

**STUDI STRUKTUR DAN MORFOLOGI ZEOLIT ZSM-5 YANG
DISINTESIS MENGGUNAKAN *TEMPLATE* DAN TANPA *TEMPLATE*
ORGANIK**

SKRIPSI

Oleh :
HANA NUR HABIBAH
NIM. 18630005



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023**

**STUDI STRUKTUR DAN MORFOLOGI ZEOLIT ZSM-5 YANG
DISINTESIS MENGGUNAKAN *TEMPLATE* DAN TANPA *TEMPLATE*
ORGANIK**

SKRIPSI

Oleh :
HANA NUR HABIBAH
NIM. 18630005

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

PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2023

LEMBAR PERSETUJUAN

STUDI STRUKTUR DAN MORFOLOGI ZEOLIT ZSM-5 YANG
DISINTESIS MENGGUNAKAN *TEMPLATE* DAN TANPA *TEMPLATE*
ORGANIK

SKRIPSI

Oleh :
HANA NUR HABIBAH
NIM. 18630005

Telah Disetujui dan Disahkan
Tanggal: 22 November 2023

Pembimbing I



Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIP. 19851020 201903 2 012

Pembimbing II



Okny Bagus Prasetyo, M.Pd.I
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,
Ketua Program Studi



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

LEMBAR PENGESAHAN
STUDI STRUKTUR DAN MORFOLOGI ZEOLIT ZSM-5 YANG
DISINTESIS MENGGUNAKAN *TEMPLATE* DAN TANPA *TEMPLATE*
ORGANIK

SKRIPSI

Oleh :
HANA NUR HABIBAH
NIM : 18630005

Telah Dipertahankan Di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 22 November 2023

Penguji Utama	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(..... )
Ketua Penguji	: Nur Aini, M.Si NIP. 19840608 201903 2 009	(..... )
Sekretaris Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIP. 19851020 201903 2 012	(..... )
Anggota Penguji	: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I NIDT. 19890113 20180201 1 244	(..... )

Mengesahkan,
Ketua Program Studi



Rachman Hakim Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Hana Nur Habibah
NIM : 18630005
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : Studi Struktur Dan Morfologi Zeolit ZSM-5 Yang Disintesis Menggunakan *Template* Dan Tanpa *Template* Organik

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

Malang, 22 November 2023
Yang membuat Pernyataan,



1000
METERAI
TEMPEL
032A4ALX020192474

Hana Nur Habibah
NIM. 18630005

HALAMAN PERSEMBAHAN

Puji syukur penulis sampaikan kepada Allah Swt. karena karunianya penulis dapat menyelesaikan penelitian dan tugas akhir ini. Skripsi ini penulis persembahkan kepada kedua orang tua penulis Bapak Syamsul Hudi dan Ibu Wagirahatin serta adek kecil saya Elhala Nur Habibah dan tak lupa juga seluruh keluarga besar yang selalu mendukung penulis baik secara moral maupun material. Terima kasih karena sudah mendukung, mendengarkan, mendoakan dan selalu menguatkan dalam segala kondisi.

Kedua penulis persembahkan skripsi ini untuk para sobat ghibahku Ponpes Syah-Nur yang telah membantu penulis selama masa perkuliahan. Saudara seperbimbinganku (Rina, Umul, Muhajir, Arya, Hana, Ambar, Anis) yang telah banyak membantu dan menyemangati selama proses penelitian penulisan tugas akhir ini. Kepada teman-teman lab anorganik (Mas Iqbal, Mas Fata) yang telah banyak membantu penulis dalam proses penelitian, mengajarkan banyak hal dalam penelitian penulis. Dan juga kepada sobat Semangat Kuliah (Nurul, Ovi, Oliv, Azmi, Jihan) yang selalu menemani dan mensupport penulis untuk segera menyelesaikan skripsi. Terima kasih untuk semua teman-teman di masa perkuliahan yang selalu membantu selama masa perkuliahan yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Terima kasih kepada dr. Ratri Istiqomah, Sp.KJ yang selalu memberi semangat kepada penulis sejak proses pembuatan proposal dan yang telah merubah pemikiran serta memotivasi penulis menjadi lebih baik serta berani untuk menghadapi ujian skripsi dan menyelesaikan skripsi penulis dengan baik.

Terima kasih kepada Ahmad Syarif Hidayatulloh, sebagai pasangan yang selalu menemani, menyemangati dan mensupport penulis dalam menyelesaikan skripsi juga membantu penulis untuk bangkit dan memulai kembali mengerjakan skripsi serta memotivasi dan menenangkan penulis bahwa skripsi tidak menyenamkan yang dipikirkan penulis.

Dan terakhir terima kasih kepada diri sendiri, terima kasih sudah bertahan sampai di titik ini. Terima kasih karena selalu bangkit lagi meskipun berat. Terimakasih untuk tetap berjalan meskipun tertatih-tatih. Terimakasih telah hidup didunia ini. Terimakasih telah melanjutkan hidup. Dunia ini indah jangan pulang sebelum dijemput. Tidak ada yang berkompetisi dalam hidup semua berjalan mengikuti alur-Nya tidak ada yang lebih cepat maupun lebih lambat dari orang lain. Apapun nanti hasilnya tetap lakukan yang terbaik demi dirimu sendiri dan orang-orang yang menyayangimu. Jangan berhenti untuk berbuat baik dan tetap berusaha menjadi versi yang terbaik, setiap air mata dan keringat yang keluar pasti akan ada nilainya.

MOTTO

“Mulai aja dulu, pasti ada jalan.”

-GOTO Indonesia-

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Studi Struktur dan Morfologi Zeolit ZSM-5 yang Disintesis Menggunakan *Template* dan Tanpa *Template Organik*”**. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan Islam. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penulisan skripsi ini. Ucapan terima kasih ini, penulis sampaikan kepada:

1. Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si. selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing I yang sabar memberikan bimbingan, pengarahan, motivasi, saran dan nasihat kepada penulis dalam penyelesaian penelitian ini.
4. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I selaku dosen pembimbing II yang telah sabar memberikan bimbingan, pengarahan, motivasi, saran dan nasihat kepada penulis dalam penyelesaian penelitian ini.
5. Seluruh dosen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu, pengetahuan, motivasi dan wawasan selama penulis menjadi mahasiswa.
6. Orang tua penulis yang telah memberikan do’a, dukungan dan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan masa perkuliahan dan proses penulisan skripsi ini.
7. Teman-teman yang telah memberikan do’a, dukungan dan semangat kepada penulis selama masa perkuliahan, penelitian dan proses penulisan tugas akhir ini.

Semoga amal baik semua pihak yang telah membantu penulis mendapatkan imbalan pahala yang berlipat ganda dari Allah SWT. Amin. Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan naskah ini masih jauh dari kesempurnaan. Penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi perbaikan dari naskah ini, sehingga nantinya penelitian ini bisa memberikan manfaat khususnya bagi penulis.

Malang, 22 November 2023

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
ملخص.....	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	8
2.1 Zeolit ZSM-5	8
2.2 Template	11
2.3 Sintesis Zeolit.....	14
BAB III METODE PENELITIAN	23
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	23
3.2 Alat dan Bahan.....	23

3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Rancangan Penelitian.....	23
3.4 Tahapan Penelitian.....	24
3.5 Prosedur Penelitian	24
3.5.1 Sintesis ZSM-5 Tanpa Menggunakan <i>Template</i> Organik.....	24
3.5.2 Sintesis ZSM-5 Menggunakan <i>Template</i> TPAOH	25
3.5.3 Sintesis ZSM-5 Menggunakan <i>Template</i> TPAOH dan CTABr	25
3.6 Karakterisasi	26
3.6.1 Karakterisasi menggunakan XRD (<i>X-Ray Diffraction</i>).....	26
3.6.2 Karakterisasi menggunakan SEM (<i>Scanning Electron Microscopy</i>) ...	26
3.6.3 Karakterisasi menggunakan Adsorpsi Nitrogen	26
3.7 Analisis Data.....	26
3.7.1 Analisis Data XRD	26
3.7.2 Analisis Data SEM.....	27
3.7.3 Analisis Data BET	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	29
4.1 Karakteristik ZSM-5 yang Disintesis dengan Menggunakan <i>Template</i> dan Tanpa <i>Template</i>	29
4.1.1 Analisa Struktur Menggunakan XRD (X-ray Diffraction).....	32
4.1.2 Analisa Morfologi Menggunakan SEM (<i>Scanning Electron</i> <i>Microscope</i>)	34
4.1.3 Analisa Isoterm, Luas Permukaan dan Ukuran Pori Menggunakan Adsorpsi Nitrogen.....	37
BAB V PENUTUP.....	41
5.1 Kesimpulan	41
5.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN.....	48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Zeolit ZSM-5.....	8
Gambar 2.2 Struktur MFI dari ZSM-5.....	9
Gambar 2.3 Sistem pori ZSM-5.....	9
Gambar 2.4 Difaktogram Standar ZSM-5 (IZA).....	11
Gambar 2.5 (a) kurva kristalisasi sinar-X zeolit MFI silika murni hasil sintesis (i) dengan dan (ii) tanpa TPA+ ; (b) skema kristalisasi zeolit yang disintesis dengan <i>template</i> organik.....	12
Gambar 2.6 Struktur TPAOH.....	13
Gambar 2.7 Misel CTAB.....	14
Gambar 2.8 Proses Sol Gel dan reaksinya untuk menjadi gel basah sebelum di hidrotermal.....	15
Gambar 2.9 Difraksi Sinar X ZSM-5 dengan Variasi Rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 20, 35, 50, 100.....	18
Gambar 2.11 Pola XRD serbuk ZSM-5 disintesis pada 150°C selama (a) 48, (b) 72, dan (c) 96 jam.	19
Gambar 2.13 Isoterm adsorpsi dan desorpsi nitrogen serbuk ZSM-5 disintesis menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika dan tanpa <i>template</i> organik pada 150 C/96 jam. Inset: distribusi ukuran pori dengan (I) metode HK dan (II) metode BJH.	20
Gambar 2.14 Pola XRD IFC-19 dan IFC-37.....	21
Gambar 2.16 SEM IFC-19 dan IFC-37.....	22
Gambar 4.1 Pola difraksi sinar-X dari sampel ZSM-5 dengan variasi <i>template</i> ..	32
Gambar 4.2 Fase Distribusi pada SBU 5-1 Sodic System.....	33
Gambar 4.3 Morfologi SEM ZSM-5 (a) tanpa <i>template</i> (b) dengan <i>template</i> TPAOH (c) dengan <i>template</i> TPAOH dan CTAB.....	35
Gambar 4.4 Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N ₂ dengan <i>template</i> TPAOH + CTAB.....	37
Gambar 4.5 Distribusi ukuran pori sampel mordenite rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 20, dimana dV/dD adalah perubahan volume adsorbat pada tiap-tiap diameter pori per gram sampel.	38

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Hasil Analisis Permukaan dan Pori Sampel.....	39
--	----

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir.....	48
Lampiran 2. Perhitungan.....	50
Lampiran 3. Data XRD	52
Lampiran 4. Data SEM	55
Lampiran 5. Data Adsorpsi Nitrogen	57

ABSTRAK

Habibah, Hana Nur. 2023. Studi Struktur dan Morfologi Zeolit ZSM-5 yang Disintesis Menggunakan *Template* dan Tanpa *Template* Organik. Skripsi. Pembimbing I : Susi Nurul Khalifah, M.Si; Pembimbing II : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

Kata Kunci: Zeolit, ZSM-5, Hidrotermal, *Template* Organik, Tanpa *Template*

Zeolit ZSM-5 adalah bahan yang mempunyai struktur yang unik sehingga secara luas digunakan di banyak industri diberbagai bidang. Pada proses sintesisnya dapat ditambahkan *template* organik sebagai pengarah struktur maupun tanpa *template*. Sintesis ZSM-5 dilakukan dengan metode sol-gel hidrotermal. Zeolit ZSM-5 disintesis menggunakan metode sol-gel hidrotermal dengan menggunakan *template* dan tanpa *template* organik. *Template* organik sebagai pengarah struktur. Pada penelitian ini akan dipelajari pengaruh *template* dan non *template* pada proses sintesis terhadap struktur dan morfologi ZSM-5. Karakterisasi struktur dianalisis menggunakan XRD, morfologi dianalisis menggunakan SEM dan luas permukaan serta ukuran pori dianalisis dengan adsorpsi nitrogen dengan persamaan BET. Analisis struktur dengan XRD pada sintesis tanpa *template* menghasilkan struktur mordenite. Sedangkan penggunaan *template* TPAOH menghasilkan struktur mordenite dan ZSM-5. Begitu pula pada penggunaan *template* TPAOH dan CTAB menghasilkan struktur mordenite dan ZSM-5. Morfologi dengan SEM yang dihasilkan dari sintesis tanpa penambahan *template* adalah tidak seragam sedangkan penambahan *template* TPAOH menghasilkan morfologi yang tidak seragam juga namun morfologi hasil sintesis dari penambahan *template* TPAOH dan CTAB menghasilkan bentuk yang seragam. Sehingga pada penelitian penambahan *template* TPAOH tidak mengubah struktur maupun morfologi serta penambahan *template* CTAB tidak mengubah struktur namun mengubah morfologi. Analisis luas permukaan dan ukuran pori dengan adsorpsi nitrogen hanya dilakukan pada sampel dengan penambahan *template* TPAOH dan CTAB. Hasil dari analisisnya pori yang dihasilkan merupakan mesopori dengan ukuran pori 2,05 nm dan luas permukaan 113,293 m²/g.

ABSTRACT

Habibah, Hana Nur. 2023. Study of Structure and Morphology of ZSM-5 Synthesized Zeolite Using Organic *Templates* and Without *Templates*. Thesis. Supervisor I : Susi Nurul Khalifah, M.Si; Advisor II : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I

Keywords: Zeolite, ZSM-5, Hydrothermal, Organic *Template*, No *Template*

Zeolite ZSM-5 is a material that has a unique structure so it is widely used in many industries in various fields. In the synthesis process, an organic template can be added as a structure director or without a template. Synthesis of ZSM-5 was carried out using the hydrothermal sol-gel method. ZSM-5 zeolite was synthesized using the hydrothermal sol-gel method using and without an organic template. Organic templates as structure directors. In this research, the influence of templates and non-templates in the synthesis process on the structure and morphology of ZSM-5 will be studied. Structural characterization was analyzed using XRD, morphology was analyzed using SEM and surface area and pore size were analyzed by nitrogen adsorption with the BET equation. Structural analysis using XRD in synthesis without a template produces a mordenite structure. Meanwhile, the use of the TPAOH template produces mordenite and ZSM-5 structures. Likewise, using the TPAOH and CTAB templates produces mordenite and ZSM-5 structures. The morphology resulting from the synthesis without adding a template is not uniform, while the addition of the TPAOH template produces a non-uniform morphology, but the morphology resulting from the synthesis from adding the TPAOH and CTAB templates produces a uniform shape. So in the research the addition of the TPAOH template did not change the structure or morphology and the addition of the CTAB template did not change the structure but changed the morphology. Surface area and pore size analyzes were only carried out on samples with the addition of TPAOH and CTAB templates. The results of the analysis produced pores that were mesopores with a pore size of 2,05 nm and a surface area of 113,293 m²/g.

ملخص

حببية، هنا نور. ٢٠٢٣. دراسة بنية ومورفولوجيا الزيوليت **ZSM-٥** المركب باستخدام قوالب وبدون قوالب عضوية. بحث جامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: سوسي نور الخليفة، الماجستير؛ المشرف الثاني: أوكي باجاس براسيتيو، الماجستير

الكلمات الرئيسية: الزيوليت، **ZSM-٥**، الحرارية المائية، قالب عضوي، لا قالب

الزيوليت **ZSM-٥** هو مادة ذات بنية فريدة بحيث تستخدم على نطاق واسع في العديد من الصناعات في مختلف المجالات. في عملية التوليف، يمكن إضافة القوالب العضوية كدليل هيكلي أو بدون قوالب. يتم تنفيذ تخليق **ZSM-٥** بواسطة طريقة سول جل الحرارية المائية. تم تصنيع الزيوليت **ZSM-٥** باستخدام طريقة سول جل الحرارية المائية باستخدام قوالب وبدون قوالب عضوية. القوالب العضوية كمديرين للهيكل. في هذه الدراسة، سيتم دراسة المؤثرين تمبلار وغير القوالب في عملية توليف بنية ومورفولوجيا **ZSM-٥**. تم تحليل توصيف البنية باستخدام **XRD**، وتم تحليل التشكل باستخدام **SEM** وتم تحليل مساحة السطح وحجم المسام بواسطة امتزاز النيتروجين باستخدام معادلة **BET**. التحليل الهيكلي مع **XRD** على التوليف بدون قوالب ينتج هياكل موردنيت. بينما ينتج عن استخدام قالب **TPAOH** هياكل موردنايت و **ZSM-٥**. وبالمثل، فإن استخدام قوالب **TPAOH** و **CTAB** ينتج هياكل موردنايت و **ZSM-٥**. التشكل مع **SEM** الناتج عن التوليف دون إضافة قوالب غير موحد بينما تؤدي إضافة قوالب **TPAOH** إلى مورفولوجيا غير موحدة أيضا ولكن مورفولوجيا التوليف تنتج عن إضافة قوالب **TPAOH** و **CTAB** مما يؤدي إلى أشكال موحدة. بحيث في الدراسة، لم تغير إضافة قالب **TPAOH** البنية أو التشكل وإضافة قالب **CTAB** لم يغير الهيكل بل غير المورفولوجيا. تم إجراء تحليل مساحة السطح وحجم المسام عن طريق امتزاز النيتروجين فقط على العينات باستخدام معززات قالب **TPAOH** و **CTAB**. نتيجة التحليل هي أن المسام الناتجة هي ميزوبور بحجم مسام ٢.٠٥ نانومتر ومساحة سطح ١١٣,٢٩٣ م^٢ / جم.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan mineral aluminosilikat kristal mikropori yang terhidrasi dari logam alkali atau alkali tanah. Zeolit terdiri dari atom-atom silikon (Si) dan aluminium (Al) yang terkoordinasi tetrahedral dimana strukturnya membentuk struktur terbuka atau berpori. Zeolit memiliki ukuran pori yang berkisar antara 0,3-1 nm (Ríos et al., 2009). Rumus kimia dari senyawa zeolit umumnya ditulis sebagai $M_{c/n}\{(AlO_2)_c (SiO_2)_d\} b H_2O$, dimana n merupakan valensi logam, b merupakan jumlah molekul air, c dan d merupakan jumlah tetrahedral alumina dan silika (Breck, 1974).

Berdasarkan sumbernya, zeolit dibedakan menjadi dua yaitu zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam terbentuk dari debu vulkanik berbentuk kristal pada batuan (Król, 2020). Zeolit alam biasanya mengandung mineral lain dan kation-kation K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , dan Mg^{2+} yang dapat mengurangi aktivitas dari zeolit alam dan juga memiliki kristalinitas kurang baik (Darajah & Kusumastuti, 2018; Setiawan et al., 2020). Sedangkan, zeolit sintetik berasal dari silika dan alumina yang terpolimerisasi menjadi anion aluminat dan silikat sebagai pembentuk strukturnya (Yuna, 2016). Kation-kation yang dikandung oleh zeolit zintesis hanya tertentu yaitu H^+ dan Na^+ dan tidak terdapat mineral lain sehingga termasuk zeolit yang lebih murni daripada zeolit alam yang banyak pengotornya. Selain itu, zeolit sintetik mempunyai kristalinitas yang baik dibanding zeolit alam (Yunita et al., 2019).

Manusia merupakan makhluk ciptaan Allah yang diberi pemikiran oleh Allah dalam mengembangkan ilmu pengetahuan seperti mengembangkan zeolit sintetik. Perintah Allah dalam mengembangkan ilmu pengetahuan tersirat didalam al-Qur'an Surat al-Baqarah (2) : 30.

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً

Artinya : *"Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para Malaikat: "Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi".*

Menurut Ibnu Katsir kata خَلِيفَةً yang berarti pengganti yang dapat diibaratkan manusia yang diberi kuasa oleh Allah SWT untuk mengelola bumi (Katsir, 2010). Menurut At-Thabari dalam penafsiran kata khalifah ini dengan peran manusia sebagai penduduk dan pembangun bumi. Tugas mengelola bumi ini secara fungsional untuk memelihara dan memakmurkan bumi dan juga sebagai pemegang amanat Tuhan untuk menyelenggarakan kehidupan yang penuh dengan tanggung jawab (Al-Thabari, 2000). Tujuan Allah menciptakan manusia sebagai makhluk yang dijadikan khalifah di bumi dan diberi pengetahuan oleh Allah adalah untuk mempelajari hal yang baru untuk kesejahteraan bumi. Salah satunya adalah sintesis zeolit ZSM-5 ini yang merupakan bentuk dalam mempelajari dan memanfaatkan senyawa kimia dalam pengembangan ilmu pengetahuan.

Zeolit sintetik memiliki banyak jenis, salah satunya adalah zeolit ZSM-5. *Zeolit Socony Mobile-5* atau ZSM-5 adalah zeolit sintetik yang mengandung silika (Si) dan alumina (Al) dengan perbandingan silika lebih besar dari alumina (Egeblad et al., 2008). ZSM- 5 adalah katalis selektif bentuk dengan struktur unik. Unit bangunan sekunder yang terbentuk dari tetrahedra ini menampilkan 5-1 yang

merupakan karakteristik utama dari Pentasil Zeolit. Zeolit ini memiliki kisaran diameter pori 5 Å dan memiliki rasio Si/Al bervariasi. ZSM-5 memiliki ukuran pori sedang dan memiliki dua saluran tiga dimensi yang berpotongan dengan satu saluran paralel lurus dan paralel berjalan lainnya yang ditentukan oleh bukaan cincin beranggota 10 sinusoidal (Van der Gaag, 1987; W. Widayat & Annisa, 2017).

ZSM-5 mempunyai struktur yang unik sehingga secara luas digunakan sebagai katalis dibidang energi yaitu *cracking* selektif bentuk seperti proses destilat dewaxing, de-waxing pelumas dan metil ester pada kelapa sawit, juga pada industri petroleum dan petrokimia sebagai penukar ion dan konversi metanol menjadi bensin (MTG) serta pada proses reaksi esterifikasi asam asetat dengan benzyl alkohol (Haryani et al., 2022; Iskandar et al., 2015; Kirumakki et al., 2004; Nurdin et al., 2018). Selain itu juga menjadi katalis pada proses aromatisasi seperti siklar, aroforming, dan proses konversi selektif bentuk seperti isomerisasi xilena, disproporsionasi toluena, sintesis etilbenzena, dan sintesis para etil toluena serta alkilasi benzena (Howe et al., 2016; Hui et al., 2011; Mohiuddin et al., 2018; Rasouli et al., 2017; D. Wang et al., 2019).

Sintesis ZSM-5 memiliki banyak metode diantaranya metode sol gel hidrotermal. Metode ini digunakan dengan menggabungkan gel yang telah didapatkan dari proses sol gel dengan proses hidrotermal untuk mendapatkan hasil yang lebih baik. Sintesis dengan metode ini umumnya menggunakan *template* sebagai prekursor. Penggunaan *template* pada sintesis mempengaruhi hasil dari kristal zeolit. *Template* memiliki peran penting dalam preparasi dan pengolahan sintesis zeolit ZSM-5 yaitu sebagai pengarah atau pembentuk struktur dan juga

berperan sebagai kation yang mampu mengkaselarasi proses nukleasi dan pertumbuhan kristal (Atmadiputri, 2010; Hartanto et al., 2016). Selain menggunakan *template*, sintesis zeolit kini juga dikembangkan tanpa *template*. Sintesis tanpa *template* dinilai lebih aman dan hasilnya lebih murni dibanding menggunakan *template* meskipun waktu yang diperlukan lebih lama (Hartati et al., 2018; Saputro et al., 2013).

Sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan *template* telah dilaporkan oleh Widayat Widayat & Annisa (2017) yaitu sintesis ZSM-5 menggunakan *template* CTABr yang dilakukan pada suhu 363 K selama 8 jam menghasilkan kristal sebesar 60,07% dan 72% (Widayat Widayat & Annisa, 2017). Selain itu juga dilaporkan oleh Khalifah & Prasetyoko (2008) yaitu sintesis ZSM-5 yang menggunakan TEOS sebagai sumber silikat dan *template* TPAOH serta CTABr dilakukan pada suhu 150°C selama 48 jam menghasilkan kemurnian kristal yang tinggi (Khalifah & Prasetyoko, 2008).

Sintesis zeolit ZSM-5 juga dilakukan tanpa menggunakan *template* telah dilaporkan oleh Dey et al. (2013) yaitu sintesis ZSM-5 menggunakan sekam padi sebagai sumber silikat menghasilkan kristal yang sesuai dengan puncak ZSM-5 yang dilakukan pada suhu 150°C selama 48 dan 96 jam untuk proses kriticalitasnya. Semakin lama waktu pengovenan semakin tinggi kemurniannya (Dey et al., 2013). Pada penelitian lain dilaporkan oleh Prasetyoko et al. (2012) yaitu sintesis ZSM-5 menggunakan sekam padi sebagai sumber silikat dan penambahan silikat¹ menghasilkan kristal dengan kondisi terbaik yaitu 100% pada suhu 175°C selama

24 jam proses kristalinitasnya dan menurun kemurniannya yaitu 64,54% pada proses kristalinitas selama 48 jam (Prasetyoko et al., 2012).

Sintesis zeolit ZSM-5 dengan dan tanpa *template* pernah dilaporkan oleh Narayanan et al. (1995) yaitu sintesis ZSM-5 menggunakan *template* TPABr dan tanpa *template* dimana proses kristalisasinya dilakukan selama 48 dan 168 jam pada suhu 170°C. Keduanya memiliki hasil ZSM-5 kristal yang sesuai dengan puncak ZSM-5 berstruktur MFI namun pada sintesis tanpa menggunakan *template* hasil kristal yang dilakukan selama 48 jam memiliki kemurnian yang rendah. Berbeda dengan sintesis menggunakan *template* hasil kristal yang dilakukan selama 48 jam memiliki hasil ZSM-5 murni. Hasil kristal dengan kemurnian yang tinggi pada sintesis tanpa *template* didapat ketika kristalisasi dilakukan selama 168 jam (Narayanan et al., 1995).

Berdasarkan uraian yang telah dijelaskan, sintesis zeolit ZSM-5 dilakukan dengan metode hidrotermal pada penelitian saat ini. Penelitian ini akan menggunakan *template* organik dan tanpa *template* organik. *Template* yang digunakan adalah *template* TPAOH dimana ia memiliki gugus ion OH⁻ yang tinggi yang diperlukan untuk sintesis dalam keadaan basa. Peningkatan pH campuran atau sintesis dalam keadaan basa meningkatkan kelarutan Si dan Al oksida atau prekursor hidroksida menjadi larutan yang homogen (Karimi et al., 2012). Penggunaan TPAOH sebagai *template* organik agar hasil sintesis zeolit yang didapat lebih murni. Selain penggunaan *template* TPAOH penelitian ini menggunakan *template* CTABr sebagai pengarah mesopori zeolit ZSM-5. Dengan menggunakan CTABr sebagai surfaktan, ZSM-5 mesopori yang disintesis menghasilkan kristal tinggi yang lebih atraktif dibandingkan komposit

mikro/mesoporiporus lain (Zhang et al., 2014). Sintesis ZSM-5 dilakukan variasi menggunakan *template* organik dan tanpa *template* organik untuk mengetahui hasil sintesis terbaik kemudian hasil sintesisnya dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan adsorpsi nitrogen.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah bagaimana struktur dan morfologi dari zeolit ZSM-5 yang disintesis dengan penambahan tanpa *template* organik, dengan penambahan *template* TPAOH serta dengan penambahan *template* TPAOH dan CTABr?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui struktur dan morfologi dari zeolit ZSM-5 yang disintesis dengan penambahan tanpa *template* organik, dengan penambahan *template* TPAOH serta dengan penambahan *template* TPAOH dan CTABr.

1.4 Batasan Masalah

Batasan dalam penelitian ini adalah:

1. Sumber silikat yang digunakan adalah TEOS.
2. Sumber aluminat yang digunakan adalah sodium aluminat.
3. Metode yang digunakan adalah hidrotermal dengan lama waktu kritisasi 72 jam pada suhu 190°C.

4. Karakterisasi senyawa hasil sintesis menggunakan XRD, SEM dan adsorpsi nitrogen.

1.5 Manfaat

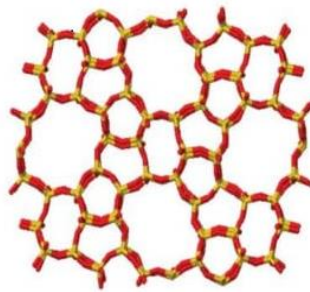
Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah untuk memberikan informasi dan memperluas wawasan ilmu mengenai metode sintesis menggunakan *template* organik dan tanpa *template* organik untuk menghasilkan produk dengan kualitas yang lebih baik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit ZSM-5

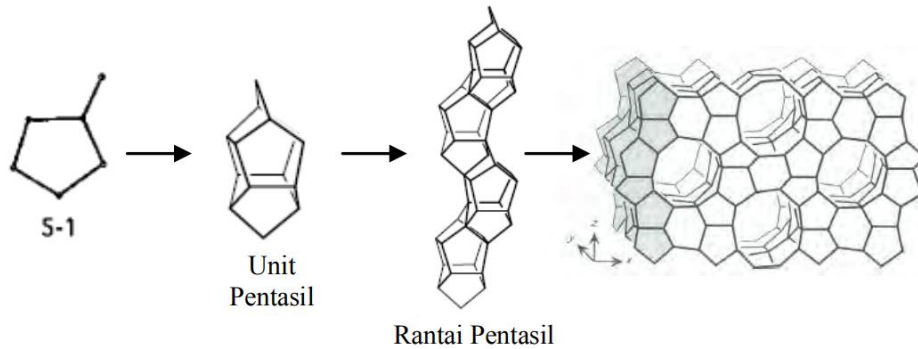
Zeolit ZSM-5 merupakan zeolit dengan tipe struktur MFI (Mobile Five-1) yang dibuat pertama kali oleh divisi katalis Mobil Oil Corporation pada tahun 1972 (Chester & Derouane, 2009). ZSM-5 adalah singkatan dari *Zeolite Socony Mobil-5*, akhiran 5 ini berpacu pada hasil material yang diperoleh yaitu mempunyai diameter pori kisaran 5 Å dan perbandingan Si/Al selalu di atas 5 dengan unit pembangun sekunder 5-1 atau disebut juga unit pentasil (Auerbach et al., 2003).



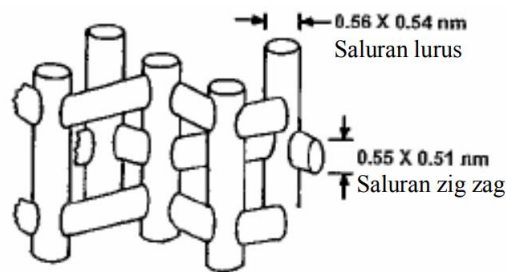
Gambar 2. 1 Zeolit ZSM-5 (Cundy dan Cox, 2005)

Rumus ZSM-5 pada umumnya adalah $\text{Na}_n(\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192}) \cdot 16\text{H}_2\text{O}$. ZSM-5 termasuk zeolit berpori medium dengan ukuran pori antara 5-5,6 Å yang kerangkanya dibentuk dari unit pentasil yang disusun secara paralel. Pori terbuka terdapat di setiap lapis kerangka dengan dua tipe cincin beranggotakan sepuluh atom oksigen (McCusker & Baerlocher, 2005). Dari tiap-tiap pori tersebut bersatu dan membentuk suatu saluran tiga dimensi yang memiliki dua arah dan saling berpotongan satu sama lain. Saluran pertama mempunyai bentuk bulat panjang dan lurus (*elliptical straight channels*) dengan potongan melintang bebas berukuran

0,56 nm x 0,54 nm. Saluran kedua berbentuk saluran berliku (*zig-zag channels*) dengan potongan melintang dengan ukuran 0,55 nm x 0,51 nm (Mastai, 2012).



Gambar 2. 2 Struktur MFI dari ZSM-5 (McCusker & Baerlocher, 2005)



Gambar 2. 3 Sistem pori ZSM-5 (Mastai, 2012)

Zeolit ZSM-5 adalah bahan yang sangat berharga di banyak industri di seluruh bidang. Zeolit ZSM-5 menjadi katalis yang sangat cocok untuk berbagai proses industri yang sangat luas termasuk *cracking* selektif yaitu ketika reaktan tertentu memiliki ukuran yang lebih kecil dibanding dengan molekul ZSM-5 dan dapat terdifusi serta melewati pori-pori katalis seperti proses destilat dewaxing, dewaxing pelumas dan metil ester pada kelapa sawit, juga pada industri petroleum dan petrokimia sebagai penukar ion dan konversi metanol menjadi bensin (MTG) serta pada proses reaksi esterifikasi asam asetat dengan benzyl alkohol (Haryani et

al., 2022; Iskandar et al., 2015; Kirumakki et al., 2004; Nurdin et al., 2018). Selain itu juga menjadi katalis pada proses aromatisasi seperti siklar, aroforming, dan proses konversi selektif bentuk seperti isomerisasi xilena, disproporsionasi toluena, sintesis etilbenzena, dan alkilasi benzena serta sintesis para etil toluena karena selektivitas para dalam reaksi substitusi elektrofilik menyesuaikan aktivitas situs asam ZSM-5 dan mengendalikan parameter difusi sehingga selektivitas para yang tinggi dapat dicapai. Penggunaan katalis pada zeolit ZSM-5 dapat digunakan berulang kali atau untuk beberapa siklus penggunaan (Howe et al., 2016; Hui et al., 2011; Mohiuddin et al., 2018; Rasouli et al., 2017; D. Wang et al., 2019).

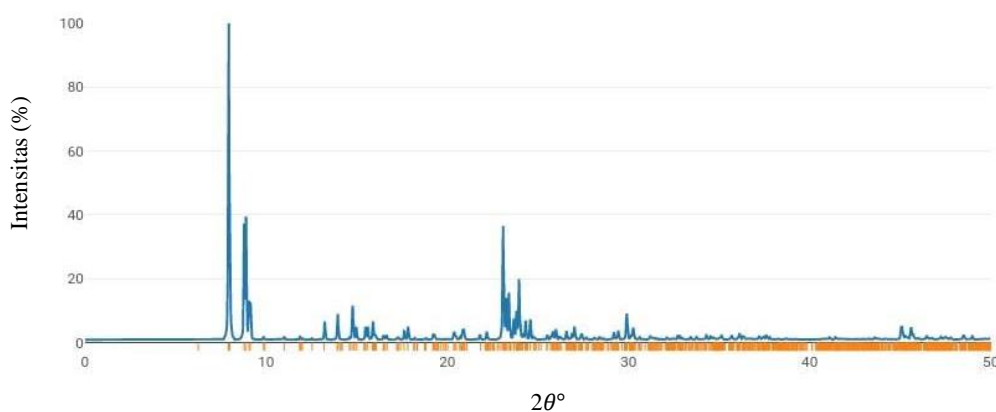
ZSM-5 memiliki banyak manfaat yang dapat digunakan oleh umat manusia. Secara implisit, hal ini dijelaskan dalam Surat Shad (38): 27 yang berbunyi:

وَمَا خَلَقْنَا السَّمَاءَ وَالْأَرْضَ وَمَا بَيْنَهُمَا بَطْلًا

Artinya: *"Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada di antara keduanya dengan sia-sia."*

Berdasarkan ayat tersebut, Allah menjelaskan bahwa Allah menciptakan langit, bumi dan makhluk apa saja diantara keduanya dengan hikmah dan manfaatnya masing-masing. Seperti halnya langit dengan bintang-bintang yang bersinar, matahari yang memancarkan sinar di siang hari dan bulan yang menampilkan bentuk yang berbeda di setiap harinya (Kemenag RI, 2022). Tidak terkecuali ZSM-5 yang memiliki berbagai manfaat sebagai salah satu karunia atas kebesaran Allah sebagai rahmat bagi manusia.

Difraktogram standar analisa zeolit ZSM-5 menggunakan XRD ditunjukkan seperti pada Gambar 2.4 Puncak spesifik pada difraktogram zeolit ZSM-5 ditunjukkan pada daerah 2θ dari 8° sampai 23° . Difraktogram tersebut dapat menjadi acuan untuk penentuan jenis zeolit dan kemurnian zeolit yang telah disintesis dengan membandingkan difraktogram hasil sintesis dengan difraktogram standar dari zeolit ZSM-5.

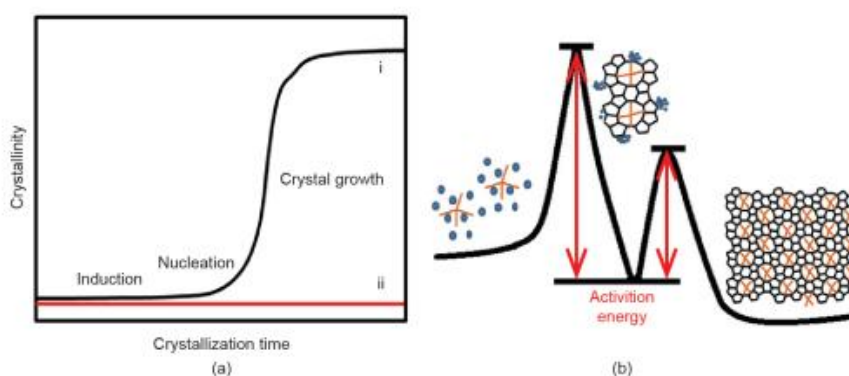


Gambar 2. 4 Difaktogram Standar ZSM-5 (IZA)

2.2 Template

Dalam sintesis zeolit, *template* diartikan sebagai kation pengisi rongga-rongga kosong pada zeolit. Peran dari *template* tidak hanya mengisi ruang kosong tapi juga sebagai pembentuk kisi kristal selama proses kristalisasi serta pengarah struktur. Sifat fisik *template* mempengaruhi perubahan kepadatan kation yang akan berpengaruh dalam rasio mol Si/Al. Pemilihan *template* dalam sintesis perlu dipertimbangkan dengan baik agar menghasilkan zeolit yang sesuai (Byrappa & Yoshimura, 2001).

Interaksi *template* dalam pembentukan zeolit adalah sebagai berikut :

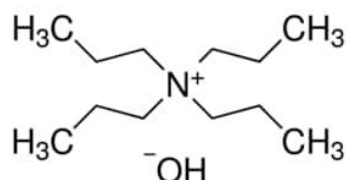


Gambar 2. 5 (a) kurva kristalisasi sinar-X zeolit MFI silika murni hasil sintesis (i) dengan dan (ii) tanpa TPA⁺ ; (b) skema kristalisasi zeolit yang disintesis dengan *template* organik (Y. Wang et al., 2017)

Sintesis biasanya dilakukan dengan adanya *template* organik sebagai agen pengarah struktur untuk mengorientasikan pertumbuhan kristal, umumnya kation tetrapropilamonium (TPA⁺). Kation ini terperangkap dalam pori-pori zeolit selama pertumbuhan kristal dan dihilangkan dengan kalsinasi pada suhu tinggi. Peran *template* organik ini meniru kinetika proses nukleasi dan kristalisasi kompleks (Byrappa & Yoshimura, 2001). Alkalinitas juga memiliki peran penting dalam pertumbuhan kristal zeolit sebagai anion OH⁻ yang bertindak sebagai agen mineralisasi (Rustam et al., 2017).

Peningkatan konsentrasi OH⁻ juga akan mempercepat pertumbuhan kristal dan mempersingkat waktu induksi untuk terjadinya nukleasi seperti penambahan *template* yang sesuai (Rustam et al., 2017). TPAOH merupakan *template* yang sering digunakan dalam sintesis zeolit. TPAOH memiliki pengaruh yang signifikan pada hasil karakteristik zeolit karena memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dibanding dengan *template* yang lain yaitu 97,3%. Hasil kristalinitas *template* TPAOH dibanding yang lain pada sintesis ZSM-5 dikarenakan *template* TPA⁺

merupakan template untuk struktur ZSM-5 yang bertipe MFI (Fouad et al., 2006). Kristalinitas TPAOH yang tinggi ini dipengaruhi oleh konsentrasi gugus hidroksil (OH) yang tinggi sehingga membuat fasa kristal dari sintesis lebih cepat dibandingkan dengan *template* lainnya.

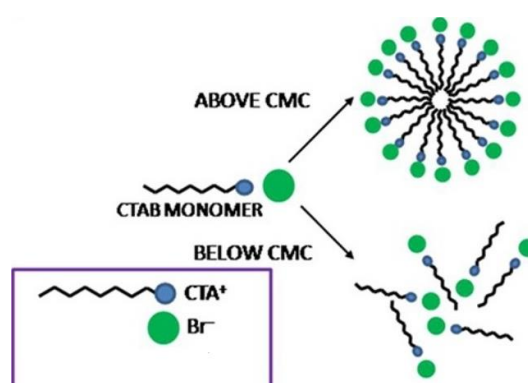


Gambar 2. 6 Struktur TPAOH (Sigma-Aldrich)

Pada sintesis zeolit terdapat penambahan *template* lain sebagai pengarah struktur berukuran mesopori. Umumnya penambahan *template* atau *template* kedua ini dinamakan sebagai surfaktan. Surfaktan ini berfungsi untuk mengontrol kristal yang terbentuk dan menghasilkan kristalinitas yang tinggi. Pada sintesis zeolit ZSM-5, surfaktan yang paling banyak digunakan adalah surfaktan CTAB. CTAB adalah surfaktan kationik amfifilik dengan gugus hidrofobik dan gugus hidrofilik. CTAB dalam larutan membentuk ion setrimonium bermuatan positif dan ion bromida bermuatan negatif. Interaksi surfaktan kationik dengan silikat bermuatan negatif dan aluminat menghasilkan pembentukan pori-pori yang lebih besar pada zeolit. Surfaktan CTA⁺ dalam bentuk kationik akan menetralkan kerangka anionik. Interaksi ionik ini menghasilkan embrio kristal dari zeolit (Nurlaela et al., 2011).

Ketika surfaktan dilarutkan dalam pelarut, energi permukaan pelarut berkurang, yang konsisten dengan peningkatan konsentrasi surfaktan yang ditambahkan. Penurunan energi permukaan ini berhenti ketika konsentrasi kritis atau CMC pada surfaktan tercapai, dan cenderung konstan dengan meningkatnya konsentrasi

surfaktan. Titik CMC surfaktan CTAB adalah 0,9 mM (Ceotto et al., 2001). Ketika konsentrasi kritis tercapai, surfaktan akan membentuk kumpulan surfaktan yang disebut misel. Jumlah misel yang besar akan membentuk kerangka kristal yang lebih kuat karena lebih banyak blok bangunan utama $[\text{SiO}_2]^-$ dan $[\text{Al}_2\text{O}_3]^-$ yang berinteraksi dengan misel surfaktan. Kerangka kristal yang kuat menjaga pori-pori kristal agar tidak menyusut saat molekul surfaktan terurai selama kalsinasi (Nurlaela et al., 2011).

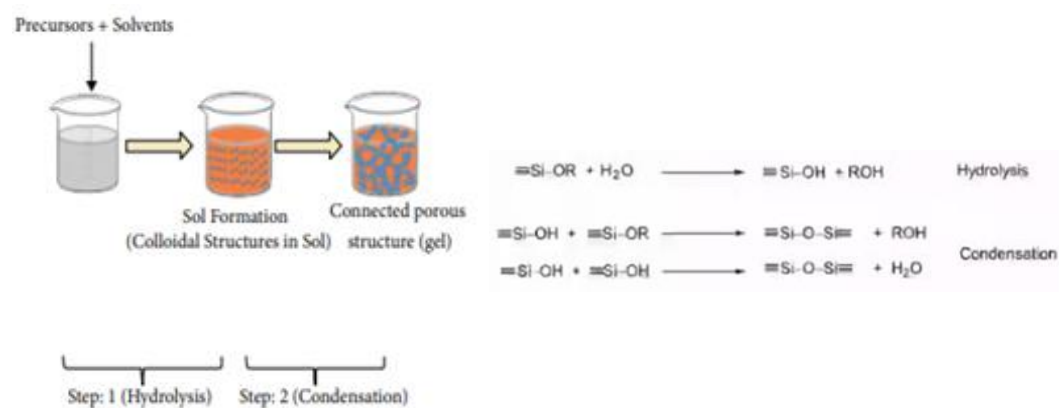


Gambar 2. 7 Misel CTAB (Amirthavalli et al., 2017)

2.3 Sintesis Zeolit

Sintesis zeolit dapat dilakukan dengan metode sol gel-hidrotermal dimana proses ini dilakukan menggunakan gel yang berisi aluminosilikat dengan tambahan *template* maupun tanpa *template* (Mastai, 2012). Proses sol-gel adalah metode sintesis bottom-up. Dalam proses ini, produk akhir dibentuk dengan melakukan sejumlah reaksi kimia ireversibel. Selama reaksi ini, molekul homogen primer (sol) menjadi molekul tiga dimensi yang tak terbatas yang disebut gel. Konversi tuberculosis menjadi gel dilakukan melalui proses yang disebut “proses pepadatan” dan mengarah pada produksi gel basah (Bokov et al., 2021). Setelah produksi gel basah ini selesai akan dilanjutkan dengan metode hidrotermal. Metode

hidrotermal merupakan suatu metode sintesis yang dilakukan dalam wadah tertutup yang melibatkan air dan panas dimana larutan prekursor dipanaskan dengan suhu yang relatif tinggi yaitu $\pm 100^\circ\text{C}$ dan tekanan yang tinggi pula yaitu ± 1 bar. Penggunaan suhu dan tekanan yang tinggi ini berfungsi untuk melarutkan serta mengkristalkan kembali senyawa yang tidak dapat larut dalam kondisi suhu ruang (Byrappa & Yoshimura, 2001; Øye et al., 1999).



Gambar 2. 8 Proses Sol Gel dan reaksinya untuk menjadi gel basah sebelum di hidrotermal

Sintesis dengan metode ini diawali dengan polimersasi monomer-monomer membentuk partikel koloid, yaitu suatu sistem yang terdiri dari partikel-partikel padat (ukuran partikel antara 1 nm sampai 1 μm) yang terdispersi dalam suatu pelarut lalu pengikatan partikel membentuk rantai, kemudian jaringan yang terbentuk diperpanjang dalam medium cairan, kemudian penguapan dan mengental menjadi suatu gel. Setelah itu dilanjutkan dengan proses perubahan gel dengan meningkatkan suhu dan pH menggunakan autoklaf. Setelah mencapai kesetimbangan, gel diubah menjadi padatan zeolit dengan bantuan tekanan tinggi pada reaktor hidrotermal (Cundy & Cox, 2005; Sakka, S., Kozuka, 2005). Dalam sintesis metode sol-gel hidrotermal terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi

hasil dari kristal zeolit yang didapat diantaranya adalah temperatur, tekanan, waktu reaksi, kondisi wadah, komposisi gel yang digunakan, serta penambahan zat lain seperti *template* (Atmadiputri, 2010).

Proses sintesis sangat sensitif terhadap kontaminan dari lingkungan. Apabila terdapat kontaminan (pengotor) sedikit saja dapat mempengaruhi hasil kristal zeolit yang didapat sehingga dibutuhkan pemilihan dan perlakuan material yang tepat untuk proses sintesis. Material yang dibutuhkan dalam proses sintesis hidrotermal adalah sumber silika, sumber alumina, dan air demineralisasi (Atmadiputri, 2010). Metode sol-gel hidrotermal memiliki kelebihan diantaranya homogenitas tinggi, luas permukaan yang besar, kemurnian cukup tinggi, suhu yang digunakan cukup rendah, dapat mengontrol kondisi sintesis sehingga diperoleh produk yang diinginkan seperti partikel yang kecil dengan porositas yang tinggi, kristalinitas yang didapat tinggi, kemurnian yang didapat tinggi serta distribusi ukuran partikel homogen (Lee, 1991).

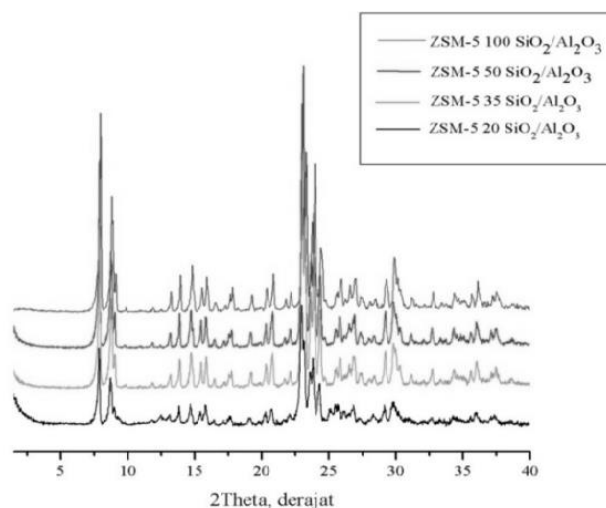
Sintesis ZSM-5 merupakan salah satu bentuk kita mempelajari hal yang baru dan pengembangan ilmu pengetahuan yang bermanfaat bagi kehidupan sekitar kita. Perintah membaca dalam makna luas terkait dengan ilmu pengetahuan tersirat didalam surat Al-Alaq (96) ayat 1-5, yang berbunyi :

أَقْرَأْ بِاسْمِ رَبِّكَ الَّذِي خَلَقَ (١) خَلَقَ الْإِنْسَانَ مِنْ عَلَقٍ (٢) أَقْرَأْ وَرَبُّكَ الْأَكْرَمُ (٣) الَّذِي عَلَّمَ بِالْقَلَمِ (٤) عَلَّمَ الْإِنْسَانَ مَا لَمْ يَعْلَمْ (٥)

Artinya: “*Bacalah dengan (menyebut) nama Tuhanmu yang menciptakan! - Dia menciptakan manusia dari segumpal darah. - Bacalah! Tuhanmulah Yang Mahamulia, - yang mengajar (manusia) dengan pena. - Dia mengajarkan manusia apa yang tidak diketahuinya.*” (Q.S Al-Alaq (96) : 1-5)

Menurut Quraish Shihab perintah membaca dari kata *اقْرَأْ* yang diulang dua kali berarti perintah untuk belajar dalam artian meneliti dan mempelajari hal baru disekitar kita (Quraish, 1992). Kata *عَلَّمَ بِالْقَلَمِ* menurut Ibnu Katsir diartikan sebagai Allah mengajar manusia dengan perantara pena sehingga kita dapat menulis hal yang kita pelajari untuk pengembangan ilmu pengetahuan sehingga dapat diwariskan kepada generasi penerus melalui tulisan (Rifa'i an-Nasib, 2012).

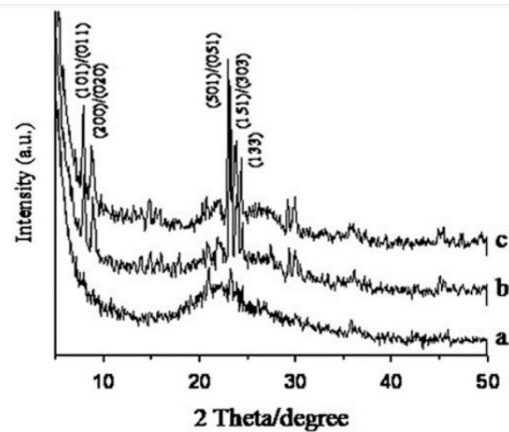
Zeolit ZSM-5 telah berhasil disintesis dengan menggunakan *template* (Khalifah & Prasetyoko, 2008; Widayat Widayat & Annisa, 2017) dan tanpa menggunakan *template* (Dey et al., 2013; Prasetyoko et al., 2012) serta membandingkan sintesis hidrotermal dengan dan tanpa *template* (Narayanan et al., 1995). Zeolit ZSM-5 telah berhasil disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan menggunakan *template* (Khalifah & Prasetyoko, 2008; Widayat Widayat & Annisa, 2017) dan tanpa menggunakan *template* (Dey et al., 2013; Prasetyoko et al., 2012) serta membandingkan sintesis hidrotermal dengan dan tanpa *template* (Narayanan et al., 1995). Sintesis ZSM-5 dilaporkan telah berhasil disintesis menggunakan TEOS sebagai sumber silikat dan *template* TPAOH serta CTABr yang dilakukan pada suhu 150°C selama 48 jam untuk proses kristalinitasnya. Analisa sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan XRD diperlihatkan pada Gambar 2.9.



Gambar 2. 9 Difraksi Sinar X ZSM-5 dengan Variasi Rasio SiO₂/Al₂O₃ 20, 35, 50, 100

Difraktogram yang dihasilkan dari sampel ZSM-5 mesoporiporous ini dibandingkan antara variasi SiO₂/Al₂O₃ 20, 35, 50 dan 100. Pola difraksi sinar-X sampel ZSM-5 mesoporiporous dengan variasi rasio SiO₂/Al₂O₃ ditunjukkan pada Gambar 2.8. Semua sampel memiliki intensitas puncak yang cukup tinggi di $2\theta = 7.8^\circ; 8.7^\circ; 8.8^\circ; 9.0^\circ; 22.9^\circ; 23.2^\circ$. Puncak-puncak ini sesuai dengan puncak-puncak ZSM-5 yang berstruktur MFI.

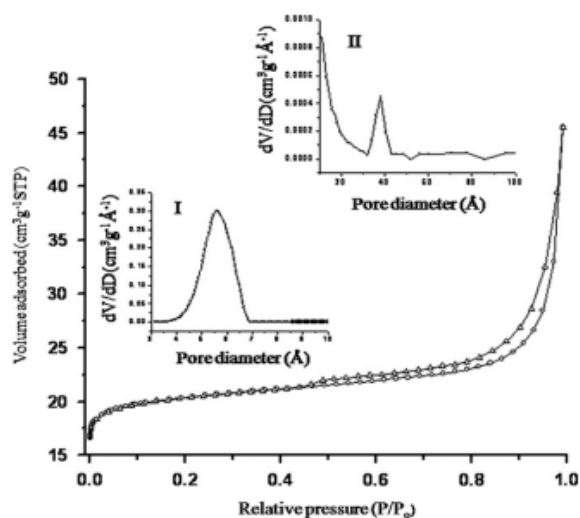
Sintesis zeolit ZSM-5 juga dilakukan tanpa menggunakan *template* telah dilaporkan oleh Dey et al. (2013) yaitu sintesis ZSM-5 menggunakan sekam padi sebagai sumber silikat menghasilkan kristal yang sesuai dengan puncak ZSM-5 yang dilakukan pada suhu 150°C selama 48 dan 96 jam untuk proses kriticalitasnya. Analisa sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan XRD diperlihatkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2. 10 Pola XRD serbuk ZSM-5 disintesis pada 150°C selama (a) 48, (b) 72, dan (c) 96 jam.

Gambar 2.10 menunjukkan pola XRD dari serbuk yang diperoleh secara hidrotermal pada 150°C selama (a) 48, (b) 72, dan (c) 96 jam. Diamati bahwa selama 48 jam waktu reaksi kristalisasi partikel ZSM-5 tidak terjadi. Kristalisasi ZSM-5 dimulai pada 150°C/72 jam. Dengan meningkatnya waktu reaksi dari 72 jam menjadi 96 jam, derajat kristalisasi meningkat karena peningkatan nukleasi seiring waktu.

Hasil dari XRD diatas didukung juga oleh hasil BET pada penelitian ini yang ditunjukkan pada Gambar 2.11

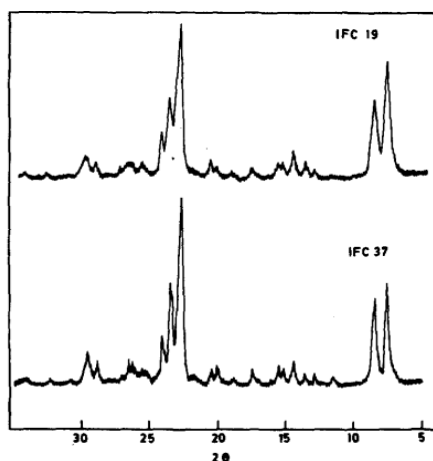


Gambar 2. 11 Isoterm adsorpsi dan desorpsi nitrogen serbuk ZSM-5 disintesis menggunakan abu sekam padi sebagai sumber silika dan tanpa *template* organik pada 150 °C/96 jam. Inset: distribusi ukuran pori dengan (I) metode HK dan (II) metode BJH.

Gambar 2.11 menunjukkan isoterm adsorpsi dan desorpsi N₂ dari serbuk ZSM-5 yang dibuat pada 150°C/96 jam. Distribusi ukuran pori (PSD) dalam rentang pori mikro yang dievaluasi dengan metode HK dan distribusi dalam rentang mesopori sebagaimana ditentukan oleh metode BJH masing-masing digambarkan dalam sisipan (I) dan (II) dari Gambar 2.13. Adsorpsi/ isoterm desorpsi menunjukkan bahwa serapan mikropori awal yang curam terjadi pada sekitar $P/P_0 < 0,02$. Penyerapan nitrogen meningkat tajam di atas tekanan relatif sekitar 0,8. Ini menunjukkan isoterm tipe IV IUPAC dengan loop histeresis yang disebabkan oleh pembentukan mesoporiporositas tekstur yang berasal dari intergrowth kristal. Sisipan (I) dari Gambar 2.13 menunjukkan distribusi ukuran pori mikro. Puncak tajam di sekitar 5,6 Å sesuai dengan pori zeolitik ZSM-5. Kurva distribusi ukuran pori BJH sampel ditunjukkan pada inset (II) Gambar 2.11. Puncak yang menonjol

pada sekitar 38 Å menunjukkan mesopori yang dihasilkan dalam kristal zeolit ZSM-5.

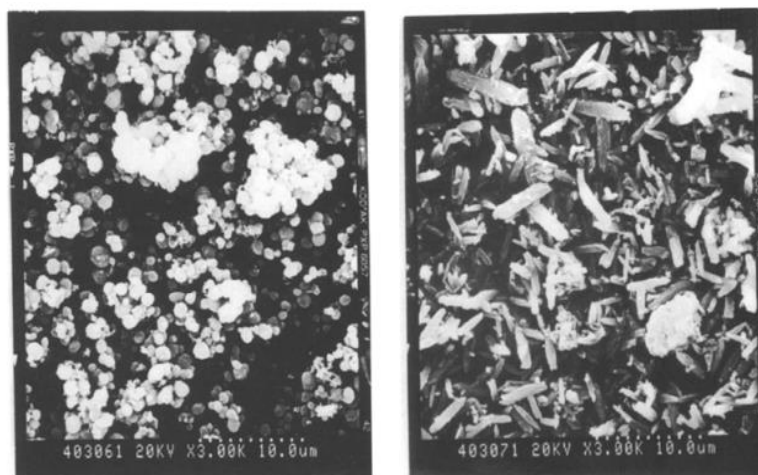
Sintesis ZSM-5 menggunakan *template* TPABr dan tanpa *template* dimana proses kritalisasinya dilakukan selama 48 dan 168 jam pada suhu 170°C. Analisa sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan XRD diperlihatkan pada Gambar 2.12



Gambar 2. 12 Pola XRD IFC-19 dan IFC-37

Berdasarkan Gambar 2.12 analisis menggunakan XRD pada sintesis zeolit ZSM-5 menggunakan metode hidrotermal kedua sampel menunjukkan kristalisasi dan memiliki karakteristik puncak ZSM-5. Sampel bebas *template* (IFC-37) yang disintesis selama 48 jam menunjukkan kristalinitas yang buruk namun sampel menggunakan *template* (IFC-19) yang disintesis selama 48 jam menunjukkan kristalinitas yang baik.

Analisa morfologi dari zeolit ZSM-5 dapat dilakukan dengan menggunakan SEM. Analisa zeolit ZSM-5 menggunakan SEM ditunjukkan seperti pada Gambar 2.13.



Gambar 2. 13 SEM IFC-19 (kiri) dan IFC-37 (kanan)

Morfologi dari dua sampel seperti yang terlihat dari gambar SEM ditunjukkan pada Gambar 2.13. Sampel IFC-19 yang disiapkan dengan *template* selama 48 jam memiliki ukuran partikel kecil jika dibandingkan dengan IFC-37 yang disiapkan tanpa *template* selama 168 jam. Sampel zeolit yang dibuat tanpa *template* (IFC-37) selama 168 jam terdiri dari partikel besar dan memanjang. Salah satu penyebab terbentuknya kristal yang besar pada zeolit bebas *template* yang disintesis selama 168 jam adalah waktu kristalisasi yang lama.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan

Penelitian ini dilakukan pada bulan September tahun 2022 hingga bulan Juni tahun 2023 di Laboratorium Kimia Anorganik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Karakterisasi dilakukan di Greenlab Bandung, Laboratorium Terpadu UII dan Laboratorium Teknik Kimia ITS.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, seperangkat alat gelas, magnetic stirrer, hot plate, oven, botol akuades, pH universal, seperangkat alat penyaring vakum, reaktor hidrotermal, alat instrumen XRD, alat instrumen BET dan alat instrumen SEM.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah TEOS 98%, Natrium Aluminat 82%, TPAOH 20%, akuades, NaOH 0,1M dan CTABr 99%.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan meliputi sintesis zeolit ZSM-5 dengan metode solgel hidrotermal tanpa menggunakan *template* organik, menggunakan *template* TPAOH dan menggunakan 2 *template* yaitu TPAOH dan CTABr. Proses kristalisasi

dilakukan pada waktu 48 jam kemudian dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan XRD, SEM dan adsorpsi nitrogen.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian dilakukan yaitu sebagai berikut:

1. Sintesis zeolit ZSM-5 dengan metode solgel hidrotermal tanpa menggunakan *template* organik, menggunakan *template* TPAOH dan menggunakan 2 *template* yaitu TPAOH dan CTABr. dengan waktu kristalisasi yaitu 72 jam.
2. Karakterisasi zeolit ZSM-5 menggunakan XRD, SEM dan BET.
3. Analisis data karakterisasi.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis ZSM-5 Tanpa Menggunakan *Template* Organik

Kristal zeolit ZSM-5 disintesis sebagai berikut pertama larutan dibuat dengan 0,35 g natrium aluminat dilarutkan dalam 54 mL akuades. Kemudian larutan yang dihasilkan ditambahkan 9,18 mL TEOS. Campuran kemudian diaduk selama 1 jam dan didiamkan pada suhu ruang selama 72 jam. Setelah gel terbentuk kemudian dikristalisasi pada suhu 190°C selama 72 jam. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades. Padatan dikeringkan pada suhu 120°C selama 12 jam. Padatan yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam.

3.5.2 Sintesis ZSM-5 Menggunakan *Template* TPAOH

Kristal zeolit ZSM-5 disintesis sebagai berikut pertama larutan dibuat dengan 0,35 g natrium aluminat dilarutkan dalam larutan TPAOH terdiri dari 0,57 mL TPAOH dan 54 mL akuades. Kemudian larutan yang dihasilkan ditambahkan 9,18 mL TEOS. Campuran kemudian diaduk selama 1 jam dan didiamkan pada suhu ruang selama 72 jam. Setelah gel terbentuk, campuran tersebut kemudian dikristalisasi pada suhu 190°C selama 72 jam. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades. Padatan dikeringkan pada suhu 120°C selama 12 jam. Padatan yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 10 jam.

3.5.3 Sintesis ZSM-5 Menggunakan *Template* TPAOH dan CTABr

Kristal zeolit ZSM-5 disintesis sebagai berikut pertama larutan dibuat dengan 0,35 g natrium aluminat dilarutkan dalam larutan TPAOH terdiri dari 0,57 mL TPAOH dan 54 mL akuades. Kemudian larutan yang dihasilkan ditambahkan 9,18 mL TEOS. Campuran kemudian diaduk selama 1 jam dan didiamkan pada suhu ruang selama 72 jam. Setelah gel terbentuk, ditambahkan 1,52 g CTABr dan aduk hingga tercampur sempurna. Campuran tersebut kemudian dikristalisasi pada suhu 190°C selama 72 jam. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan aquades. Padatan dikeringkan pada suhu 120°C selama 12 jam. Padatan yang dihasilkan kemudian dikalsinasi pada suhu 550°C selama 10 jam.

3.6 Karakterisasi

3.6.1 Karakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*)

Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fasa dan struktur kristal. Sampel zeolit dikarakterisasi kristalinitasnya dengan radiasi Cu K α ($\lambda = 1,52014$ Å) pada 20 kV dan 30 mA, 2θ 1,5–20° dengan kecepatan scan 0,02°/detik.

3.6.2 Karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

Karakterisasi SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dan ukuran kristal serta komposisi unsur penyusun sampel. Sampel zeolit dikarakterisasi pada mikroskop elektron pemindaian (SEM) yang diletakkan pada sampel holder. Pengukuran dilakukan pada perbesaran 5000-20.000 kali hingga terlihat morfologi kristalnya.

3.6.3 Karakterisasi menggunakan Adsorpsi Nitrogen

Karakterisasi adsorpsi nitrogen dilakukan untuk mengetahui luas permukaan pori dan adsorbennya. Nitrogen digunakan sebagai adsorbat pada suhu 80 K. Luas permukaan sampel diukur dalam alat adsorpsi kaca yang mampu mencapai 1×10^{-5} Torr.

3.7 Analisis Data

3.7.1 Analisis Data XRD

Data hasil karakterisasi XRD diperoleh difaktog. Difaktog ini menunjukkan puncak-puncak dari ZSM-5 pada daerah 2θ . Puncak yang dihasilkan dari difaktog ini akan dibandingkan dengan standar difaktog ZSM-5. Kemurnian kristal zeolit ZSM-5 ini ditentukan dari puncak difaktog sampel hasil sintesis yang sama dengan

puncak standar zeolit ZSM-5. Semakin tinggi intensitas puncak maka kemurnian dari kristal zeolit ZSM-5 semakin tinggi.

3.7.2 Analisis Data SEM

Data hasil karakterisasi SEM zeolit ZSM-5 diperoleh foto morfologi permukaan sampel hasil sintesis. Morfologi hasil sintesis ini menunjukkan ukuran dan bentuk kristal zeolit ZSM-5.

3.7.3 Analisis Data BET

Data hasil karakterisasi BET zeolit ZSM-5 diperoleh data tekanan relatif (P/P_0), volume gas adsorpsi desorpsi per g sampel (V) dan ($1/[W((P_0/P)-1)]$). Kemudian dibuat grafik isothermal adsorpsi-desorpsi N_2 dengan sumbu x adalah P/P_0 dan sumbu y adalah V . Grafik hasil yang didapat akan dibandingkan dengan standar grafik oleh IUPAC dan diketahui karakteristik pori sampel. Lalu membuat grafik penentuan luas permukaan dengan sumbu x adalah P/P_0 dan sumbu y adalah ($1/[W((P_0/P)-1)]$) dan didapat nilai persamaan $y=ax+b$ dimana dari persamaan didapatkan nilai slope (s) dan intersep (i). Berat gas nitrogen yang membentuk lapisan monolayer (W_m) dihasilkan dari persamaan 3.1

$$W_m = \frac{1}{s+i} \dots\dots\dots(3.1)$$

Lalu nilai luas permukaan (St) dihitung melalui persamaan 3.2

$$St = \frac{W_m}{M} \cdot N \cdot Acs \dots\dots\dots(3.2)$$

dimana nilai N adalah bilangan Avogadro, W_m adalah berat gas nitrogen, dan Acs adalah Molecular cross section area N_2 yang besarnya $16,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$.

Setelah itu dibuat plot dengan sumbu x adalah ukuran pori (nm) dan sumbu y adalah volume gas N₂ yang diadsorpsi per g (cm³/gr). Titik optimum yang ditunjukkan oleh grafik merupakan ukuran pori dari sampel.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

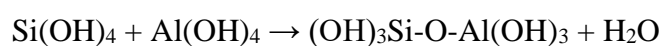
4.1 Karakteristik ZSM-5 yang Disintesis dengan Menggunakan *Template* dan Tanpa *Template*

Sintesis ZSM-5 dilakukan dengan metode hidrotermal sesuai dengan metode Goncalves et al, (2008), tetapi menggunakan sumber silika dan alumina yang berbeda. Pada penelitian tersebut, digunakan pirogenik silika sebagai sumber silika dan aluminium nitrat nonahidrat dan natrium aluminat sebagai sumber alumina. Sedangkan pada penelitian ini digunakan TEOS (tetraetil ortosilikat) sebagai sumber silika, dan natrium aluminat sebagai sumber alumina yang memiliki kereaktifan tinggi, sehingga lebih mudah untuk digunakan dalam sintesis ZSM-5. Selain itu, digunakan juga TPAOH (tertrapropil amonium hidroksida) sebagai templat agar terbentuk struktur MFI dengan ukuran partikel kecil, yaitu memiliki diameter 0,3 μm (Wang et al, 2002). Templat lain yang digunakan adalah CTABr (setiltrimetil amonium bromida) sebagai bahan pengarah struktur mesopori dan untuk menghasilkan sampel yang memiliki stabilitas asam dan hidrotermal yang baik (Goncalves et al, 2008).

TEOS akan mengalami reaksi hidrolisis dengan natrium aluminat dan larutan TPAOH. Hidrolisis berlanjut dengan membentuk gugus silanol Si-OH sebagai intermediet. Kemudian campuran didiamkan pada suhu ruang selama 72 jam untuk terjadinya proses pemeraman (aging). Pada proses pemeraman, terjadi polikondensasi membentuk jembatan silang dan jaringan pori. Melalui polimerasi

kondensasi akan terbentuk dimer, trimer dan seterusnya sehingga membentuk bola-bola polimer menjadi struktur gel (Brinker dan Scherer, 1990).

Terbentuknya gel merupakan awal dari pembentukan inti dan pertumbuhan kristal (Warsito et al, 2008). Gel yang dihasilkan ditambahkan CTABr yang berfungsi sebagai cetakan untuk pembentukan struktur mesopori, dimana surfaktan berada dalam pori-pori (Chen et al, 1993). Campuran gel dan CTABr dimasukkan kembali ke dalam autoklaf pada suhu 190°C selama 72 jam untuk proses kristalisasi hidrotermal. Proses hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana campuran dipanaskan pada temperatur relatif tinggi dalam wadah tertutup. Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi keseimbangan antara uap air dan larutan. Wadah yang tertutup menjadikan uap air tidak akan keluar, sehingga tidak ada bagian dari larutan yang hilang dan komposisi larutan prekursor tetap terjaga. Kondisi ini juga telah dilaporkan oleh Oye et al, (2001). Pada proses hidrotermal, terjadi reaksi kondensasi yang memungkinkan adanya pembentukan ikatan baru Si,Al-O-Si,Al (T-O-T) (Cundy dan Cox, 2005).



Padatan dicuci dengan aquades untuk mengurangi sisa TPAOH dikeringkan dalam oven untuk menghilangkan kandungan air. Untuk memaksimalkan hasil produk dilakukan kalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam untuk menghilangkan templat/surfaktan, sehingga terbentuk struktur dengan pori yang terbuka, yaitu ZSM-5.

Terbentuknya senyawa baru dialam semesta ini merupakan bukti kekuasaan dan kebesaran Maha Pencipta yang perlu dipelajari. Secara implisit, hal ini ditunjukkan dalam Q.S.Ali Imran (3): 190-191 yang berbunyi :

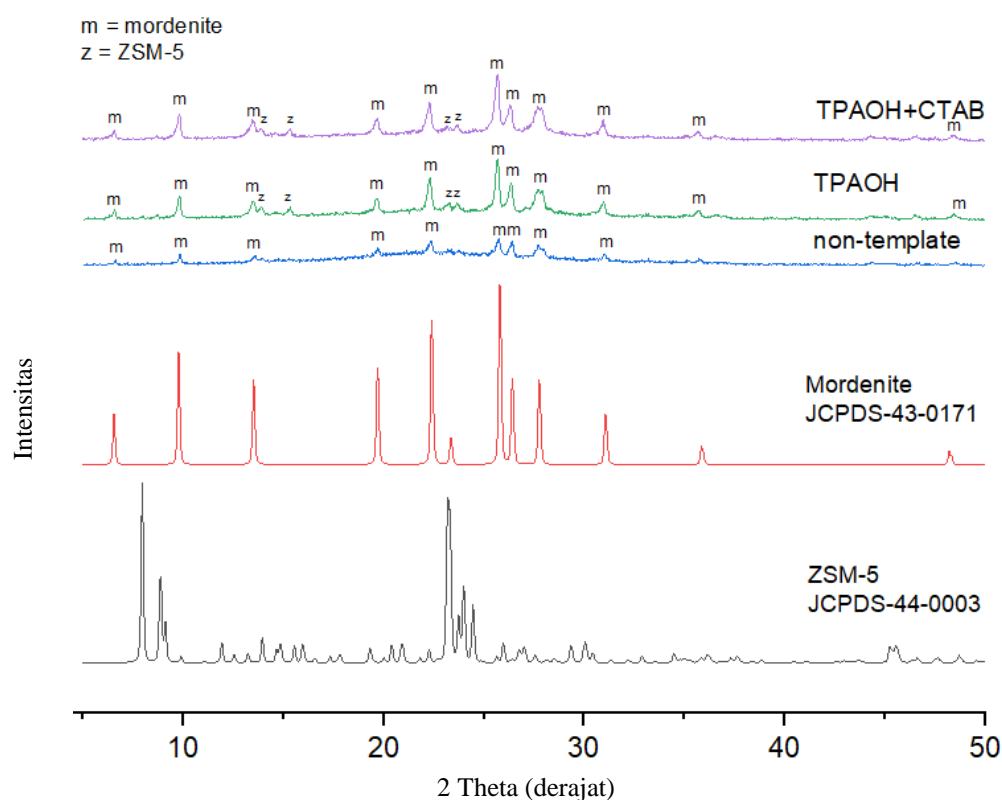
إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ (١٩٠) الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَفُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا تُسَبِّحُكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ (١٩١)

Artinya: *“Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang-orang yang berakal, (190) (yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), “Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka. (191)”*

Tafsir al-Misbah surat Ali Imran imran ayat 190-191 tersebut berdasarkan karangan Quraish Shihab menjelaskan bahwa ayat ini menyeru kepada hamba Allah agar senantiasa berpikir terhadap apa-apa yang ciptakan Allah SWT, seperti adanya bulan, bintang, matahari, perputaran bumi, adanya siang dan malam, merupakan tanda-tanda keagungan Allah bagi seorang ulul albab, yaitu umat manusia yang senantiasa berdzikir atau terus menenus mengingat Allah dalam kondisi apapun secara lisan maupun di dalam hati. Obyek dari berdzikir adalah Allah SWT dan obyek akal pikiran merupakan semua makhluk yang diciptakan oleh Allah SWT. Akal bebas berfikir seluas-luasnya untuk memikirkan kejadian alam, namun terbatas dalam memikirkan dzat Allah SWT. Salah satu implementasi dari seorang ulul albab yaitu melakukan penelitian.

4.1.1 Analisa Struktur Menggunakan XRD (X-ray Diffraction)

ZSM-5 rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 20$ hasil sintesis dikarakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui struktur. Teknik XRD digunakan untuk mengetahui struktur dan fase kristal dari sampel ZSM-5. Pola difraksi sinar-X dari sampel ZSM-5 mesopori hasil sintesis dapat dilihat pada Gambar 4.1.



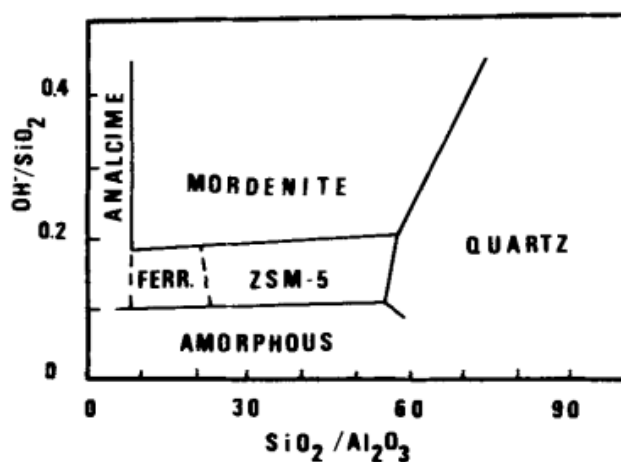
Gambar 4. 1 Pola difraksi sinar-X dari sampel ZSM-5 dengan variasi *template*

Pola difraksi sinar-X pada Gambar tersebut dimonitor pada $2\theta = 1,5-50^\circ$. Sampel ZSM-5 penambahan adanya *template* dan tanpa *template* menunjukkan pola difraksi sinar-X yang serupa yaitu munculnya puncak difraksi dengan intensitas tinggi pada $2\theta = 6,48; 8,6; 9,76; 13,84; 14,58; 19,58; 22,18; 23,16; 25,62; 26,2; 27,64; 30,86; \text{ dan } 35,58^\circ$. Puncak-puncak ini tidak sesuai dengan hasil yang dipublikasikan oleh International Zeolite Association (Treacy dan Higgins, 2001)

untuk pola difraksi ZSM-5 melainkan sesuai dengan pola difraksi mordenite dengan tipe struktur MOR. Hal ini mengindikasikan bahwa hasil sintesis termasuk dalam tipe struktur MOR.

Pola difraksi sinar-X selain untuk menunjukkan struktur sampel, pola difraksi juga menunjukkan intensitas suatu sampel. Pada Gambar 4.1 menunjukkan penambahan *template* TPAOH memiliki intensitas yang lebih tinggi dibanding dengan tanpa penambahan *template*. Begitu pula untuk penambahan *template* TPAOH dan CTABr menunjukkan intensitas yang tertinggi diantara ketiganya (terlampir pada lampiran 3). Hal ini menunjukkan bahwa penambahan *template* TPAOH dan CTABr memiliki kristalinitas yang lebih tinggi dibandingkan dengan yang lain.

Pola difraksi sinar-X pada Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semua sampel terdiri dari fasa MOR. Penggunaan *template* mempengaruhi intensitas dari difraksi. Zeolit yang tidak ditambah *template* memiliki intensitas yang kecil dibanding zeolit yang ditambahkan *template*. Pengaruh *template* mesopori yaitu CTAB juga membuat intensitas dari zeolit memiliki intensitas yang tinggi.

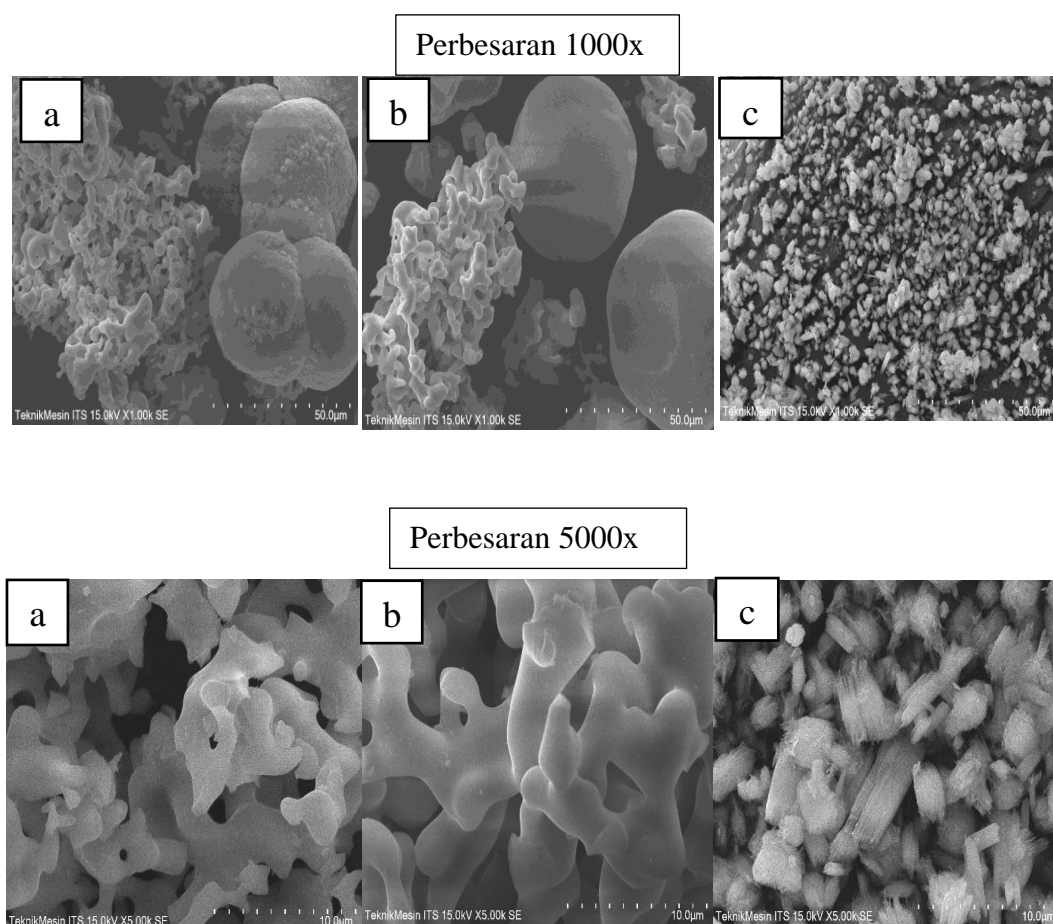


Gambar 4. 2 Fase Distribusi pada SBU 5-1 Sodic System

Hasil produk menjadi mordenit bukan ZSM-5 juga disebabkan oleh SBU (*Secondary Building Unit*) mereka yang sama yaitu 5-1 dimana memiliki keterkaitan yang dapat menghasilkan produk mordenit. Berdasarkan Gambar 4.2 rasio OH^-/SiO_2 mempengaruhi hasil dari zeolit dimana rasio OH^-/SiO_2 untuk zeolit ZSM-5 yang murni yaitu antara 0 - 0,2 sedangkan untuk mordenit murni yaitu > 0,2. Rasio OH^-/SiO_2 pada penelitian ini adalah 0,31. Hal ini disebabkan penambahan NaOH pada saat pembuatan produk yang meningkatkan anion OH^- sehingga rasio OH^-/SiO_2 menjadi lebih dari 0,2 sehingga hasil dari penelitian ini adalah mordenite.

4.1.2 Analisa Morfologi Menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Karakterisasi dilanjutkan dengan karakterisasi menggunakan SEM. Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan berupa bentuk dan ukuran partikel dari sampel padat. Morfologi sampel ZSM-5 dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 20 dengan tanpa dan dengan *template* ditunjukkan pada Gambar 4.3.



Gambar 4. 3 Morfologi SEM ZSM-5 (a) tanpa *template* (b) dengan *template* TPAOH (c) dengan *template* TPAOH dan CTAB

Berdasarkan Gambar 4.3, sampel a dan sampel b yaitu tanpa penambahan *template* dan penambahan *template* TPAOH memiliki morfologi yang sama. Hal ini juga didukung oleh data XRD dimana sampel a dan sampel b memiliki struktur yang sama yaitu mordenite. Sehingga penambahan *template* TPAOH tidak mempengaruhi morfologi dari zeolit. Sedangkan untuk sampel c yaitu penambahan *template* TPAOH dan CTAB dilihat dari hasil XRD memiliki struktur yang sama dengan sampel a dan sampel b, namun morfologinya berbeda. Sehingga

penambahan CTAB pada sampel selain untuk mendapatkan mesopori juga dapat mempengaruhi morfologi dari zeolit.

Kerangka zeolit merupakan salah satu wujud dari kebesaran Allah SWT dalam setiap kesempurnaan penciptaan-Nya. Allah SWT menciptakan makhluk dengan sempurna, sesuai dengan ukuran yang dibutuhkan dan bentuk yang serapi-rapinya. Secara implisit, hal ini ditunjukkan dalam firman-Nya pada surat Al-Furqan (25): 2 yang berbunyi:

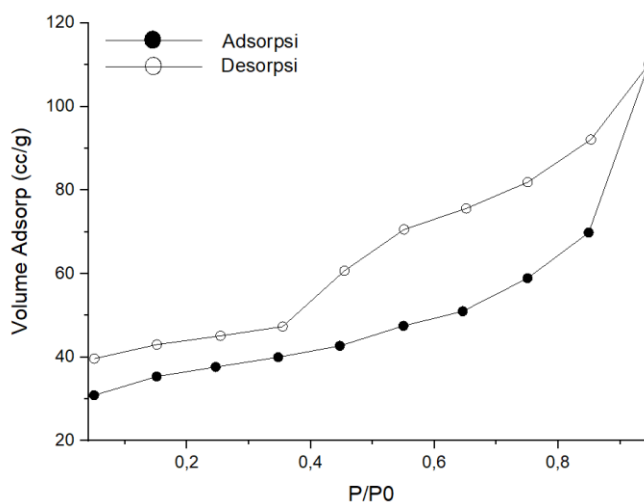
الَّذِي لَهُ مُلْكُ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَلَمْ يَتَّخِذْ وَلَدًا وَلَمْ يَكُن لَّهُ شَرِيكٌ فِي الْمُلْكِ وَخَلَقَ كُلَّ شَيْءٍ فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا

Artinya: *"yang memiliki kerajaan langit dan Bumi, tidak mempunyai anak, tidak ada sekutu bagi-Nya dalam kekuasaan(Nya), dan Dia menciptakan segala sesuatu, lalu menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya."* (QS. Al-Furqan [25]: 2).

Menurut Dr. Quraish Shihab dalam karyanya tafsir Al-Misbah menjelaskan dengan rinci mengenai makna *فَقَدَرَهُ تَقْدِيرًا* "menetapkan ukuran-ukurannya dengan serapi-rapinya". Menurutnya, ilmu pengetahuan modern menyatakan bahwa semua makhluk dapat berkembang dengan caranya yang berbeda dan berjalan sesuai sistem yang teliti yang bersifat konstan. Semua atas kehendak Allah SWT, terlepas dari perbedaan jenis dan bentuknya yang terdiri dari berbagai unsur yang mungkin tak terbatas jumlahnya (Shihab, 2002). Makna tersebut bermakna serupa dengan morfologi zeolit, dimana setiap zeolit tersusun atas berbagai unsur dan memiliki rumus molekul maupun rumus senyawa yang paten. Setiap unsur tersebut saling berikatan dan membentuk kerangka membentuk sebuah pori yang berukuran berbeda pada setiap jenis zeolit.

4.1.3 Analisa Isoterm, Luas Permukaan dan Ukuran Pori Menggunakan Adsorpsi Nitrogen

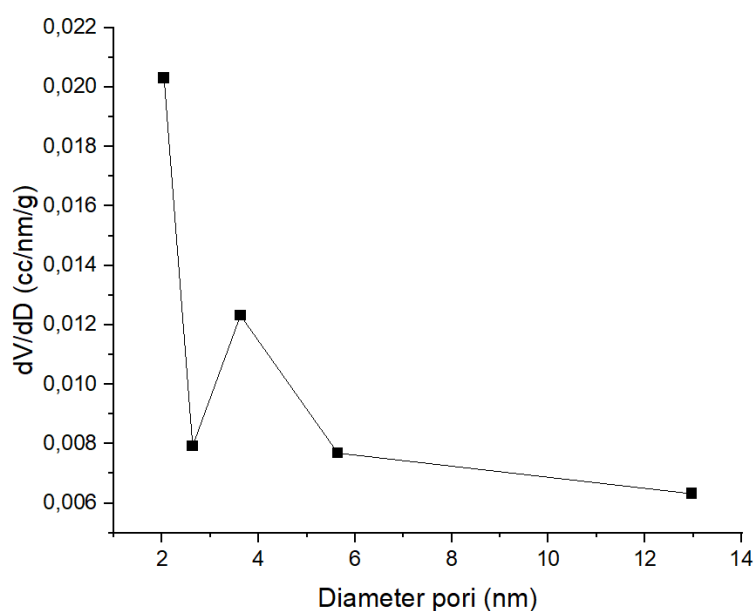
Karakterisasi selanjutnya adalah adsorpsi nitrogen. Pada penelitian ini adsorpsi nitrogen dilakukan pada sampel dengan penambahan *template* TPAOH dan CTABr untuk mengetahui terbentuknya mesopori pada sampel. Adsorpsi nitrogen merupakan adsorpsi fisik yang digunakan untuk menentukan distribusi ukuran pori dan luas permukaan spesifik suatu padatan (Haber et al, 1995). Luas permukaan dan porositas adalah sifat yang penting dalam bidang desain katalis heterogen. Luas permukaan adalah karakterisasi katalis padatan untuk menentukan situs aktif dan dihubungkan dengan aktivitas katalis. Sedangkan pori katalis heterogen mengontrol fenomena transport dan mengatur selektivitas dalam reaksi katalisis. Sifat seperti volume pori dan distribusi ukuran pori adalah parameter penting dalam penentuan selektivitas katalisis.



Gambar 4. 4 Grafik isoterm adsorpsi-desorpsi N₂ dengan *template* TPAOH + CTAB

Gambar 4.4 menunjukkan hasil isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen sampel yang telah dikalsinasi setelah perlakuan hidrotermal dan pertukaran kation. Gambar

tersebut merupakan grafik jumlah nitrogen yang teradsorpsi-desorpsi terhadap tekanan relatif P/P_0 . Isoterm adsorpsi-desorpsi nitrogen pada sampel diatas menunjukkan isoterm tipe IV. Grafik isoterm sampel diatas memperlihatkan histerisis yang besar pada $P/P_0 = 0,5-0,99$. Loop histerisis ini terbentuk akibat kondensasi kapiler pada pori berukuran mesopori pada tekanan tinggi. Hal ini menunjukkan bahwa jumlah adsorbat (N_2) yang tertinggal dalam pori saat desorpsi paling banyak, yang mengindikasikan bahwa jumlah mesopori pada mordenite. Pembuktian terhadap adanya pori mesopori pada permukaan padatan dapat dilihat dari data distribusi ukuran pori yang ditunjukkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4. 5 Distribusi ukuran pori sampel mordenite rasio SiO_2/Al_2O_3 20, dimana dV/dD adalah perubahan volume adsorbat pada tiap-tiap diameter pori per gram sampel.

Gambar 4.5 menunjukkan distribusi ukuran pori sampel yang ditentukan oleh metode BJH (Barrett, Joyner and Halenda) dari cabang isoterm adsorpsi nitrogen (Storck et al, 2008). Grafik distribusi ukuran pori menunjukkan adanya distribusi pori yaitu pada diameter pori 2,05 dan 3,6 nm, sehingga dapat

disimpulkan bahwa sampel diatas memiliki pori berukuran mesopori. Puncak tertinggi pada diameter pori 2,05 nm menunjukkan bahwa ukuran pori yang paling banyak adalah 2,05 nm.

Data luas permukaan spesifik yang ditentukan dengan metoda BET (SBET), volume total pori (V_{tot}), volume mikropori (V_{mic}), volume mesopori, % porositas ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4. 1 Hasil Analisis Permukaan dan Pori Sampel

Luas Permukaan (BET) (m^2/g)	113,293
Volume Mikropori (t-Plot) (cc/g)	0,0315472
Volume Mesopori (BJH Desorpsi) (cc/g)	0,106215
Diameter Pori (BJH Desorpsi) (nm)	2,05958
Volume Total Pori pada $P/P_0=0,9$	0,17077
% Porositas ($V_{mesopori}/V_{tot} \times 100\%$)	-0,830929
Rata-rata Diameter Pori (nm)	2,05

Struktur yang terbentuk pada penelitian ini adalah struktur mordenite dimana pada karakterisasi adsorpsi nitrogen merupakan mesopori. Berdasarkan tabel diatas didapatkan luas permukaan 113,293 m^2/g dimana termasuk luas permukaan mesopori untuk mordenite yaitu 50-200 m^2/g (Groen et al., 2009). Volume mikropori pada mordenite mesopori berkisar antara 0,10-0,20 cc/g dan volume mesopori pada mordenite mesopori minimal 0,08 cc/g (Tammana et al., 2021). Hasil dari adsorpsi menunjukkan juga bahwa terdapat volume mikropori pada struktur yaitu 0,0315472 cc/g dan volume mesopori yaitu 0,106215 cc/g , artinya pada struktur ini tidak hanya mengandung mesopori namun juga sedikit

mengandung mikropori. Diameter pori yang didapatkan yaitu 2,05 nm dimana merupakan pori terbanyak pada struktur ini yaitu mesopori.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa analisis struktur dengan XRD pada sintesis tanpa *template* menghasilkan struktur mordenite. Sedangkan penggunaan *template* TPAOH menghasilkan struktur mordenite dan ZSM-5. Begitu pula pada penggunaan *template* TPAOH dan CTAB menghasilkan struktur mordenite dan ZSM-5. Morfologi dengan SEM yang dihasilkan dari sintesis tanpa penambahan *template* adalah tidak seragam sedangkan penambahan *template* TPAOH menghasilkan morfologi yang tidak seragam juga namun morfologi hasil sintesis dari penambahan *template* TPAOH dan CTAB menghasilkan bentuk yang seragam. Sehingga pada penelitian penambahan *template* TPAOH tidak mengubah struktur maupun morfologi serta penambahan *template* CTAB tidak mengubah struktur namun mengubah morfologi. Analisis luas permukaan dan ukuran pori dengan adsorpsi nitrogen hanya dilakukan pada sampel dengan penambahan *template* TPAOH dan CTAB. Hasil dari analisisnya pori yang dihasilkan merupakan mesopori dengan ukuran pori 2,05 nm dan luas permukaan 113,293 m²/g.

5.2 Saran

Keberhasilan sintesis zeolit ZSM-5 tidak hanya bergantung pada rasio Si/Al saja juga bergantung pada rasio OH⁻/SiO₂. Perhitungan mengenai rasio OH⁻/SiO₂ harus lebih teliti lagi karena perbedaan rasio OH⁻/SiO₂ sedikit saja dapat mengubah produk zeolit ZSM-5 menjadi produk zeolit yang lain.

Diperlukan juga aplikasi zeolit untuk pengembangan penelitian selanjutnya serta penelitian lebih lanjut untuk komposisi hasil persen kemurnian maupun kristalinitas dari zeolit yang disintesis menggunakan aplikasi OriginLab.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Thabari, A. J. (2000). *Jamī' al-Bayān fī Tanwīl al-Qur'ān Jilid 1*.
- Amirthavalli, C., Thomas, J. M., Nagaraj, K., & Prince, A. A. M. (2017). Facile room temperature CTAB-assisted synthesis of mesoporous nano-cobalt ferrites for enhanced magnetic behaviour. *Materials Research Bulletin*, 100, 289–294. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2017.12.026>
- Atmadiputri, A. F. (2010). Studi optimasi Sintesis Katalis ZSM-5 menggunakan *Template* Organik Etilendiamin (EDA). In *Fakultas Teknik Universitas Indonesia*.
- Auerbach, S. M., Carrado, K. A., & Dutta, P. K. (2003). *Handbook of Zeolite Science and Technology*. Marcel Dekker Inc.
- Bokov, D., Jalil, A. T., Chupradit, S., Suksatan, W., Ansari, M. J., Shewael, I. H., Valiev, G. H., & Kianfar, E. (2021). Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. *Advances in Materials Science and Engineering*.
- Breck, D. . (1974). *Zeolite Molecular Sieves*. John Willey Interscience, New York.
- Brinker, C.J. dan Scherer, G.W., (1990), “Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing” *Academic Press*, San Diego.
- Byrappa, K., & Yoshimura, M. (2001). *Handbook of Hydrothermal Technology /A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. Elsevier.
- Ceotto, G., Souza, E. F. De, & Teschke, O. (2001). Ionic surfactant films imaged by atomic force microscopy. *Journal of Molecular Catalysis*, 167, 225–233.
- Chen, C.Y., Burkett, S. L., Li, H.X., and Davis, M.E., (1993), “Studies on mesoporous materials: II. Synthesis mechanism of MCM-41”, *Microporous Materials*, Vol. 2.
- Chester, A. W., & Derouane, E. G. (2009). *Zeolite Characterization and Catalysis*. Springer.
- Cundy, C. S., & Cox, P. A. (2005). The hydrothermal synthesis of zeolites: Precursors, intermediates and reaction mechanism. *Microporous and Mesoporous Materials*, 82(1–2), 1–78. <https://doi.org/10.1016/j.micromesopori.2005.02.016>
- Darajah, L. I., & Kusumastuti, E. (2018). Modifikasi Zeolit A dengan Surfaktan HDTMA dan Aplikasinya sebagai Adsorben Ion Nitrat. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 7(1), 94–101.
- Dey, K. P., Ghosh, S., & Naskar, M. K. (2013). Organic *template*-free synthesis of

- ZSM-5 zeolite particles using rice husk ash as silica source. *Ceramics International*, 39(2), 2153–2157.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.07.083>
- Egeblad, K., Christensen, C. H., Kustova, M., & Christensen, C. H. (2008). Templating mesoporous zeolites. *Chemistry of Materials*, 20(3), 946–960.
<https://doi.org/10.1021/cm702224p>
- Fouad, O. A., Mohamed, R. M., Hassan, M. S., & Ibrahim, I. A. (2006). Effect of *template* type and *template* / silica mole ratio on the crystallinity of synthesized nanosized ZSM-5. *Catalysis Today*, 116, 82–87.
<https://doi.org/10.1016/j.cattod.2006.03.004>
- Goncalves, M.L., Dimitrov, L.D., Jorda, M.H., Wallau, M., Urquieta-Gonzalez, E.A., (2008), "Synthesis of Mesoporous ZSM-5 by Crystallization of Aged Gels In The Presence of Cetyltrimethylammonium Cations", *Catalysis Today*, Vol. 133-135.
- Haber, J., Block, J.H., Delmon B., (1995), "Manual of Methods and Procedures for Catalyst Characterization", *Pure and Applied Chemistry*, Vol. 67.
- Hartanto, D., Yuan, L. S., Sari, S. M., Sugiarso, D., Murwani, I. K., Ersam, T., Prasetyoko, D., & Nur, H. (2016). Can kaolin function as source of alumina in the synthesis of ZSM-5 without an organic *template* using a seeding technique? *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 12(2), 85–90. <https://doi.org/10.11113/mjfas.v12n2.476>
- Hartati, H., Widati, A. A., Purwaningsih, A., Kristanti, A. N., & Rohmah, A. F. (2018). SUHU DAN WAKTU HIDROTERMAL PADA SINTESIS ZSM-5 DARI METAKAOLIN. *Jurnal Kimia Riset*, 3(1), 38–46.
- Haryani, N., Taslim, Irvan, Manurung, R., & Tambun, R. (2022). Synthesis, Characterization, and Application of ZNO/ZSM-5 as Catalyst in The Cracking Process of Palm Methyl Esters. *Journal of Applied Engineering Science*, 20(1), 63–70. <https://doi.org/10.5937/jaes0-31312>
- Howe, R. F., Mcgregor, J., Parker, S. F., Collier, P., Lennon, D., Mcgregor, J., Parker, S. F., & Collier, P. (2016). Application of Inelastic Neutron Scattering to the Methanol-to-Gasoline Reaction Over a ZSM-5 Catalyst. *Catalysis Letters*, 146(7), 1242–1248. <https://doi.org/10.1007/s10562-016-1742-5>
- Hui, T., Jun, W., Qi, R. E. N. X. U., & Demin, C. (2011). Disproportionation of Toluene by Modified ZSM-5 Zeolite Catalysts with High Shape-selectivity Prepared Using Chemical Liquid Deposition with Tetraethyl Orthosilicate *. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 19(2), 292–298.
[https://doi.org/10.1016/S1004-9541\(11\)60168-7](https://doi.org/10.1016/S1004-9541(11)60168-7)
- Iskandar, Suwardi, Mukti, R. R., & Priyadi. (2015). Adsorpsi Logam Berat Cu, Pb dan Cd Pada Zeolit Sintetik ZSM-5 yang Disintesis dengan Suhu Rendah. In

IPB Scientific Repository.

- Karimi, R., Bayati, B., Aghdam, N. C., Ejtemaee, M., & Babaluo, A. A. (2012). Studies of the effect of synthesis parameters on ZSM-5 nanocrystalline material during *template*-hydrothermal synthesis in the presence of chelating agent. *Powder Technology*, 229, 229–236.
<https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.06.037>
- Katsir, A. F. ismail bin U. (2010). *Tafsir Ibnu Katsir*. Bandung : Penerbit Sinar Baru Algensindo Bandung.
- Khalifah, S. N., & Prasetyoko, D. (2008). Sintesis dan Karakterisasi ZSM-5 Mesoporiporous dengan Variasi Rasio SiO₂/Al₂O₃. *Journal of Indonesia Zeolites*, 7(2), 96–101.
- Kirumakki, S. R., Nagaraju, N., & Narayanan, S. (2004). A comparative esterification of benzyl alcohol with acetic acid over zeolites H β , HY and HZSM5. *Applied Catalysis A: General*, 273(1–2), 1–9.
<https://doi.org/10.1016/j.apcata.2004.03.016>
- Król, M. (2020). Natural vs. Synthetic Zeolites. *Crystals*, 10(622), 1–8.
- Lee, J. D. (1991). *Concise Inorganic Chemistry*. Chapman and Hall : London.
- Mastai, Y. (2012). *Advance in Crystallization Processes*. Croatia : InTech Europe.
- McCusker, L. B., & Baerlocher, C. (2005). *Zeolites and Ordered Mesoporiporous Materials: Progress and Prospects /Zeolite Structure*. Elsevier.
- Mohiuddin, E., Isa, Y. M., Mdleleni, M. M., & Key, D. (2018). *Nanofluid Flow in Porous Media: Synthesis and Application of Porous Kaolin-Based ZSM-5 in the Petrochemical Industry*.
- Narayanan, S., Sultana, A., Krishna, K., Mériaudeau, P., & Naccache, C. (1995). Synthesis of ZSM-5 type zeolites with and without *template* and evaluation of physicochemical properties and aniline alkylation activity. *Catalysis Letters*, 34(1–2), 129–138. <https://doi.org/10.1007/BF00808329>
- Nurdin, A., Saputra, H., Arfiana, Yunilawati, R., & Finalis, E. (2018). Pembuatan dan Karakterisasi Katalis Zeolit ZSM-5 untuk Konversi Bioetanol menjadi Bioetilena. *Majalah Ilmiah Pengkajian Industri BPPT*, 12(2), 79–84.
- Nurlaela, A., Sriatun, S., & Pardoyo, P. (2011). Pengaruh Penambahan Surfaktan pada Sintesis Zeolit Y Menggunakan Tetraethyl Orthosilicate (TEOS) sebagai Sumber Silika. *Jurnal Kimia Sains Dan Aplikasi*, 14(2), 32–36.
<https://doi.org/10.14710/jksa.14.2.32-36>
- Øye, G., Sjöblom, J., & Stöcker, M. (1999). Synthesis and characterization of siliceous and aluminum-containing mesoporiporous materials from different

surfactant solutions. *Microporous and Mesoporous Materials*, 27(2–3), 171–180. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(98\)00251-0](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(98)00251-0)

Prasetyoko, D., Ayunanda, N., Fansuri, H., Hartanto, D., & Ramli, Z. (2012). Phase transformation of rice husk ash in the synthesis of ZSM-5 without organic template. *ITB Journal of Science*, 44 A(3), 250–262. <https://doi.org/10.5614/itbj.sci.2012.44.3.5>

Quraish, S. (1992). *Membumikan al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat*. Bandung : Mizan.

Rasouli, M., Atashi, H., Mohebbi-kalhari, D., & Yaghobi, N. (2017). Bifunctional Pt / Fe-ZSM-5 catalyst for xylene isomerization. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 78, 438–446. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2017.05.018>

Rifa'i an-Nasib, M. (2012). *Ringkasan Tafsir Ibnu Katsir Jilid 4*. Jakarta: Gema Insani.

Ríos, C. A., Williams, C. D., & Fullen, M. A. (2009). Applied Clay Science Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods. *Applied Clay Science*, 42(3–4), 446–454. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2008.05.006>

Rustam, Ediati, R., Septiyana, B., Muhammad, Y., Bahruji, H., Qoniah, I., Hartati, Nur, H., & Prasetyoko, D. (2017). Direct synthesis of ZSM-5 from kaolin and the influence of organic template. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 13(2), 137–142.

Sakka, S., Kozuka, H. (2005). *Handbook of sol-gel science and technology. 1. Sol-gel processing (Vol. 1)*. Springer Science & Business Media.

Saputro, O., Hartanto, D., & Prasetyoko, D. (2013). Sintesis ZSM - 5 secara Langsung dari Kaolin tanpa Templat Organik: Pengaruh Waktu Kristalisasi. *JURNAL SAINS DAN SENI POMITS*, 2(1), 1–5.

Setiawan, I., Estiaty, L. M., Fatimah, D., Indarto, S., Lintjewas, L., Alkausar, A., Handoko, A. D., Yuliyanti, A., & Jakah, J. (2020). Geologi Dan Petrokimia Endapan Zeolit Daerah Bayah Dan Sukabumi. *RISSET Geologi Dan Pertambangan*, 30(1), 39. <https://doi.org/10.14203/risetgeotam2020.v30.1048>

Storck, S., Bretinger, H., Maier, W.F., (1998), “Characterization of Micro- and Mesoporous Solids by Physisorption Methods and Pore Analysis”, *Applied catalysis A : General*, Vol. 174

Treacy, M. M. J., Higgins, J. B., Von Balloms, R., (2001), *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolite*, 4th edition, Amsterdam: Elsevier.

Van der Gaag, F. J. (1987). *ZSM-5 type zeolites: Synthesis and use in gasphase*

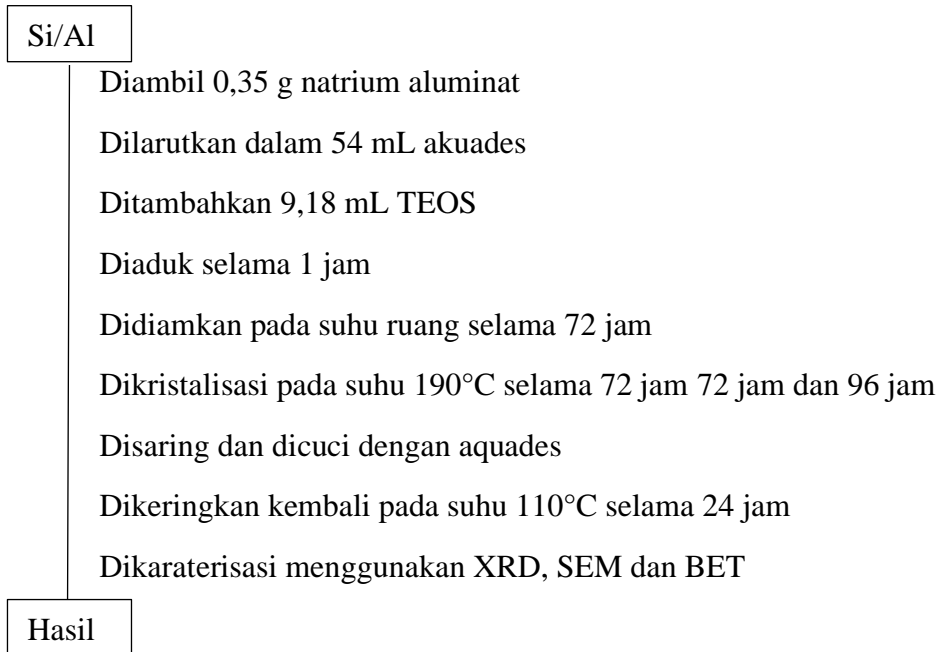
reactions with ammonia.

- Wang, X.S., Guo, X.W., Li, G., (2002), “Synthesis of Titanium Silicalite (TS-1) from the TPABr System and Its Catalytic Properties for Epoxidation of Propylene”, *Catalysis Today*, Vol. 74.
- Wang, D., Sun, H., Liu, W., Shen, Z., & Yang, W. (2019). Hierarchical ZSM-5 zeolite with radial mesopores: Preparation, formation mechanism and application for benzene alkylation. *Frontiers of Chemical Science and Engineering*, 14(2), 248–257.
- Wang, Y., Wu, Q., Meng, X., & Xiao, F. (2017). Insights into the Organotemplate-Free Synthesis of Zeolite Catalysts. *Engineering* 3, 3, 567–574.
- Warsito, S., Sriatun dan Taslimah, (2008), “Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium bromide (*n*-CTMABr) Pada Sintesis Zeolit-Y”, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Widayat, W., & Annisa, A. N. (2017). Synthesis and Characterization of ZSM-5 Catalyst at Different Temperatures. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 214(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/214/1/012032>
- Widayat, Widayat, & Annisa, A. N. (2017). The effect of adding CTAB template in ZSM-5 synthesis. *AIP Conference Proceedings*, 1904, 1–7. <https://doi.org/10.1063/1.5011918>
- Yuna, Z. (2016). Review of the natural, modified, and synthetic zeolites for heavy metals removal from wastewater. *Environmental Engineering Science*, 33(7), 443–454. <https://doi.org/10.1089/ees.2015.0166>
- Yunita, I., Sulistyarningsih, T., & Widiarti, N. (2019). Karakterisasi dan Uji Sifat Fisik Material Zeolit Modifikasi Magnetit sebagai Adsorben Ion Klorida dalam Larutan Berair. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 8(2), 87–92.
- Zhang, Y., Zhu, K., Duan, X., Li, P., Zhou, X., & Yuan, W. (2014). Synthesis of hierarchical ZSM-5 zeolite using CTAB interacting with carboxyl-ended organosilane as a. *The Royal Society of Chemistry*, 4, 14471–14474. <https://doi.org/10.1039/c3ra46646a>

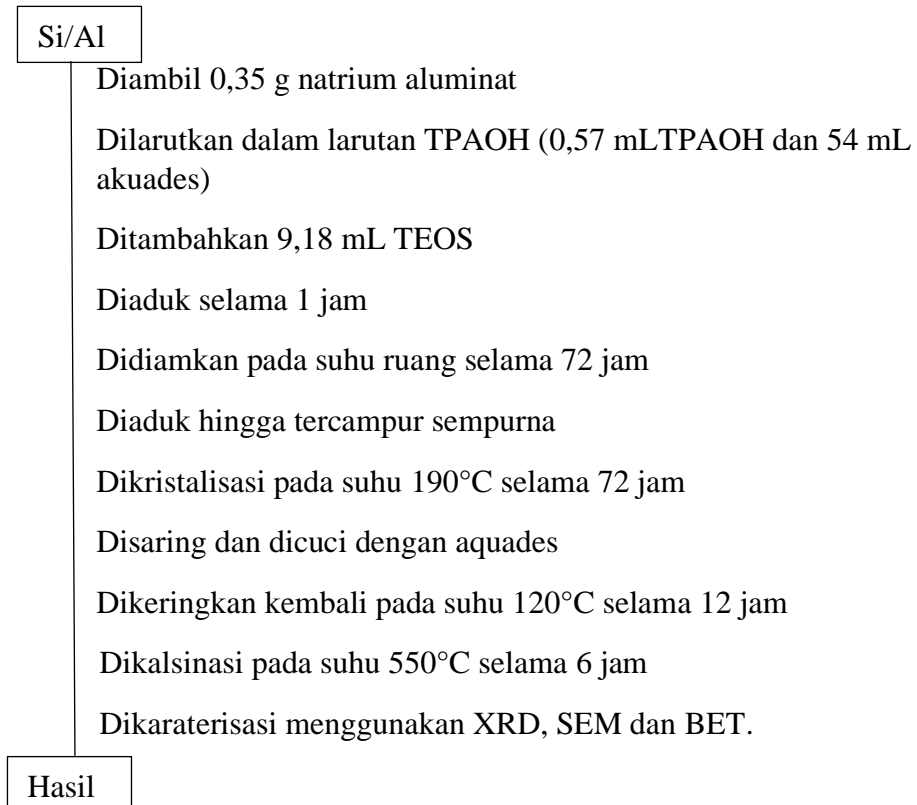
LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram Alir

a. Sintesis ZSM-5 Tanpa Menggunakan *Template*



b. Sintesis ZSM-5 Menggunakan *Template* Organik TPAOH



c. Sintesis ZSM-5 Menggunakan *Template* Organik TPAOH dan CTABr

Si/Al

Diambil 0,35 g natrium aluminat

Dilarutkan dalam larutan TPAOH (0,57 mL TPAOH dan 54 mL akuades)

Ditambahkan 9,18 mL TEOS

Diaduk selama 1 jam

Didiamkan pada suhu ruang selama 72 jam

Ditambahkan 1,52 g CTABr

Diaduk hingga tercampur sempurna

Dikristalisasi pada suhu 190°C selama 72 jam

Disaring dan dicuci dengan aquades

Dikeringkan kembali pada suhu 120°C selama 12 jam

Dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam

Dikarakterisasi menggunakan XRD, SEM dan BET.

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

1. Perhitungan Komposisi

1 SiO₂: 0,05 Al₂O₃: 0,2 TPAOH: 38 H₂O: 0,26 CTABr

Rasio Mol Si/Al = 20

Rasio Mol Si/CTAB = 3,85

a. Massa TEOS

Massa TEOS = 100 ml x 0,933 gr/ml = 93,3 g

% TEOS dalam air = 98% x 93,3 g = 91,4 g

% SiO₂ = $\frac{Ar\ Si}{Mr\ SiO_2} \times 100\% = \frac{60,08}{208,33} \times 100\% = 28,8\%$

Massa SiO₂ = 28,8% x 91,4 g = 26,3 g

Volume TEOS = $\frac{26,3\ gr}{0,933} = \mathbf{28,2\ ml}$

b. Massa NaAlO₂

Al₂O₃ + NaOH → NaAlO₂ + H₂O

mol Al₂O₃ = mol NaAlO₂

Massa NaAlO₂ = 0,05 mol x 82 = **4,1 g**

% NaAlO₂ dalam air = 82% x 4,1 g = 3,36 g

Massa H₂O dalam NaAlO₂ = 18% x 4,1 g = 0,74 g

c. Massa TPAOH

Massa TPAOH = 0,2 mol x 203,36 = **20,67 g**

% TPA⁺ dalam air = 20% x 20,67 g = 16,27 g

Massa H₂O dalam TPAOH = 60% x 20,67 g = 24,4 g

d. Massa CTABr

Massa CTABr = 0,26 mol x 364,45 = 94,76 g

% CTABr dalam air = 99% x 94,76 = **93,81 g**

e. Massa H₂O

Massa H₂O = 38 mol x 18 = 684 g

Massa H₂O yang perlu ditambahkan = 684 g – 24,4 g – 0,74 g = **658,86 g**

Karena keterbatasan bahan dan penyesuaian alat maka bahan yang digunakan pada penelitian ini dibagi dengan 10 sehingga diperoleh massa untuk masing-masing bahan sebagai berikut :

1. TEOS = 9,18 mL
2. NaAlO₂ = 0,35 g
3. TPAOH = 4,07 ml
4. CTABr = 9,38 g
5. H₂O = 54 mL

2. Perhitungan Luas Permukaan

$$St = \frac{Wm}{M} \times N \times ACs$$

$$Wm = \frac{1}{s + i}$$

$$\begin{aligned} - Wm &= \frac{1}{31,1868 + (-0,447752)} = \frac{1}{30,739020} = 0,0353 \\ - St &= \frac{0,0353}{28,0134} \times 6,0225 \times 10^{23} \times 16,2 \times 10^{20} = 113,29 \text{ m}^2/\text{g} \end{aligned}$$

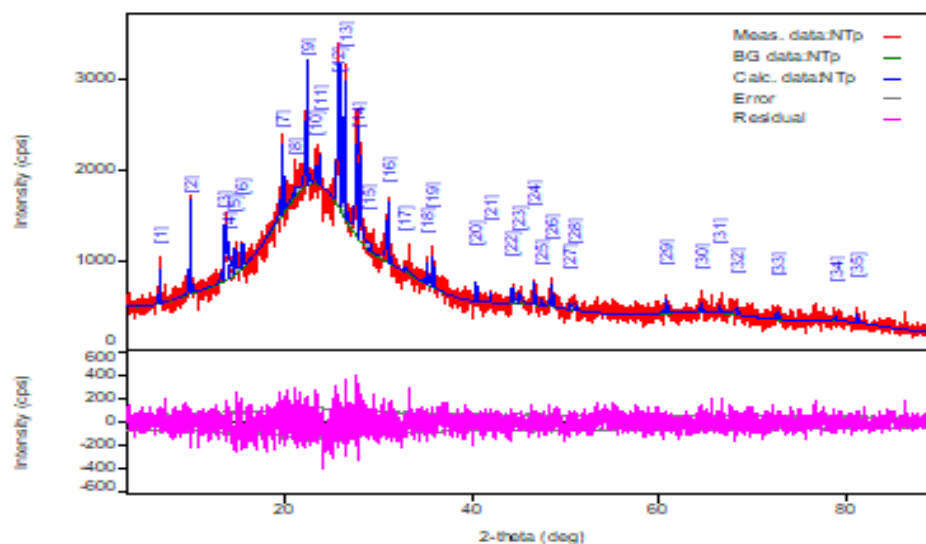
Lampiran 3. Data XRD

Peak List

General information

Analysis date	2023/06/12 17:13:36	Measurement date	2023/06/12 15:36:15
Sample name		Operator	
File name	NTP.ras		
Comment			

Measurement profile



Peak list

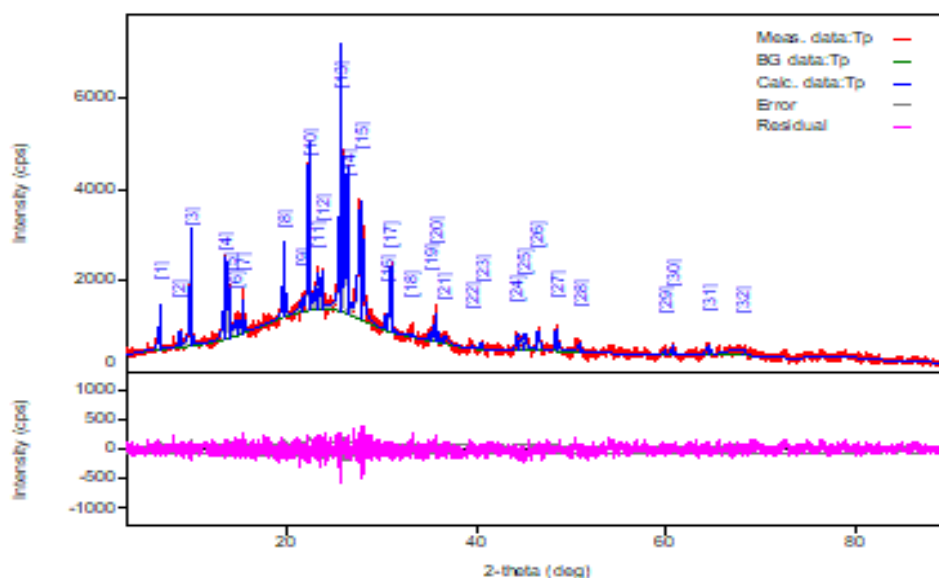
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. cps/deg	Int. W(deg)	Asym. factor
1	6.618(14)	13.34(3)	262(47)	0.129(19)	53(6)	0.20(6)	1.3(6)
2	9.823(13)	8.997(12)	729(78)	0.125(16)	137(8)	0.19(3)	0.7(4)
3	13.52(4)	6.545(17)	423(59)	0.36(5)	287(18)	0.68(14)	0.7(3)
4	13.933(19)	6.351(9)	163(37)	0.03(8)	11(7)	0.07(6)	0.7(3)
5	14.595(3)	6.064(18)	160(253)	0.197964	44.8657	0.279968	1.34089
6	15.438(6)	5.734(78)	173(802)	0.197964	48.659	0.279968	1.34089
7	19.702(8)	4.5024(18)	580(69)	0.13(2)	130(13)	0.22(5)	1.0(5)
8	21.1(2)	4.21(4)	59(22)	0.6(8)	56(31)	0.9(9)	1.0(5)
9	22.331(6)	3.9779(11)	1055(94)	0.15(2)	268(15)	0.25(4)	1.0(5)
10	23.34(3)	3.808(4)	138(34)	0.20(10)	33(14)	0.24(16)	5(15)
11	23.76(2)	3.742(3)	279(48)	0.07(3)	22(9)	0.08(5)	5(12)
12	25.774(5)	3.4539(7)	1109(96)	0.258(15)	326(14)	0.29(4)	5(2)
13	26.421(5)	3.3706(6)	1042(93)	0.215(14)	255(14)	0.24(4)	5(2)
14	27.818(8)	3.2045(9)	849(84)	0.47(2)	511(22)	0.60(9)	1.6(4)
15	28.39(4)	3.081(8)	94(21)	0.3(3)	19(19)	0.3(4)	1(7)
16	31.03(3)	2.879(3)	493(64)	0.19(6)	161(12)	0.33(7)	3(3)
17	32.8(2)	2.726(18)	51(21)	0.2(2)	19(12)	0.4(4)	0.5(7)
18	35.16(3)	2.550(2)	175(38)	0.14(6)	30(6)	0.17(7)	2(2)
19	35.76(5)	2.509(3)	247(45)	0.26(5)	80(11)	0.32(10)	2(2)
20	40.491(4)	2.2260(2)	216(42)	0.03(3)	9(3)	0.04(2)	4(106)
21	41.897(6)	2.1545(3)	127(33)	0.038(16)	5.1(18)	0.04(2)	4(6)
22	44.30(3)	2.0432(14)	127(33)	0.19(8)	36(8)	0.28(14)	2(2)
23	45.06(5)	2.010(2)	93(28)	0.20(7)	40(8)	0.4(2)	1.3(10)
24	46.630(8)	1.9462(3)	228(44)	0.10(3)	29(7)	0.13(5)	4(18)
25	47.430(16)	1.9153(6)	56(22)	0.06(7)	3(4)	0.06(10)	4(39)
26	48.503(15)	1.8754(5)	215(42)	0.14(5)	55(7)	0.25(8)	0.9(12)
27	50.49(8)	1.806(3)	57(22)	0.18(13)	11(7)	0.2(2)	3(5)
28	50.98(15)	1.790(5)	60(22)	0.4(2)	23(10)	0.4(3)	3(5)
29	60.854(17)	1.5210(4)	147(35)	0.14(5)	41(7)	0.28(12)	4(9)
30	64.51(11)	1.443(2)	72(25)	0.25(13)	19(9)	0.3(2)	2(4)
31	66.452(19)	1.4058(4)	81(26)	0.11(7)	9(6)	0.12(12)	5(15)
32	68.31(6)	1.3720(11)	62(23)	0.42(18)	46(12)	0.7(5)	2(5)
33	72.67(9)	1.3001(13)	78(25)	0.23(10)	19(7)	0.25(18)	1.1(17)
34	78.93(4)	1.2119(5)	48(20)	0.24(11)	12(4)	0.3(2)	5(17)
35	81.27(3)	1.1828(4)	112(31)	0.09(4)	11(5)	0.10(7)	4(7)

Peak List

General information

Analysis date 2023/04/03 15:15:39 Measurement date 2023/04/03 13:30:19
 Sample name Tp.ras Operator ADMINISTRATOR
 File name Tp.ras
 Comment

Measurement profile



Peak list

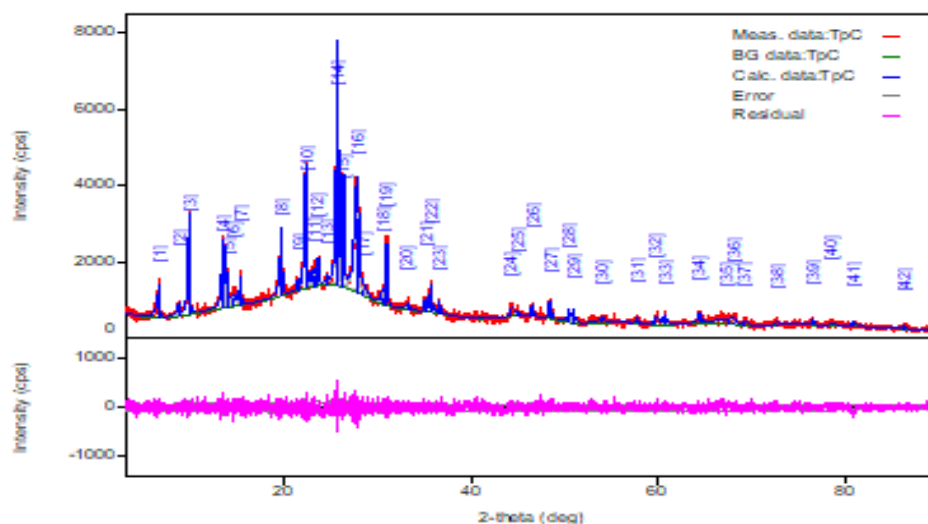
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. cps/deg	Int. W(deg)	Asym. factor
1	6.566(10)	13.45(2)	672(75)	0.150(13)	182(8)	0.27(4)	1.5(5)
2	8.652(11)	10.212(13)	231(44)	0.15(4)	61(7)	0.26(8)	0.6(5)
3	9.800(3)	9.018(2)	1813(123)	0.131(5)	433(8)	0.24(2)	1.13(9)
4	13.494(11)	6.556(5)	1124(97)	0.252(16)	440(25)	0.39(6)	1.7(3)
5	13.904(12)	6.364(5)	656(74)	0.24(3)	248(22)	0.38(8)	1.7(3)
6	14.63(2)	6.050(10)	213(42)	0.40(7)	134(15)	0.6(2)	1.7(3)
7	15.327(12)	5.776(4)	475(63)	0.24(2)	180(12)	0.38(7)	1.7(3)
8	19.645(16)	4.515(4)	1141(97)	0.203(15)	328(13)	0.29(4)	1.3(5)
9	21.53(2)	4.123(4)	163(37)	0.17(11)	47(11)	0.29(13)	3(9)
10	22.300(8)	3.9835(15)	2540(145)	0.225(7)	754(15)	0.30(2)	1.8(3)
11	23.218(14)	3.828(2)	500(65)	0.30(3)	196(12)	0.39(8)	1.8(3)
12	23.674(10)	3.7552(15)	540(67)	0.19(2)	138(10)	0.26(5)	1.8(3)
13	25.681(6)	3.4661(8)	4032(183)	0.209(6)	1141(18)	0.283(17)	1.9(3)
14	26.339(8)	3.3810(9)	2168(134)	0.244(9)	715(16)	0.33(3)	1.9(3)
15	27.763(18)	3.211(2)	1761(121)	0.522(17)	1273(27)	0.72(6)	1.24(19)
16	30.49(2)	2.9292(18)	245(45)	0.25(4)	72(9)	0.29(9)	4(2)
17	30.978(16)	2.8844(14)	993(91)	0.249(18)	290(10)	0.29(4)	4(2)
18	33.11(9)	2.703(7)	43(19)	0.5(3)	23(16)	0.5(6)	2(7)
19	35.08(3)	2.5558(19)	127(32)	0.22(11)	34(12)	0.27(16)	0.8(4)
20	35.645(10)	2.5167(7)	419(59)	0.28(3)	145(13)	0.35(8)	0.8(4)
21	36.61(4)	2.453(3)	130(33)	0.67(12)	105(15)	0.8(3)	0.8(4)
22	39.51(9)	2.279(5)	41(18)	0.3(3)	15(12)	0.4(5)	2(12)
23	40.49(4)	2.226(2)	136(34)	0.10(6)	23(6)	0.17(9)	2(5)
24	44.29(5)	2.043(2)	242(45)	0.57(7)	246(17)	1.0(3)	0.5(2)
25	45.0945	2.00888	187.094	0.319972	77.8899	0.416314	1.94208
26	46.460(8)	1.9530(3)	391(57)	0.13(3)	101(8)	0.26(6)	0.5(5)
27	48.42(5)	1.8782(17)	354(54)	0.28(4)	137(10)	0.39(9)	1.4(12)
28	50.86(4)	1.7938(14)	146(35)	0.35(14)	84(14)	0.6(2)	1.2(15)
29	59.92(3)	1.5424(7)	89(27)	0.36(9)	34(6)	0.39(19)	5(4)
30	60.779(16)	1.5227(4)	161(37)	0.30(5)	52(9)	0.32(13)	5(4)
31	64.46(10)	1.444(2)	138(34)	0.46(7)	68(12)	0.5(2)	1.5(14)
32	68.10(6)	1.3758(11)	84(26)	2.10(18)	188(15)	2.2(9)	5(4)

Peak List

General information

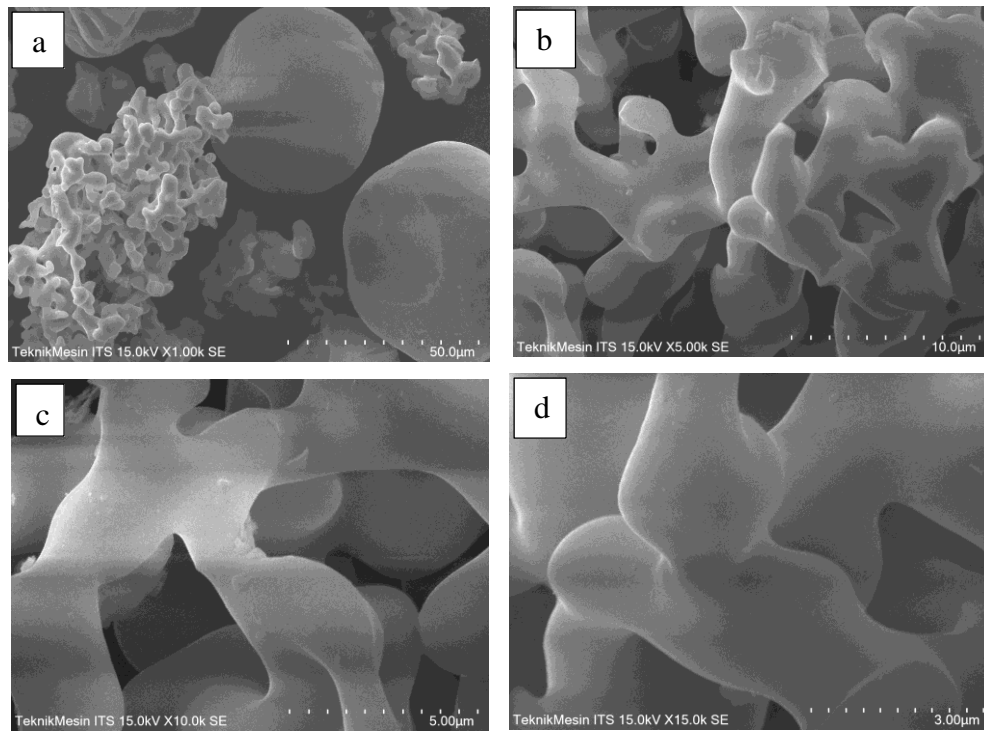
Analysis date	2023/05/12 17:16:39	Measurement date	2023/05/12 15:56:38
Sample name		Operator	ADMINISTRATOR
File name	TpC.ras		
Comment			

Measurement profile

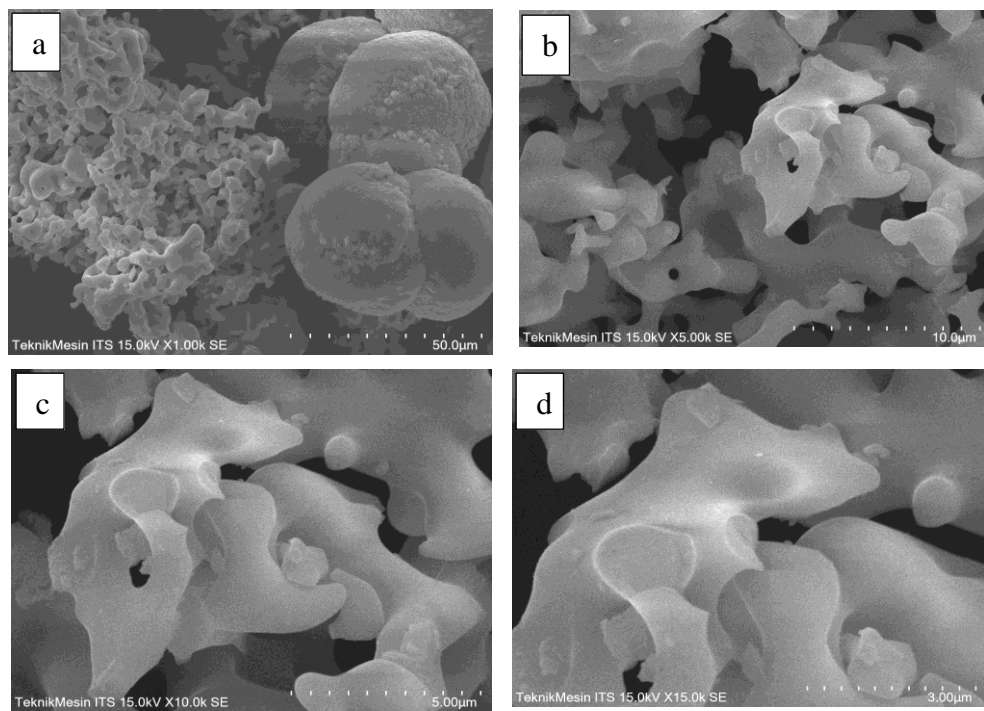


Peak list

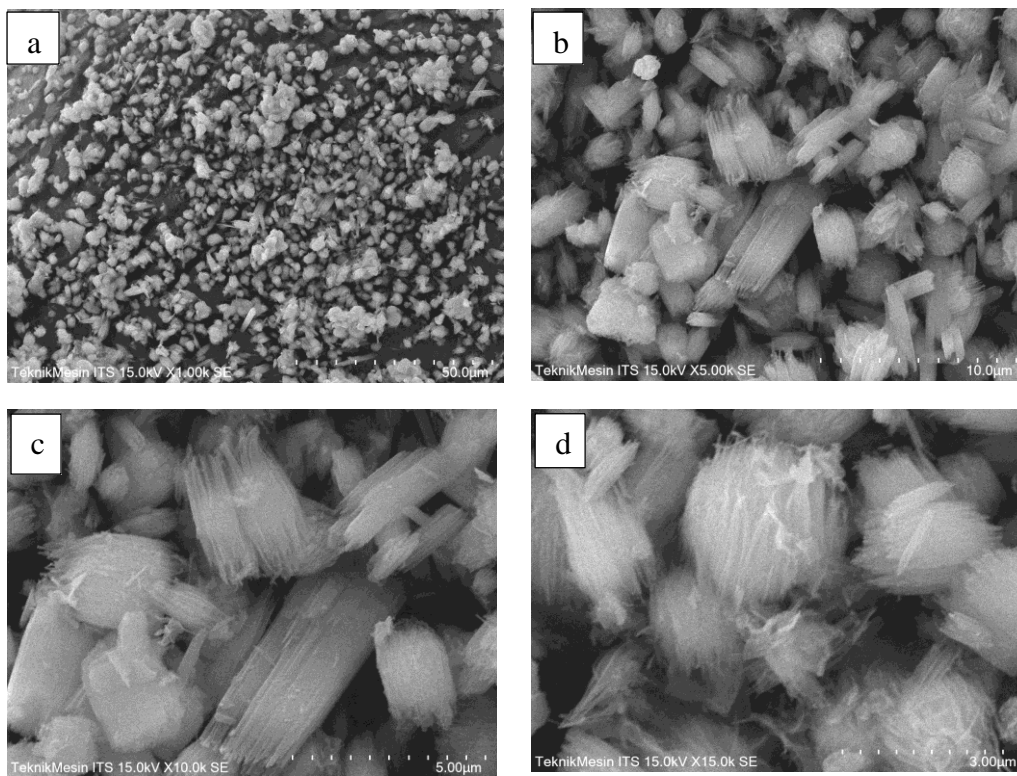
No.	2-theta(deg)	d(ang.)	Height(cps)	FWHM(deg)	Int. cps(deg)	Int. W(deg)	Asym. factor
1	6.562(17)	13.46(3)	581(70)	0.24(3)	267(11)	0.46(7)	2.9(14)
2	8.693(8)	10.163(10)	213(42)	0.15(5)	61(7)	0.29(9)	4(5)
3	9.810(9)	9.009(8)	1790(122)	0.205(10)	566(11)	0.32(3)	2.9(8)
4	13.493(12)	6.557(6)	1092(95)	0.332(14)	479(35)	0.44(7)	2.9(7)
5	13.902(14)	6.365(6)	524(66)	0.31(5)	213(29)	0.41(11)	2.9(7)
6	14.62(4)	6.055(14)	203(41)	0.64(12)	173(23)	0.9(3)	2.9(7)
7	15.332(11)	5.775(4)	513(65)	0.24(2)	163(10)	0.32(6)	2.9(7)
8	19.677(8)	4.5081(18)	1209(100)	0.257(15)	473(14)	0.39(4)	3.1(5)
9	21.485(17)	4.133(3)	172(38)	0.14(5)	32(8)	0.19(9)	3.4(4)
10	22.298(5)	3.9837(8)	2196(135)	0.260(9)	776(16)	0.35(3)	3.4(4)
11	23.112(19)	3.845(3)	286(49)	0.39(8)	137(19)	0.48(15)	0.6(4)
12	23.613(9)	3.7648(15)	486(64)	0.18(3)	106(18)	0.22(7)	0.6(4)
13	24.592(12)	3.6170(17)	168(37)	0.04(6)	8(7)	0.05(5)	2(11)
14	25.674(6)	3.4670(8)	4359(191)	0.240(6)	1425(20)	0.327(19)	2.3(3)
15	26.317(7)	3.3838(9)	1956(128)	0.280(11)	745(18)	0.38(3)	2.3(3)
16	27.786(14)	3.2081(16)	1969(128)	0.531(13)	1354(27)	0.69(6)	1.9(2)
17	28.45(5)	3.135(6)	153(36)	1.14(15)	237(26)	1.6(5)	2.3(3)
18	30.48(2)	2.930(2)	164(37)	0.24(7)	55(11)	0.33(14)	2.3(3)
19	30.947(7)	2.8872(6)	1147(98)	0.254(13)	397(13)	0.35(4)	2.3(3)
20	33.15(4)	2.700(3)	127(33)	0.33(11)	66(12)	0.5(2)	0.9(10)
21	35.08(2)	2.5563(16)	247(45)	0.15(5)	50(9)	0.20(7)	1.5(8)
22	35.66(4)	2.516(2)	506(65)	0.26(3)	185(12)	0.37(7)	1.5(8)
23	36.55(3)	2.456(2)	218(43)	0.21(5)	62(9)	0.29(10)	1.5(8)
24	44.28(10)	2.044(4)	159(36)	0.51(10)	87(21)	0.5(3)	0.5(5)
25	44.91(6)	2.017(2)	78(25)	0.24(16)	20(11)	0.3(2)	0.5(5)
26	46.54(6)	1.950(2)	243(45)	0.22(5)	57(11)	0.24(9)	1.6(17)
27	48.429(18)	1.8781(7)	338(53)	0.29(3)	131(10)	0.39(9)	2.2(7)
28	50.40(2)	1.8090(7)	257(46)	0.21(6)	100(21)	0.39(15)	1.2(7)
29	50.90(2)	1.7924(7)	254(46)	0.20(6)	93(21)	0.37(15)	1.2(7)
30	54.05(4)	1.6952(11)	104(29)	0.62(11)	131(14)	1.3(5)	3(4)
31	57.68(4)	1.5969(10)	163(37)	0.11(5)	27(6)	0.17(7)	0.9(14)
32	59.77(8)	1.5459(19)	140(34)	0.64(9)	111(12)	0.8(3)	0.8(5)
33	60.66(4)	1.5254(10)	180(39)	0.33(6)	73(9)	0.40(14)	0.8(5)
34	64.424(18)	1.4451(4)	208(42)	0.26(5)	78(9)	0.37(12)	0.5(4)
35	67.4(2)	1.388(4)	85(27)	2.40(19)	216(24)	2.6(11)	1.3(5)
36	68.15(5)	1.3749(9)	95(28)	0.28(17)	41(10)	0.4(2)	1.1(19)
37	69.25(3)	1.3556(5)	106(30)	0.28(9)	32(9)	0.30(17)	0.5(6)
38	72.71(5)	1.2994(8)	51(21)	0.35(16)	19(9)	0.4(3)	3(6)
39	76.56(2)	1.2434(3)	132(33)	0.17(6)	32(7)	0.24(11)	0.6(8)
40	78.55(11)	1.2168(14)	57(22)	0.3(2)	33(9)	0.6(4)	0.5(9)
41	80.8643	1.18773	114.622	0.320729	40.8249	0.356171	0.85668
42	86.31(2)	1.1262(2)	76(25)	0.27(8)	22(6)	0.29(18)	5(10)

Lampiran 4. Data SEM

Gambar 2 Morfologi SEM ZSM-5 tanpa *template* dengan perbesaran (a) 1000x (b) 5000x (c) 10000x (d) 15000x



Gambar 1 Morfologi SEM ZSM-5 dengan *template* TPAOH dengan perbesaran (a) 1000x (b) 5000x (c) 10000x (d) 15000x



Gambar 3 Morfologi SEM ZSM-5 dengan *template* TPAOH dan CTAB dengan perbesaran (a) 1000x (b) 5000x (c) 10000x (d) 15000x

Lampiran 5. Data Adsorpsi Nitrogen

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU



Quantachrome TouchWin v1.22

Report date: Tue Jul 4 2023 Operator: Yusuf
Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample ID	0757_2	Weight	0.0744g		
Description	TpC				
Analysis Data ID	(2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d)				
Operator	Yusuf	Date	2023.07.03		
Instrument	St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]		Duration	134.4min	
Comments	description of sample		Firmware	1.07	
Ambient Temp.	22.32-c	Void Volume Mode	NOVA mode	Cell ID	42
Cell Type	9mm with rod	Thermal Delay	300 μ sec	Po Mode	Continuous
Adsorbate Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.013g/mol	Cross Section Area	16.2A ² /mol
Non-ideality	6.580000e-05 1/bar	Bath Temperature	77.35K		
Degas Information Time	3.0hours	Temp	300.000000-c		

Data Reduction Parameters

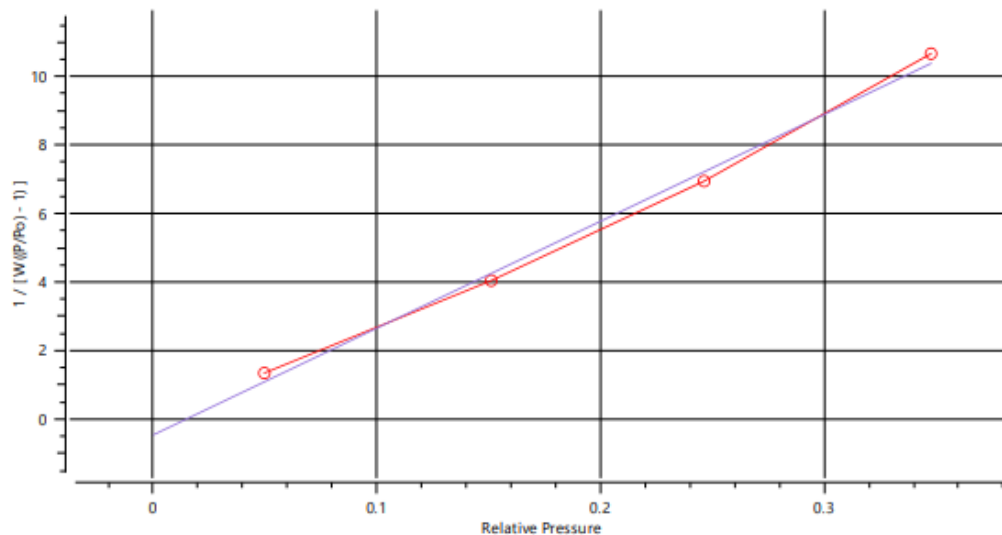
Thermal Transpiration	yes	Eff. Molec. Diameter	0A
Eff. Cell Diameter	0mm		
Adsorbate Model Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.0134g
Bath Temperature	77.35K	Cross Section Area	16.2A ² /molec

BET Multi-point BET results

Isotherm Branch	Adsorption
Slope	31.1868
Intercept	-0.447752
Correlation coeff., r	0.997139
C constant	-68.652
Surface area	113.293 m ² /g

Graph - BET Multi-point BET

+ BET (all) ○ BET - BF



UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU



Quantachrome TouchWin v1.22

Report date: Tue Jul 4 2023
Filename: 07570623_2.qcu PhysIso
Operator: Yusuf

Analysis Information

Sample ID 0757_2
Description TpC
Weight 0.0744g

Analysis Data ID (2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d)
Operator Yusuf
Instrument St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]
Comments description of sample
Date 2023.07.03
Duration 134.4min
Firmware 1.07

Ambient Temp. 22.32°C
Cell Type 9mm with rod
Void Volume Mode NOVA mode
Thermal Delay 300µsec
Cell ID 42
Po Mode Continuous

Adsorbate Name Nitrogen
Non-ideality 6.580000e-05 1/loop
Molecular Weight 28.013g/mol
Bath Temperature 77.35K
Cross Section Area 16.2A²/mol

Degas Information Time 3.0hours
Temp 300.000000°C

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration yes
Eff. Cell Diameter 0mm
Eff. Molec. Diameter 0Å

Adsorbate Model Name Nitrogen
Bath Temperature 77.35K
Molecular Weight 28.0134g
Cross Section Area 16.2A²/mol

BET Multi-point BET results

Isotherm Branch Adsorption
Slope 31.1868
Intercept -0.447752
Correlation coeff., r 0.997139
C constant -68.652
Surface area 113.293 m²/g

Table - BET Multi-point BET

Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	1 / [W((P/Po) - 1)]
0.049994	30.8589	1.3645
0.151179	35.3682	4.0291
0.246579	37.6288	6.9590
0.347485	39.9806	10.6573

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU



Quantachrome TouchWin v1.22

Report date: Tue Jul 4 2023 Operator: Yusuf
Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample
ID 0757_2 Weight 0.0744g
Description TpC

Analysis
Data ID [2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d]
Operator Yusuf Date 2023.07.03 Duration 134.4 min
Instrument St 2 on NOVA touch 4LX [s/m:170170510001] Firmware 1.07
Comments description of sample
Ambient Temp. 22.32 °C Void Volume Mode NOVA mode Cell ID 42
Cell Type 9mm with rod Thermal Delay 300 sec Po Mode Continuous

Adsorbate
Name Nitrogen Molecular Weight 28.013 g/mol Cross Section Area 16.2 Å²/molec
Non-ideality 6.580000e-05 1/loop Bath Temperature 77.35 K

Degas information
Time 3.0 hours Temp 300.000000 °C

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration yes Eff. Molec. Diameter 0 Å
Eff. Cell Diameter 0 mm
Thickness Method deBoer
P-tags below 0.35 included Moving Pt. Average off

Adsorbate Model
Name Nitrogen Molecular Weight 28.0134g Cross Section Area 16.2 Å²/molec
Bath Temperature 77.35 K

BJH Pore Size Distribution Adsorption results

Surface Area 41.8997 m²/g
Pore Volume 0.127853 cc/g
Pore radius Dv(r) 2.04129 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Adsorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
2.04129	1.008287e-02	9.878896e+00	2.030518e-02	1.989441e+01	9.496701e-02	9.304585e+01
2.63287	1.552257e-02	1.401105e+01	7.922907e-03	6.018463e+00	4.775841e-02	3.627863e+01
3.62351	3.147315e-02	2.281499e+01	1.231985e-02	6.799953e+00	1.016869e-01	5.612617e+01
5.63968	5.251970e-02	3.027872e+01	7.687846e-03	2.726340e+00	9.784106e-02	3.469736e+01
12.9650	1.278527e-01	4.189968e+01	6.323567e-03	9.754804e-01	1.746522e-01	2.694203e+01

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU



Quantachrome TouchWin v1.22

Report date: Tue Jul 4 2023 **Operator:** Yusuf
Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample ID 0757_2 **Weight** 0.0744g
Description TpC
Analysis Data ID {2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d}
Operator Yusuf **Date** 2023.07.03 **Duration** 134.4min
Instrument St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001] **Firmware** 1.07
Comments description of sample
Ambient Temp. 22.32°C **Void Volume Mode** NOVA mode **Cell ID** 42
Cell Type 9mm with rod **Thermal Delay** 300sec **Po Mode** Continuous
Adsorbate Name Nitrogen **Molecular Weight** 28.013g/mol **Cross Section Area** 16.2Å²/mol
Non-ideality 6.580000e-05 1/100 **Bath Temperature** 77.35K
Degas information Time 3.0hours **Temp** 300.000000°C

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration yes **Eff. Molec. Diameter** 0Å
Eff. Cell Diameter 0mm
Thickness Method deBoer
P-tags below 0.35 included **Moving Pt. Average** off
Adsorbate Model Name Nitrogen **Molecular Weight** 28.0134g **Cross Section Area** 16.2Å²/mol
Bath Temperature 77.35K

BJH Pore Size Distribution Desorption results

Surface Area 54.3833 m²/g
Pore Volume 0.106215 cc/g
Pore radius Dv(r) 2.05958 nm

Table - BJH Pore Size Distribution Desorption

radius nm	Pore Volume cc/g	Pore Surf. Area m ² /g	dV(r) cc/nm/g	dS(r) m ² /nm/g	dV(log r) cc/g	dS(log r) m ² /g
2.05958	2.713975e-02	2.635468e+01	5.734751e-02	5.568862e+01	2.707612e-01	2.629289e+02
2.66211	3.797567e-02	3.449552e+01	1.480680e-02	1.112410e+01	9.018737e-02	6.775624e+01
3.65108	5.136703e-02	4.183108e+01	1.074646e-02	5.886728e+00	8.946081e-02	4.900510e+01
5.72253	7.248838e-02	4.921290e+01	7.291324e-03	2.548287e+00	9.398712e-02	3.284810e+01
13.0462	1.062154e-01	5.438328e+01	2.870224e-03	4.400079e-01	8.003894e-02	1.227004e+01

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU

Quantachrome TouchWin v1.22

Report date: Tue Jul 4 2023 Operator: Yusuf
 Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample ID	0757_2	Weight	0.0744g
Description	TpC		
Analysis Data ID	(2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d)		
Operator	Yusuf	Date	2023.07.03
Instrument	SI 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]		
Comments	description of sample		
Ambient Temp.	22.32 °C	Void Volume Mode	NOVA mode
Cell Type	9mm with rod	Thermal Delay	300 sec
Adsorbate Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.013 g/mol
Non-ideality	6.580000e-05 1/mol	Bath Temperature	77.35 K
Degas Information Time	3.0 hours	Temp	300.000000 °C

Duration 134.4 min
Firmware 1.07

Cell ID 42
Po Mode Continuous

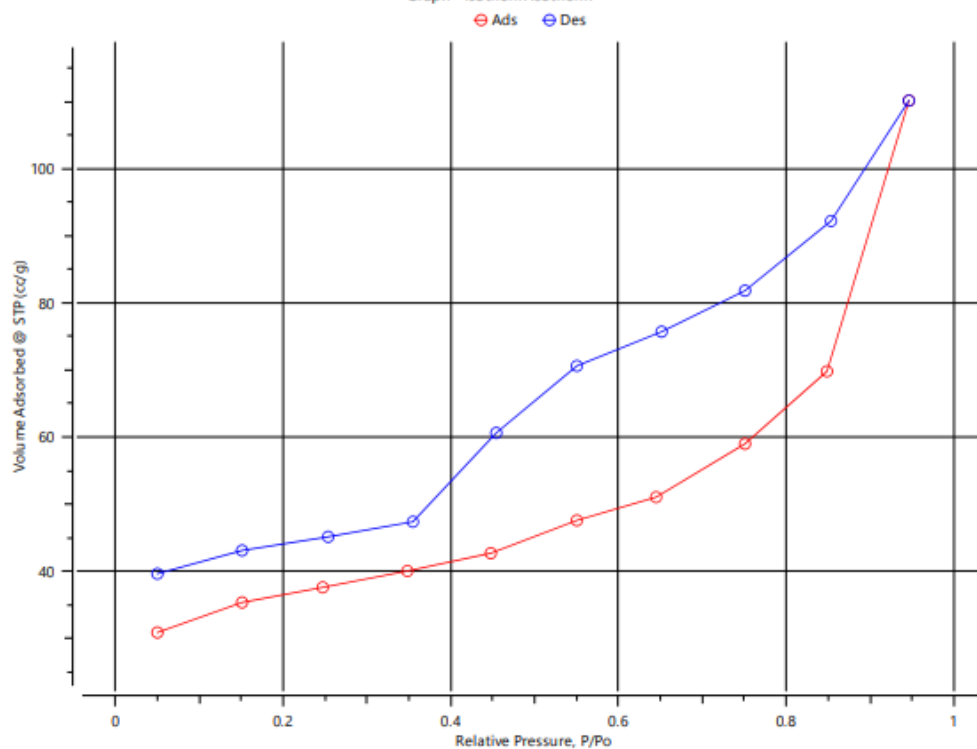
Cross Section Area 16.2 A²/mol

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration yes
Eff. Cell Diameter 0 mm

Eff. Molec. Diameter 0 Å

Graph - Isotherm Isotherm



UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14,5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU

Quantachrome TouchWin v1.22



Report date: Tue Jul 4 2023 Operator: Yusuf
Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample	ID 0757_2	Weight 0.0744g		
Description	TpC			
Analysis	Data ID {2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d}	Date 2023.07.03	Duration 134.4min	
Operator	Yusuf		Firmware 1.07	
Instrument	St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]			
Comments	description of sample			
Ambient Temp.	22.32°C	Void Volume Mode NOVA mode	Cell ID 42	
Cell Type	9mm with rod	Thermal Delay 300 sec	Po Mode Continuous	
Adsorbate	Name Nitrogen	Molecular Weight 28.013g/mol	Cross Section Area 16.2Å ² /mol	
Non-ideality	6.580000e-05 1/bar	Bath Temperature 77.35K		
Degas information	Time 3.0 hours	Temp 300.000000°C		

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration	yes	Eff. Molec. Diameter	0Å
Eff. Cell Diameter	0mm		

Table - Isotherm Isotherm

Relative Pressure, P/Po	Volume Adsorbed @STP cc/g
0.049994	30.8589
0.151179	35.3682
0.246579	37.6288
0.347485	39.9806
0.447294	42.7008
0.549879	47.4783
0.645587	50.9660
0.750444	58.9017
0.849249	69.8160
0.946411	110.131
0.852777	92.0901
0.750634	81.8832
0.651313	75.5892
0.551020	70.5889
0.454572	60.6720
0.354628	47.3109
0.254233	45.1047
0.151603	42.9996
0.0503575	39.6222

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU



Quantachrome TouchWin v1.22

Report date: Tue Jul 4 2023
 Filename: 07570623_2.qcu PhysIso Operator: Yusuf

Analysis Information

Sample	ID 0757_2	Weight 0.0744g	
Description	TpC		
Analysis	Data ID {2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d}	Date 2023.07.03	Duration 134.4min
Operator	Yusuf		Firmware 1.07
Instrument	St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]		
Comments	description of sample		
Ambient Temp.	22.32°C	Void Volume Mode NOVA mode	Cell ID 42
Cell Type	9mm with rod	Thermal Delay 300µs	Po Mode Continuous
Adsorbate	Name Nitrogen	Molecular Weight 28.013 g/mol	Cross Section Area 16.2Å ² /mol
Non-ideality	6.580000e-05 1/bar	Bath Temperature 77.35K	
Degas information	Time 3.0hours	Temp 300.000000°C	

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration	no		
Temp. Comp	no		
Thickness Method	deBoer		
P-tags below 0.35	ignored		Moving Pt. Average off
Adsorbate Model	Name Nitrogen	Molecular Weight 28.0134g	Cross Section Area 16.2Å ² /molec
Bath Temperature	77.35K		

Area-Volume Summary results

Surface Area ResultsMultipoint BET 113.293 m²/gBJH adsorption 41.8997 m²/gBJH desorption 54.3833 m²/gPore Volume Results

BJH adsorption cumulative micropore volume 0.127853 cc/g

BJH desorption cumulative micropore volume 0.106215 cc/g

Total Pore Volume 0.170775 cc/g

Pore Size Results

BJH adsorption pore radius 2.04129 nm

BJH desorption pore radius 2.05958 nm

Average Pore Size 3.01474 nm

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU
Quantachrome TouchWin v1.22



Report date: Tue Jul 4 2023 Operator: Yusuf
Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample ID	0757_2	Weight	0.0744g
Description	TpC		
Analysis Date ID	(2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d)	Date	2023.07.03
Operator	Yusuf	Duration	134.4min
Instrument	St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]	Firmware	1.07
Comments	description of sample		
Ambient Temp.	22.32°C	Void Volume Mode	NOVA mode
Cell Type	9mm with rod	Thermal Delay	300sec
Adsorbate Name	Nitrogen	Molecular Weight	28.013g/mol
Non-ideality	6.580000e-05 1/bar	Bath Temperature	77.35K
Desorption Time	3.0hours	Temp	300.000000°C
		Cross Section Area	16.2A ² /mol

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration	yes	Eff. Molec. Diameter	0A
Eff. Cell Diameter	0mm		
Thickness Method	deBoer		

t plot results

Isotherm Branch	Adsorption
Slope	36.9667 cc/mm ³ /g
Intercept	20.3445 cc/g
Correlation coefficient, r	0.999825
Micropore volume	0.0315472 cc/g
Micropore area	55.970m ² /g
External surface area	57.323m ² /g

Table - t plot

Relative Pressure	Volume Adsorbed @STP cc/g	Statistical Thickness nm
0.246579	37.6288	0.4668
0.347485	39.9806	0.5327
0.447294	42.7008	0.6041

UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA

Jl. Kaliurang Km 14.5, Sleman Yogyakarta
LABORATORIUM TERPADU

Quantachrome TouchWin v1.22



Report date: Tue Jul 4 2023 Operator: Yusuf
Filename: 07570623_2.qcuPhysIso

Analysis Information

Sample	ID 0757_2	Weight 0.0744g	
Description	TpC		
Analysis	Data ID (2f44b0cb-60f9-423f-ab1e-3e35d69d487d)	Date 2023.07.03	Duration 134.4min
Operator	Yusuf		Firmware 1.07
Instrument	St 2 on NOVA touch 4LX [s/n:170170510001]		
Comments	description of sample		
Ambient Temp.	22.32°C	Void Volume Mode NOVA mode	Cell ID 42
Cell Type	9mm with rod	Thermal Delay 300sec	Po Mode Continuous
Adsorbate	Name Nitrogen	Molecular Weight 28.013g/mol	Cross Section Area 16.2A ² /mol
Non-ideality	6.580000e-05 1/bar	Bath Temperature 77.35K	
Degas information	Time 3.0hour	Temp 300.000000°C	

Data Reduction Parameters

Thermal Transpiration	yes	Eff. Molec. Diameter	0A
Eff. Cell Diameter	0mm		
Temp. Comp	no		
Thickness Method	deBoer		
Adsorbate Model	Name Nitrogen	Molecular Weight 28.0134g	Cross Section Area 16.2A ² /mol
	Bath Temperature 77.35K		

Total Pore Volume results

Total Pore Volume	1.7077e-01 cc/g
for pores smaller than	18.92nm (radius)
at relative pressure	0.94641