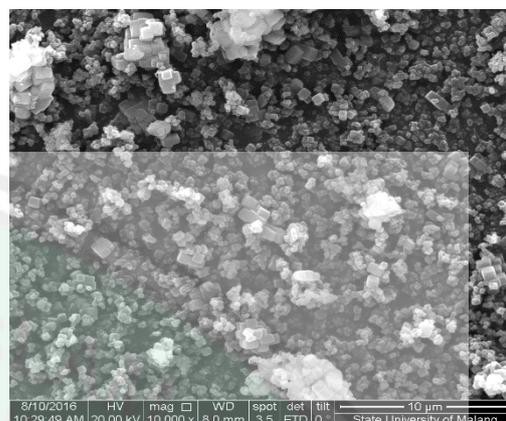


Perbesaran 50000x

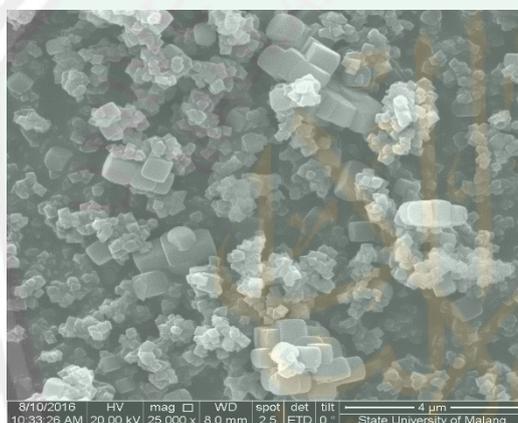
7. Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit Y pemeraman 72 jam



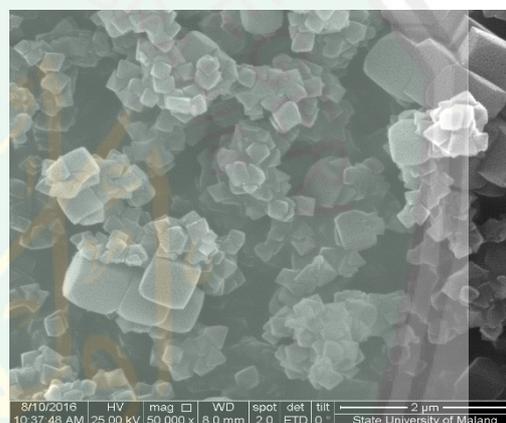
Perbesaran 5000 x



Perbesaran 10000 x



Perbesaran 25000 x



Perbesaran 50000 x

Lampiran 5

Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data

Nama Sampel	Zeolit Y Sampel (°2θ)	Zeolit Y Standar (°2θ)	Zeolit A Sampel (°2θ)	Zeolit A Standar (°2θ)
Zeolit Y 24 jam	5,3300	6,31		
Zeolit Y 48 jam	6,0471 21,8697 23,4027 24,2236 27,4042 30,2871 31,1305	6,31 21,98 23,19 24,06 27,52 30,16 31,29		
Zeolit Y 72 jam	6,2911 10,2368 12,7053 15,6701 18,6871 20,3901 22,0980 23,6839 24,4311 26,9981 27,5869 30,4683 31,3507 32,4329 34,7074	6,31 10,31 12,10 15,92 19,01 20,71 21,98 23,19 24,06 26,24 27,52 30,16 31,29 31,95 34,69	7,4374 22,8318 29,5885	7,18 22,85 29,03

2. Hasil Analisis Menggunakan Program Rietica

1. Nanozeolit Y Pemeraman 24 jam

```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
CELL PARAMETERS          =      24.070686 -0.026840  0.026671
                           24.070686 -0.026840  0.026671
                           24.070686 -0.026840  0.026671
                           90.000008  0.000000  0.000000
                           90.000008  0.000000  0.000000
                           90.000008  0.000000  0.000000
+-----+

```

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	14.30	14.52	36.55	1.298	1.685	988

SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |

0.6998E+04	0.4895E+05	0.4900E+05	0.7396E+04	0.1578E+00	0.2847E+17
------------	------------	------------	------------	------------	------------

2. Nanozeolit Y Pemeraman 48 jam

Phase: 1

CELL PARAMETERS =

24.265259	-0.000444	0.015214
24.265259	-0.000444	0.015214
24.265259	-0.000444	0.015214
90.000008	0.000000	0.000000
90.000008	0.000000	0.000000
90.000008	0.000000	0.000000

Hist	Rp	Rwp	Rexp	Durbin Unwght	Durbin Wght	N-P
1	14.69	15.75	41.95	1.369	1.413	988

SUMYDIF | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ | GOF | CONDITION |

0.5778E+04	0.3932E+05	0.3945E+05	0.5615E+04	0.1409E+00	0.2993E+17
------------	------------	------------	------------	------------	------------

3. Nanozeolit Y Pemeraman 72 jam

Phase: 1

CELL PARAMETERS =

24.255920	0.004915	0.014269
24.255920	0.004915	0.014269
24.255920	0.004915	0.014269
90.000008	0.000000	0.000000
90.000008	0.000000	0.000000
90.000008	0.000000	0.000000

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

3. Anilisis Ukuran Kristal Nanozeolit Y
● Ukuran Kristal Nanozeolit Y Sintesis

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

1. Nanozeolit Y Pemeraman 24 Jam

2. Nanozeolit Y Pemeraman 48 Jam

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

$$2\theta = 6,0471$$

$$\theta = 3,0235$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9988$$

$$B = \frac{0,3149}{180} \times 3,14 = 0,0054$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0054 \times 0,9988} = 26,1509$$

nm

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

$$2\theta = 21,8697$$

$$\theta = 10,9345$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9852$$

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

$$2\theta = 24,2236$$

$$\theta = 12,1118$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9819$$

$$B = \frac{0,2362}{180} \times 3,14 = 0,0041$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0041 \times 0,9819} = 34,65 \text{ nm}$$

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

$$2\theta = 27,4042$$

$$B = \frac{0,2362}{180} \times 3,14 = 0,0041$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0041 \times 0,9852} = 34,65 \text{ nm}$$

$$\theta = 13,7021$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9769$$

$$B = \frac{0,3149}{180} \times 3,14 = 0,0054$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0054 \times 0,9769} = 26,65 \text{ nm}$$

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

$$^{\circ}2\theta = 23,4027$$

$$\theta = 11,7013$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9831$$

$$B = \frac{0,2362}{180} \times 3,14 = 0,0041$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0041 \times 0,9831} = 34,65 \text{ nm}$$

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

$$^{\circ}2\theta = 30,2871$$

$$\theta = 15,1435$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9718$$

$$B = \frac{0,1968}{180} \times 3,14 = 0,0034$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0034 \times 0,9718} = 42 \text{ nm}$$

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

$$^{\circ}2\theta = 31,1305$$

$$\theta = 15,5652$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9702$$

$$B = \frac{0,2362}{180} \times 3,14 = 0,0041$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0041 \times 0,9702} = 35,53 \text{ nm}$$

3. Zeolit Y Rasio Molar Pemeraman 72 Jam

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

$$^{\circ}2\theta = 6,2911$$

$$\theta = 3,1455$$

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

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

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

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

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

$$^{\circ}2\theta = 27,5869$$

$$\theta = 13,7934$$

$$\text{Cos } \theta = 0,9766$$

$$B = \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,0023$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0023 \times 0,9766} = 63 \text{ nm}$$

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

$$\begin{aligned} \theta &= 11,049 \\ \cos \theta &= 0,9849 \\ B &= \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035 \\ D &= \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,9849} = 40,76 \text{ nm} \end{aligned}$$

$$\theta = 15,2341$$

$$\cos \theta = 0,9715$$

$$B = \frac{0,4015}{180} \times 3,14 = 0,0070$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0070 \times 0,9715} = 20,38 \text{ nm}$$

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

$$\theta = 11,8419$$

$$\cos \theta = 0,9827$$

$$B = \frac{0,1004}{180} \times 3,14 = 0,0017$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0017 \times 0,9827} = 86,625 \text{ nm}$$

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

$$\theta = 15,6753$$

$$\cos \theta = 0,9698$$

$$B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,9698} = 42 \text{ nm}$$

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

$$\theta = 12,2155$$

$$\cos \theta = 0,9816$$

$$B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,9816} = 40,76 \text{ nm}$$

● **Prosentase Nanozeolit Y Sintesis**

8. Nanozeolit Y Pemeraman 48 Jam

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

9. Nanozeolit Y Pemeraman 72 Jam

$$\begin{aligned}\text{Kadar Zeolit NaY (\% Berat)} &= \frac{\text{Jumlah Intensitas Zeolit NaY}}{\text{Jumlah Intensitas Total}} \times 100 \% \\ &= \frac{744,25}{872,74} \times 100 \% \\ &= 85 \%\end{aligned}$$



Sekam padi



Abu sekam padi



Proses ekstraksi silika



Proses ekstraksi silika



Proses ekstraksi silika



Silika hasil ekstraksi



Proses awal sintesis nanozeolit



Proses awal sintesis nanozeolit



Proses pencampuran bahan



Setelah pengadukan 30 menit

Lampiran 7

Data JCPDS

1. Zeolit Y

FAU

Na-Y, Siliceous

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

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

2. s

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_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	2θ	<i>d</i>	<i>M</i>	I_{rel}
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							