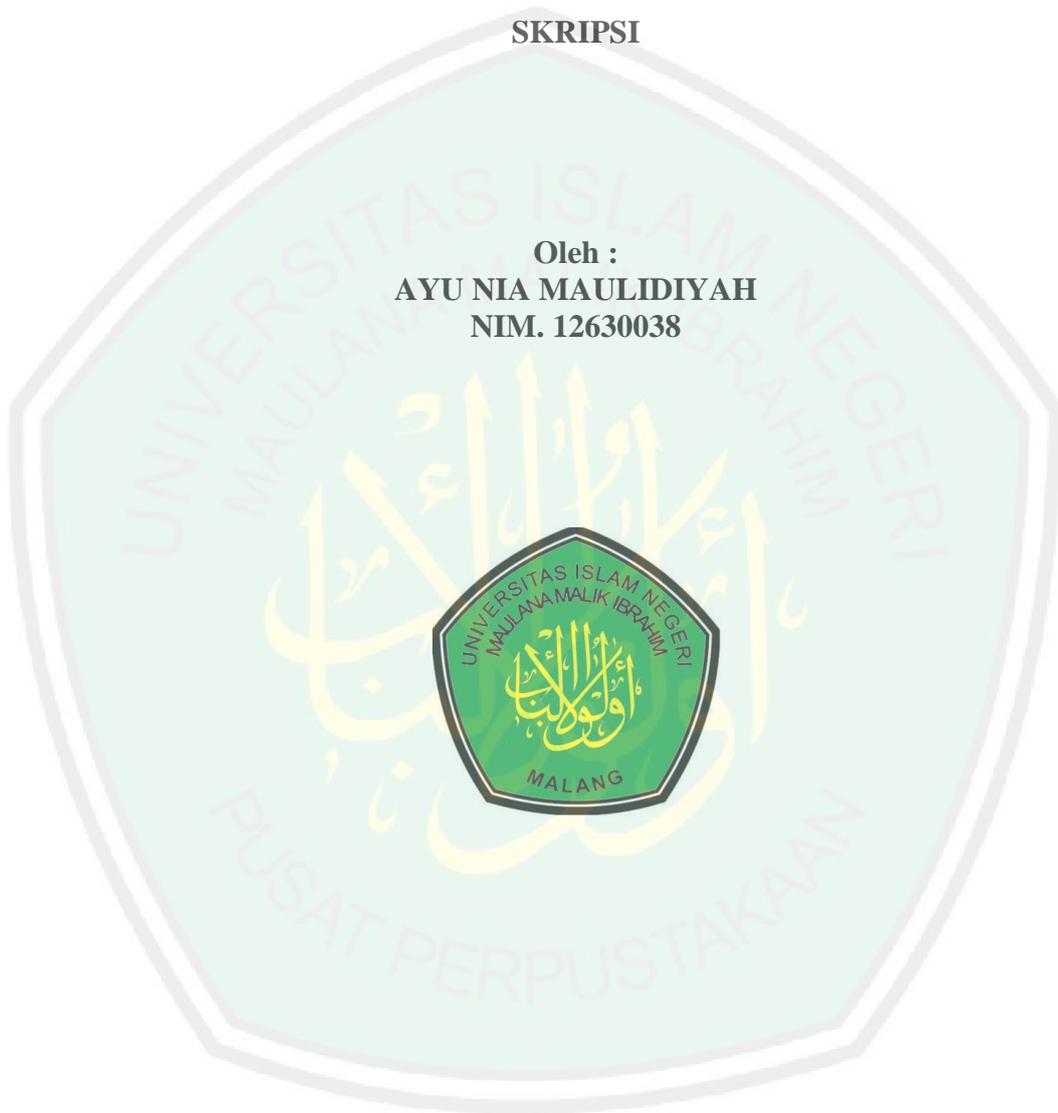


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL**

SKRIPSI

**Oleh :
AYU NIA MAULIDIYAH
NIM. 12630038**



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL**

SKRIPSI

Oleh :
AYU NIA MAULIDIYAH
NIM. 12630038

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

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017

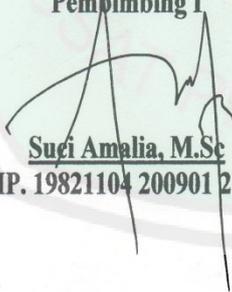
**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL**

SKRIPSI

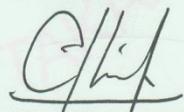
Oleh :
AYU NIA MAULIDIYAH
NIM. 12630038

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 24 Januari 2017

Pembimbing I


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

Pembimbing II


Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225201608011069

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y DARI ABU SEKAM
PADI DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL**

SKRIPSI

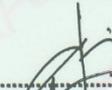
Oleh :
AYU NIA MAULIDIYAH
NIM. 12630038

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 24 Januari 2017

Penguji Utama : Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 1977020200312 2 001

()

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIPT. 20130902 2 317

()

Sekretaris Penguji : Suci Amalia, M.Sc
NIP. 19821104 200901 2 007

()

Anggota Penguji : Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225201608011069

()

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Ayu Nia Maulidiyah
NIM : 12630038
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi dengan Variasi Suhu Hidrotermal

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

Malang, 27 Januari 2017
Yang membuat pernyataan,




Ayu Nia Maulidiyah
NIM. 12630038

MOTTO



TIDAK ADA HAL YANG SIA-SIA DALAM BELAJAR
KARENA ILMU AKAN BERMANFAAT PADA
WAKTUNYA 😊😊😊

PERCAYALAH, ALLAH TIDAK PERNAH SALAH
MEMBERI REZEKI 😊😊😊

PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, bersama syukur atas segala Rahmat dan KaruniaNya,, serta shalawat kepada RasulNya...

Karya kecil ini kuperuntukkan kepada :
|buku,|buku, |buku, Ayahku... Terimakasih untuk setiap doa yang tiada henti...



Kakak dan adikku, terimakasih untuk dukungan dan nasihatnya...



Terimakasih juga kepada :
Seseorang terkasih



Terimakasihku kepada pahlawan tanpa tanda jasa حَفِظَهُمُ اللَّهُ وَنَفَعَنَا
بِعُلُومِهِمْ atas ilmu serta bimbingannya..

Terimakasih juga kepada semua pihak yang telah mebantu dalam penyelesaian tugas akhir ini, semua amal baik kembali pada kalian semua....



KATA PENGANTAR

الرَّحِيمِ الرَّحْمَنِ اللَّهُ بِسْمِ

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT Y DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI SUHU HIDROTERMAL”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad Saw. sosok teladan personal dalam membangun “role model” budaya pemikiran dan peradaban akademik. Untuk itu, iringan doa dan ucapan terima kasih yang sebesar-besanya penulis sampaikan kepada:

1. Ibu, Ibu, Ibu dan Ayah tercinta yang senantiasa memberikan doa kepada penulis dalam menuntut ilmu dan membangun nilai kejujuran.
2. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Suci Amalia, M.Sc, Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan, yang telah

meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.

6. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.
7. Kepada keluarga besar Kimia 2012 yang telah memberikan semangat untuk menyelesaikan skripsi.
8. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materiil.

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

Malang, Desember 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB IPENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	8
1.3 Tujuan	8
1.4 Batasan Masalah	8
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Abu Sekam Padi	9
2.2 Zeolit	13
2.3 Zeolit Y	14
2.4 Metode Sintesis Zeolit Y	17
2.4.1 Sol-Gel	17
2.4.2 Hidrotermal	19
2.5 Nanopartikel	20
2.6 Karakterisasi Nanozeolit Y	24
2.6.1 <i>X-Ray Fluorescence</i> (XRF)	24
2.6.2 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	26
2.6.3 Analisis Morfologi menggunakan <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	28
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	30
3.2 Alat dan Bahan	30
3.2.1 Alat	30
3.2.2 Bahan	30
3.3 Rancangan Penelitian	31
3.4 Tahapan Penelitian	31
3.5 Prosedur Penelitian	32

3.5.1	Preparasi Abu Sekam Padi sebagai Sumber Silika	32
3.5.2	Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi	32
3.5.3	Sintesis Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi	33
3.5.4	Karakterisasi Nanozeolit Y	34
3.5.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	34
3.5.4.2	<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	34
3.5.5	Analisis Data	34
3.5.5.1	Analisis Ukuran Kristal	35
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Preparasi Abu Sekam Padi	36
4.2	Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi	38
4.3	Sintesis Nanozeolit Y	41
4.4	Karakterisasi Nanozeolit Y Hasil Sintesis	45
4.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	45
4.4.2	<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	50
4.5	Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam	52
BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan	55
5.2	Saran	55
DAFTAR PUSTAKA		56
LAMPIRAN		63

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Komponen kimia abu sekam padi variasi suhu.....	12
Tabel 2.2	Hasil analisis dengan XRF	26
Tabel 4.1	Komposisi kimia abu sekam padi dengan metode XRF	38
Tabel 4.2	Komposisi abu sekam padi setelah ekstraksi	40
Tabel 4.3	Hasil perbandingan data zeolit sintesis dengan data standar JCPDS.....	47
Tabel 4.4	Parameter sel satuan nanozeolit Y menggunakan program <i>Rietica</i>	49
Tabel 4.5	Ukuran kristal nanozeolit Y sintesis dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5	50

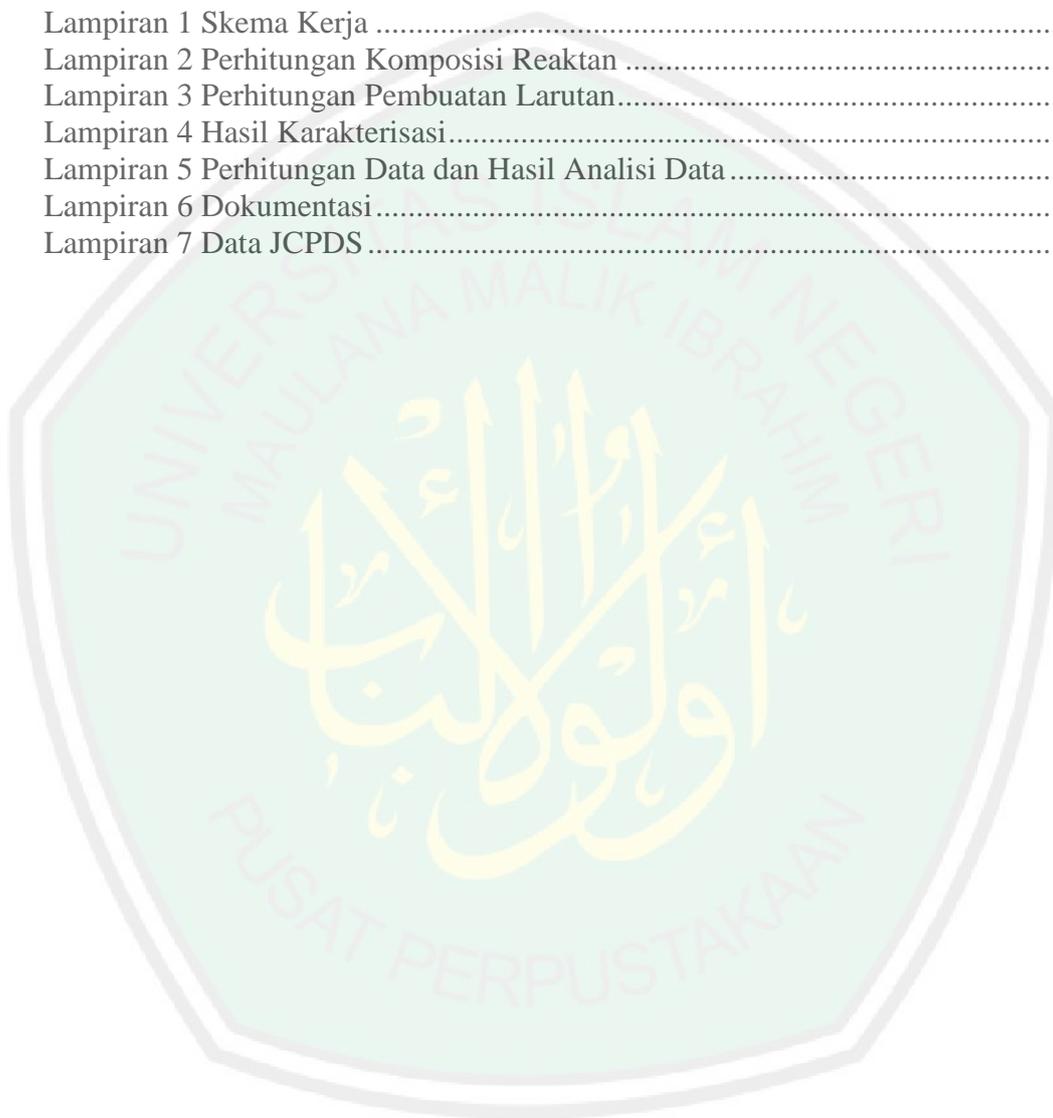


DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 a. Hasil XRD silika sekam padi	13
b. Hasil SEM silika sekam padi	13
Gambar 2.2 Struktur kerangka zeolit.....	14
Gambar 2.3 Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit	15
Gambar 2.4 a. Zeolit Y	16
b. Pori zeolit Y	16
Gambar 2.5 Proses pembentukan zeolit Y	17
Gambar 2.6 Struktur TMAOH.....	21
Gambar 2.7 Interaksi templat dalam pembentukan zeolit	22
Gambar 2.8a. Nanozeolit Y dengan templat organik.....	23
b. Nanozeolit Y tanpa templat	24
Gambar2.9 Bagian dari skema XRF	25
Gambar2.10Difraktogram zeolit Y standar.....	27
Gambar 2.11 Difraktogram zeolit Y dari abu sekam padi.....	28
Gambar 2.12 Hasil karakterisasi nanozeolit Y menggunakan templat organik dari bahan sintetik dengan analisa SEM	29
Gambar4.1 Difraktogram silika abu sekam padi	41
Gambar4.2 Difraktogram Nanozeolit Y Sintesis suhu 60, 80 dan 100 °C dengan rasio SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 2,5.....	46
Gambar4.3 Hasil SEM nanozeolit Y variasi suhu 80 dan 100 °C dengan rasio molar SiO ₂ /Al ₂ O ₃ 2,5	51

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja	63
Lampiran 2 Perhitungan Komposisi Reaktan	66
Lampiran 3 Perhitungan Pembuatan Larutan.....	69
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi.....	72
Lampiran 5 Perhitungan Data dan Hasil Analisa Data.....	80
Lampiran 6 Dokumentasi.....	86
Lampiran 7 Data JCPDS	88



ABSTRAK

Maulidiyah, A.N. 2017. Sintesis dan Karakterisasi Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi Dengan Variasi Suhu Hidrotermal. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

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

Abu sekam padi dihasilkan dari proses pembakaran sekam padi memiliki kandungan silika dengan kadar yang tinggi. Silika dalam abu sekam padi dapat dimanfaatkan untuk bahan baku pembuatan zeolit. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi suhu hidrotermal.

Ekstraksi silika dalam abu sekam padi dilakukan dengan cara ekstraksi asam basa untuk mendapatkan silika yang lebih murni. Silika hasil ekstraksi dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan proses hidrotermal. Sintesis dilakukan dengan penambahan templat organik berupa TMAOH sebagai agen pengarah struktur. Rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan yaitu 2,5. Komposisi bahan yang digunakan ialah $0,72 (\text{TMA})_2\text{O} : 0,0094 \text{Na}_2\text{O} : 0,4 \text{Al}_2\text{O}_3 : 1 \text{SiO}_2 : 108,82 \text{H}_2\text{O}$ dengan waktu pemeraman selama 72 jam. Kristalisasi dilakukan selama 48 jam dengan variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C. Nanozeolit Y hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Scanning Electron microscope* (SEM) untuk mengetahui keberhasilan sintesis.

Analisis XRF menunjukkan prosentase silika abu sekam padi hasil ekstraksi sebesar 94,7 %. Analisis hasil XRD menunjukkan bahwa sintesis nanozeolit menghasilkan campuran nanozeolit Y dan A. Nanozeolit Y sintesis memiliki kristalinitas tertinggi pada suhu 100 °C. Ukuran kristal nanozeolit Y suhu 60, 80 dan 100 °C berturut-turut 20,92 nm; 93,18 nm dan 40-45 nm. Analisis SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu bentuk kristal semakin terlihat jelas membentuk kubus.

ABSTRACT

Maulidiyah, A.N. 2017. *Synthesis and Characterization of Nanozeolite Y from Rice Husk Ash with Variation of Hydrothermal Temperature*. Thesis. Chemistry Department, Faculty of Sciences and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University, Malang. Advisors I: Suci Amalia, M.Sc.; Advisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Key Word: Rice Husk Ash, Nanozeolite Y, Hydrothermal's temperature, Organic Template, Sol-gel method

Rice husk ash was produced by combustion that had content a high quality of silica. It obtained from the rice husk ash be able to be came in useful for standard substance of synthesis zeolite. The objective of this research to comprehend the characteristic of nanozeolite Y from the rice husk ash with variation of hydrothermal temperature.

Extraction of silica in rice husk ash is done by acid-base extraction to obtain a more pure silica. The product of silica extraction was characterized using *X-Ray Fluorescence* (XRF). Synthesis nanozeolite Y was produced by using sol-gel method and was proceeded by using hydrothermal process. The synthesis was produced by increasing organic template TMAOH as the structure of side-effect agent. Applying molar ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ was 2, 5. Applying material composition was 0,72 $(\text{TMA})_2\text{O}$: 0,0094 Na_2O : 0,4 Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O by 72 hours aging time. The crystallization was produced 48 hours with variation of hydrothermal temperature 60, 80 and 100 °C. The product of synthesis nanozeolite Y was characterized by *X-Ray Diffraction* (XRD) and *Scanning Electron microscope* (SEM) to determine the success of the synthesis.

The analysis of XRF appearance that the product of silica presentation of rice husk ash was 94, 7 %. The result analysis of XRD showed that nanozeolit synthesis produced compounding nanozeolite Y and A. The nanozeolite Y synthesis had the highest crystallization on temperature 100 °C. The size of crystal nanozeolite Y on temperature 60, 80 and 100 °C in a row 20, 92 nm; 93, 18 nm dan 40-45 nm. The analysis of SEM showed that the higher hydrothermal temperature the crystal shape has become increasingly apparent form a cube.

مستخلص البحث

موليدية، أبو نيبيا ، ٢٠١٧ م. تركيب وتوصيف نانوالزبوليت Y من رماد التبن بتنوع الحرارة المائية. البحث العلمي. كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: سوجي عاماليا الماجستير. المشرف الثاني: أحمد حنفي الماجستير. مستشارة: سوسي نور الخليفة الماجستير.

الكلمات المفتاحية: رماد التبن، النانوالزبوليت Y، درجة الحرارة المائية، قالب العضوي، طريقة سول-جيل

رماد التبن يشتمل السيليكا بالمقدار الأعلمن خلال عملية إجرافه. السيليكا فيه يُنتفع لصناعة الزبوليت. يهدف هذا البحث لمعرفة توصيف نانوالزبوليت Y من رماد التبن بتنوع الحرارة المائية هدف استخلاص السيليكا بطريقة استخلاص الحمض القاعدي للحصول السيليكا أكثر نقياً. يحلل الباحثة السيليكا (أي المستخلص به) باستخدام *X-Ray Fluorescence (XRF)*. تستخدم الباحثة تركيب ال نانوالزبوليت Y بطريقة سول-جيل فتستمر بعملية المائية. عملية التركيب بزيادة قالب العضوي TMAOH كمتوكل التركيب فيه. نسبة الضرس $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ المستخدم هو 2,5. مزيج المواد المستخدمة هي $\text{Na}_2\text{O} 94,00,00$: $(\text{TMA})_2\text{O} 72,0$: $\text{H}_2\text{O} 108,82$: $\text{SiO}_2 1$: $\text{Al}_2\text{O}_3 4,00$ المائية 60,80، و 100°C . توصف الباحثة نتيجة التركيب (نانوالزبوليت Y) باستخدام *X-Ray Diffraction (XRD)* و *Scanning Electron microscope (SEM)* لمعرفة نجاح التركيب. تحليل XRF يدل نسبة مئوية من سيليكا رماد التبن وهي 94,7%. تحليل النتيجة XRD يدل على تركيب النانوالزبوليت يحصل خلط النانوالزبوليت Y و A. النانوالزبوليت Y التركيبي لديه ال موحد الأعلى في الحرارة 100°C . ومقدار البلور النانوالزبوليت Y بالحرارة 60، 80، 100، $20,92^\circ\text{C}$ ، 93,18، nm و -40-45 nm متتابعاً. تحليل SEM يدل النتيجة تدرج درجة الحرارة يَأثر وضوح شكل البلور المكعب.



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris, termasuk Indonesia. Beras yang merupakan hasil penggilingan padi merupakan makanan pokok penduduk Indonesia, dimana kebutuhannya semakin meningkat dari tahun ke tahun. Sekam padi merupakan produk samping yang melimpah dari hasil penggilingan padi. Hal ini mengakibatkan semakin meningkatnya kebutuhan akan beras, maka semakin meningkat pula limbah sekam atau kulit padi yang dihasilkan. Menurut Prasad, dkk (2001) industri penggilingan padi dapat menghasilkan 20-22 % sekam padi.

Menurut Sumaatmadja (1985), padi terdiri dari beras (65%), sekam (20%), bekatul (8%) dan bagian lainnya atau hilang (7%). Sekam tersusun dari bahan-bahan seperti selulosa (40%), lignin (30%) dan abu (20%) yang mengandung silika yang terdapat pada jaringan selulosa. Penelitian lain menyebutkan bahwa sekitar 20% dari berat padi adalah sekam padi yang menghasilkan abu sekam padi setiap kali dibakar yakni bervariasi dari 13 sampai 19% (Hara, 1996; Krishnarao, dkk., 2000). Sekam padi yang dibakar pada suhu 700 - 900 °C akan menghasilkan abu sekam padi sekitar 16 - 25 % dan silika dengan kadar yang tinggi yaitu 87 - 97 % (Nuryono, 2004). Silika dari abu sekam padi biasa disebut juga silika amorf. Reaktifitas silika berhubungan dengan struktur silika, dimana struktur kristalin kurang reaktif dibandingkan dengan amorf (Della, dkk., 2002)

Mohamed, dkk., (2012) telah melakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi dengan pencucian asam berupa HCl dan dibakar pada suhu 500 – 800 °C selama 5 – 6 jam kandungan silika yang dihasilkan sebesar 89 %. Pratomo (2013), juga telah melakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi menggunakan metode pencucian asam dengan dua teknik, yakni teknik pengadukan dan refluks selama 2 jam dengan konsentrasi HCl 1, 2, 3 M kemudian ditanur pada suhu 700 °C selama 6 jam. Konsentrasi HCl terbaik diperoleh pada 1 M dengan kadar silika sebesar 97,5 % menggunakan teknik pengadukan serta 96,5 % menggunakan teknik refluks. Kandungan silika juga diketahui terdapat dalam bahan alam lainnya seperti kandungan silika pada abu vulkanik gunung Kelud sebesar 35,3 % (Aditama, 2015), abu ampas tebu 44,6% (Zahro, 2014) dan abu layang 62,98 % (Jumaeri, dkk., 2008).

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa kandungan silika dalam sekam padi memiliki prosentase lebih tinggi jika dibandingkan dengan bahan alam lainnya. Allah berfirman dalam al-Qur'an surat Ali Imran ayat 190 – 191 :

مَا اللَّهُ يَذْكُرُونَ الَّذِينَ ۞ الْأَلْبَابِ لِأُولَى لَا يَسْتَوِي النَّهَارُ وَاللَّيْلُ وَاحْتَلَفِ الْأَرْضِ السَّمَوَاتِ خَلْقِي فِي إِبْتِ
سُبْحَانَكَ بَطْلًا هَذَا خَلَقْتَ مَا رَتَبْنَا وَالْأَرْضِ السَّمَوَاتِ خَلْقِي فِي وَيَتَفَكَّرُونَ جُنُوبِهِمْ وَعَلَى وَقُعُودًا قِيَا
النَّارِ عَذَابِ فَفَقْنَا ۞

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

Ayat 190 surat Ali Imran menjelaskan bahwa ketinggian dan keluasan langit serta kerendahan dan kepadatan bumi, terdapat tanda-tanda kekuasaan Allah Swt. yang terdapat pada ciptaanNya yang dapat dijangkau oleh indera manusia pada keduanya (langit dan bumi) baik berupa bintang, komet, daratan dan lautan, pegunungan dan pepohonan, tumbuh-tumbuhan, binatang, barang tambang, makanan serta berbagai macam ciptaan Allah Swt. lainnya. Ayat 191 menjelaskan bahwa “*orang-orang yang mengingat Allah*” orang-orang yang senantiasa berpikir sehingga mengakui bahwa segala ciptaanNya tidak sia-sia, tetapi dengan penuh kebenaran diciptakan untuk memberikan balasan bagi orang yang beramal baik maupun buruk (Al-Atsari, 2004).

Tafsir Al Maraghi memberikan penjelasan bahwa tidak ada segala sesuatu yang Allah Swt ciptakan dengan sia-sia, bahkan semua ciptaanNya adalah hak, yang mengandung hikmah dan maslahat yang besar. Sehingga manusia sebagai khalifah di bumi, hendaknya memikirkan tentang penciptaan alam tersebut (Sitanggal, 1993). Salah satu bentuk pengamalan yang dapat dilakukan yaitu memanfaatkan limbah sekam padi yang memiliki kandungan silika tinggi sebagai bahan dasar pembuatan zeolit sintetis.

Zeolit merupakan kristal aluminosilikat terhidrat yang mengandung kation alkali maupun alkali tanah. Struktur zeolit berupa kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling berhubungan melalui atom O membentuk rongga-rongga intrakristalin dan saluran-saluran yang teratur (Barrer, 1982). Secara garis besar zeolit terdiri dari dua jenis yaitu zeolit alam dan sintetis. Zeolit sintetis telah banyak dikembangkan untuk mengatasi kelemahan dari zeolit alam salah satunya ialah memiliki kristalinitas yang rendah

sehingga mengurangi kemampuannya sebagai adsorben dan katalis. Oleh karena itu dilakukan sintesis zeolit untuk memperbaiki sifat-sifat dan mensubstitusi zeolit yang berasal dari alam (Breck, 1974).

Zeolit sintetis ditemukan dalam berbagai jenis salah satunya ialah zeolit jenis faujasit. Ada 2 jenis zeolit faujasit yaitu zeolit Y yang mempunyai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1,5 – 3 dan zeolit X yang mempunyai rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ antara 1–1,5. Berbagai jenis zeolit memiliki ciri-ciri dan kegunaan yang berbeda-beda salah satunya ialah zeolit Y. Zeolit Y merupakan zeolit jenis faujasit dengan rumus $\text{Na}_{56}(\text{AlO}_2)_{56}(\text{SiO}_2)_{136} \cdot 25\text{H}_2\text{O}$ (Kasmui, dkk., 2008). Zeolit Y memiliki stabilitas serta selektivitas yang tinggi (Weikamp dan Puppe, 1999). Selain itu zeolit Y banyak dimanfaatkan secara komersial sebagai katalis dalam pengolahan minyak mentah karena memiliki stabilitas hidrotermal tinggi (Bhatia, 1990). Zeolit Y juga bisa digunakan sebagai penukar ion pada proses pengolahan air laut menjadi air tawar karena zeolit Y memiliki ukuran pori yang besar dan stabil pada suhu tinggi (Kiti, 2012). Oleh sebab itu, penelitian mengenai sintesis zeolit Y perlu dikembangkan.

Sintesis zeolit Y dapat dilakukan menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan proses hidrotermal (Imam, dkk., 2013). Penelitian mengenai zeolit telah dilakukan oleh Fathizadeh (2011) yakni melakukan sintesis zeolit Y menggunakan metode hidrotermal dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,43 dan dihasilkan zeolit Y dengan kristalinitas yang tinggi. Selain itu Zahro, dkk., (2014) juga telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan dihasilkan pada rasio 2,5 terbentuk zeolit Y paling murni.

Salah satu faktor yang dapat mempengaruhi hasil sintesis yaitu suhu hidrotermal. Suhu hidrotermal dapat mempengaruhi kristalinitas dan kemurnian dari zeolit yang dihasilkan. Anggoro dan Purbasari (2009) telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi menggunakan metode hidrotermal dengan variasi suhu hidrotermal (100 dan 150 °C) dan waktu hidrotermal (24, 48, 144 jam). Hasil sintesis zeolit Y terbaik diperoleh pada suhu 100 °C selama 48 jam dengan kristalinitas 74 % dan hasil XRD menunjukkan semua terbentuk zeolit Y namun berbeda kristalinitasnya.

Rahman, dkk., (2009) juga telah berhasil melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi dengan metode *seeding*. Hasil yang diperoleh zeolit Y murni tanpa adanya campuran zeolit lain. Sintesis juga dilakukan oleh Kondru, dkk., (2011) yang menunjukkan bahwa hasil sintesis zeolit Y dari *fly ash* ialah pada suhu 100 °C selama 10 jam dan 90 °C selama 17 jam dengan kristalinitas 65,79%. Mohammed, dkk., (2012) juga telah melakukan sintesis zeolit Y dari abu sekam padi pada suhu 110 °C selama 24 jam dan dihasilkan zeolit Y murni. Selain itu, Sang, dkk., (2005) juga telah melakukan sintesis zeolit NaY dari sumber silika sintetik dengan variasi suhu hidrotermal 40, 60, 100 dan 120 °C. Hasil data XRD menunjukkan bahwa zeolit Y terbentuk pada suhu 60 °C dan 100 °C. Sedangkan pada suhu 120 °C terbentuk campuran antara zeolit Y dan zeolit P. Ketika pada suhu rendah yakni 40 °C hanya terbentuk padatan amorf.

Penelitian sebelumnya belum melakukan sintesis zeolit Y dalam ukuran nanopartikel dari silika abu sekam padi. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanozeolit Y. Nanopartikel merupakan partikel dengan dimensi karakteristik rata-rata <100 nm. Nanopartikel memiliki luas permukaan yang

relatif tinggi (Hu, 2010). Sintesis zeolit dilakukan dalam ukuran nanopartikel salah satunya ialah untuk meningkatkan kinerja zeolit. Nanopartikel memiliki nilai lebih karena nanopartikel memiliki ukuran yang lebih kecil dan luas permukaan yang besar serta sifat fisik yang menguntungkan dan sifat kimia seperti reaktivitas, sehingga sisi aktif yang dapat berinteraksi secara fisika maupun kimia dengan material lainnya semakin banyak (Ayoup, dkk., 2009; Yulizar, 2004).

Sintesis nanozeolit Y telah dilakukan oleh Taufiqurrahmi, dkk., (2011) dengan sumber silika sintetik menggunakan templat organik berupa TMAOH dan dihasilkan nanozeolit Y dengan ukuran partikel sebesar 50 nm. Sharma, dkk., (2014) juga telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik dengan variasi sumber silika TMAS, CSS, dan TEOS dan dilaporkan ukuran partikel yang dihasilkan berturut-turut 40, 70, dan 85 nm. Yin, dkk., (2011) juga melakukan penelitian tentang sintesis nanozeolit Y menggunakan silika sintetik serta templat organik berupa TMAOH dan TMABr dengan perbandingan 2:1 dan diperoleh hasil nanozeolit yang terbentuk memiliki ukuran 40-90 nm. Penelitian lain juga dilakukan oleh Rasouli, dkk., (2011) telah mensintesis nanozeolit Na-Y dari sumber silika sintetik berupa TEOS menggunakan metode sol-gel. Sintesis dilakukan dengan penambahan template organik TMAOH dan suhu hidrotermal yang digunakan ialah 90 - 160 °C selama 48 - 72 jam. Hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan bahwa rata-rata ukuran kristal yang dihasilkan ialah 20 ± 5 nm. Selain itu, Sadeghi, dkk., (2013) juga telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan TMAOH dengan metode hidrotermal dan diperoleh ukuran partikel nanozeolit sebesar 50 nm. Sintesis nanozeolit Y dari bahan alam

juga telah dilakukan oleh Ghasemi dan Habibollah (2011) yakni telah mensintesis nanozeolit NaA dengan sumber silika dari abu sekam padi tanpa penambahan zat organik pada suhu ruang, waktu pemeraman selama 3 hari dan diperoleh hasil analisa SEM ukuran kristal nanozeolit berkisar 50 –120 nm. Dengan demikian, pada penelitian ini sintesis nanozeolit Y dilakukan menggunakan penambahan templat organik.

Berdasarkan penjelasan di atas, maka dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis nanozeolit Y dari abu sekam padi menggunakan templat organik TMAOH (*tetramethylammonium hydroxide*) dengan variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C. Penggunaan templat organik dalam penelitian ini sebagai cetakan atau media pengarah struktur. Sedangkan penggunaan variasi suhu hidrotermal bertujuan untuk mengetahui kristalinitas dan kemurnian hasil zeolit sintetis. Abu sekam padi sebagai sumber silika dalam pembuatan nanozeolit akan dikarakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui presentase kandungan silika dari abu sekam padi. Nanozeolit sintetis yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui keberhasilan dalam sintesis nanozeolit Y. Serta dilakukan karakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) sebagai pendukung dari hasil XRD untuk mengetahui morfologi dari nanozeolit Y sintetis yang dihasilkan.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang dapat disimpulkan dari latar belakang di atas adalah bagaimana karakteristik nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi suhu hidrotermal?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian ini ialah untuk mengetahui karakteristik nanozeolit Y dari abu sekam padi dengan variasi suhu hidrotermal.

1.4 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan adalah sekam padi beras putih dari sisa penggilingan di daerah Kecamatan Megaluh Kabupaten Jombang.
2. Metode yang digunakan ialah metode sol-gel dengan variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C.
3. Waktu pemeraman yang digunakan ialah 72 jam.
4. Rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan ialah 2,5.
5. Sintesis dilakukan dengan menggunakan template organik TMAOH.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini ialah memperoleh referensi baru mengenai sintesis zeolit Y berukuran nanopartikel dari abu sekam padi. Sehingga abu sekam padi dengan kandungan silika yang tinggi dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan zeolit sintesis Y berukuran nanopartikel untuk keperluan yang lebih luas.

BAB II

STUDI PUSTAKA

2.1 Abu Sekam Padi

Alam semesta memiliki sejuta kekayaan yang berpotensi menghasilkan suatu manfaat bagi kehidupan manusia, hal ini sesuai dengan firman Allah Swt. dalam surat an-Nahl ayat 11:

وَنَلْقَوْنَ آيَةً ذَٰلِكَ فِي الثَّمَرَاتِ كُلِّ وَفِي الْأَعْنَابِ وَالنَّخِيلِ وَالزَّيْتُونِ الْمَرْعَىٰ بِهِ لَكُمْ بُيُوتٌ
﴿يَتَفَكَّرُونَ﴾

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

Ayat al Qur'an dalam surat an-Nahl di atas menerangkan bahwa, sesungguhnya Allah mempunyai tujuan dalam segala penciptaanNya, untuk itu manusia harus memikirkannya, karena manusia diberi akal agar dapat memanfaatkan segala penciptaan Tuhan (Harun Yahya, 2007). Setiap yang diciptakanNya merupakan tanda akan kebesaranNya dan diciptakan demi kemaslahatan kehidupan umat manusia. Salah satunya ialah penciptaan tanaman padi.

Padi merupakan produk utama pertanian di negara-negara agraris, termasuk Indonesia. Padi terdiri dari beras (65 %), sekam (20 %), bekatul (8 %) dan bagian lainnya atau hilang (7 %). Sekam sendiri tersusun dari bahan-bahan seperti selulosa (40 %), lignin (30 %) dan abu (20 %) yang mengandung silika yang terdapat pada jaringan selulosa (Sumaatmadja, 1985). Beras merupakan

produk dari hasil penggilingan padi yang merupakan makanan pokok penduduk Indonesia dimana kebutuhannya semakin meningkat dari tahun ke tahun. Hal tersebut mengakibatkan meningkatnya limbah sekam atau kulit padi yang dihasilkan dari proses penggilingan padi menjadi beras. Sekam merupakan bagian terbesar kedua setelah beras.

Allah Swt menciptakan tanaman biji-bijian dengan berbagai manfaat, bahkan kulitnya pun memiliki banyak manfaat jika diteliti lebih jauh. Salah satunya ialah kulit padi atau sekam padi pada penelitian ini. Allah berfirman dalam surat ar-Rahman ayat 11-12 :

﴿وَالرَّيْحَانُ الْعَصْفُ ذُؤُوقَ الْحَبُّ ۝ الْأَكْمَامِ ذَاتُ وَالنَّخْلُ فَاكِهِةٌ فِيهَا﴾

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

Menurut tafsir Ibnu Katsir, yang dimaksud dengan *ذُؤُوقَ الْحَبُّ* “Dan biji-bijian yang berkulit” yakni kulit yang menutupi biji-bijian tersebut.

Sekam dikategorikan sebagai biomassa yang dapat digunakan untuk berbagai kebutuhan seperti bahan baku industri, pakan ternak, energi atau bahan bakar serta sebagai adsorpsi pada logam-logam berat. Sekam tersusun atas jaringan serat-serat selulosa yang mengandung banyak silika dalam bentuk serabut-serabut yang sangat keras. Pada keadaan normal, sekam berperan penting dalam melindungi biji beras dari kerusakan yang disebabkan oleh serangan jamur. Sekam juga mencegah reaksi ketengikan karena dapat melindungi lapisan tipis yang kaya minyak terhadap kerusakan mekanis selama pemanenan, penggilingan dan pengangkutan (Haryadi, 2006).

Salah satu proses alternatif untuk meningkatkan manfaat sekam padi adalah dengan pirolisis. Pirolisis merupakan proses dekomposisi suatu zat material yang dilakukan pada suhu relatif tinggi. Hasil pirolisis sekam padi berupa abu yang mengandung karbon dan silika dengan komposisi tergantung pada kondisi pirolisis (Danarto, dkk., 2010). Telah dilaporkan bahwa sekitar 20 % dari berat padi adalah sekam padi yang menghasilkan abu sekam padi setiap kali dibakar yakni bervariasi dari 13 sampai 19 % (Hara, 1996; Krishnarao, dkk., 2000). Menurut Soenardjo, dkk., (1991), dalam industri batu bata atau genteng yang menggunakan sekam padi sebagai bahan bakar akan dihasilkan abu dari sekam padi sebagai limbah kedua. Kadar abu sekitar 13,16 - 35 % berat dari sekam yang dibakar. Pada proses pembakaran sekam padi, senyawa-senyawa seperti hemiselulosa, selulosa dan lain-lain akan diubah menjadi CO_2 dan H_2O . Abu berwarna keputih-putihan yang dihasilkan dari proses pembakaran sekam padi banyaknya adalah 13,1 - 29,04 % berat kering.

Literatur lain menyebutkan bahwa sekam terdapat dalam bentuk amorphous dan tetap dalam bentuk demikian bila sekam padi dibakar pada suhu antara 500 – 600 °C. Dari pembakaran sekam dapat diperoleh silika dalam berbagai bentuk tergantung pada kebutuhan industri tertentu dengan mengatur suhu pembakaran. Silika dalam bentuk amorf sangat reaktif. Pembakaran secara terbuka (seperti di sawah-sawah) dapat menghasilkan abu silika bentuk amorf dan biasanya mengandung 86,9 - 97,80 % silika dan 10 - 15 % karbon (Sumaatmadja, 1985). Nilai paling umum kandungan silika (SiO_2) dalam abu sekam padi adalah 94 – 96 % dan apabila nilainya mendekati atau dibawah 90 % kemungkinan disebabkan oleh sampel sekam yang telah terkontaminasi oleh zat lain yang

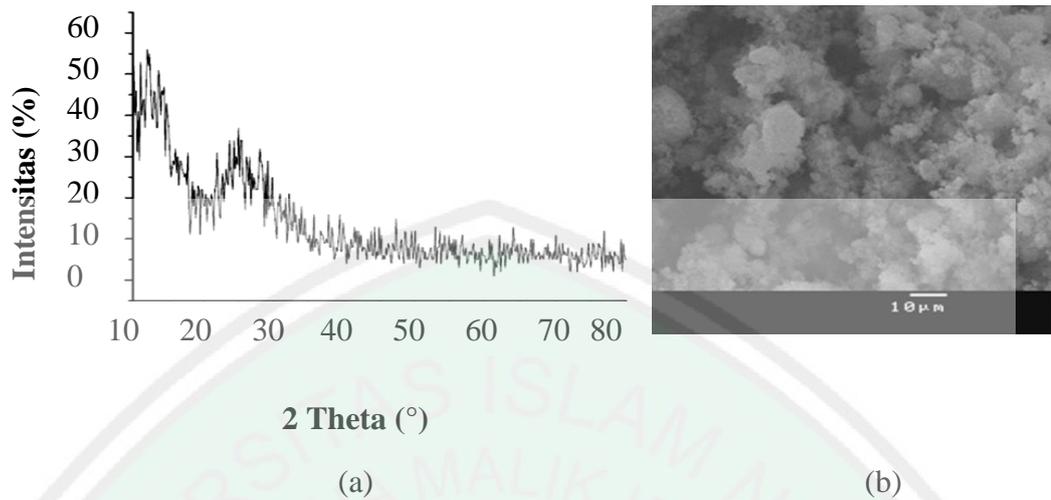
kandungan silikanya rendah (Houston, 1972; Prasad, dkk., 2001). Kandungan kimia abu hasil pembakaran sekam padi dengan variasi suhu pengabuan seperti yang tercantum pada Tabel 2.1 (Hwang, 1997).

Tabel 2.1 Komponen kimia abu sekam padi variasi suhu

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

Sumber : Hwang, (1997)

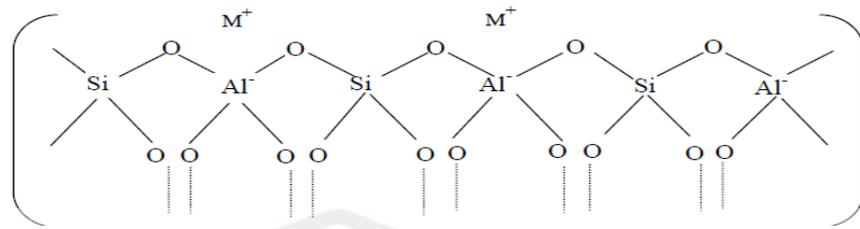
Zat-zat anorganik dalam sekam padi seperti mineral-mineral dalam jumlah yang sedikit dapat dihilangkan melalui perlakuan dengan asam menggunakan H₂SO₄, HCl atau HNO₃. Jumlah logam yang dapat dihilangkan menggunakan H₂SO₄ lebih rendah dari HCl dan HNO₃. Hal ini dapat disebabkan logamik sulfat yang terbentuk tidak mudah larut dalam air sehingga H₂SO₄ tidak cocok untuk menghilangkan beberapa jenis logam yang terdapat dalam sekam padi. Perlakuan dengan HNO₃ cenderung menghilangkan logam besi (Fe) saja tetapi tidak dapat menghilangkan logam yang lain dalam sekam padi. Berdasarkan hasil penelitian dengan variasi asam tersebut menunjukkan HCl merupakan asam yang paling efektif digunakan untuk menghilangkan logam dari sekam padi (Chakraverty, 1988). Sekam padi dengan kandungan silika yang tinggi tersebut dapat digunakan sebagai salah satu sumber silika dalam pembuatan zeolit sintetik. Berikut Gambar 2.1 hasil karakterisasi silika dari sekam padi menggunakan XRD dan SEM :



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

2.2 Zeolit

Zeolit berasal dari bahasa Yunani yaitu “Zeni” dan “Lithos” yang berarti batu yang mendidih, karena apabila dipanaskan membuih dan mengeluarkan air (Breck, 1974). Zeolit merupakan kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung kation alkali maupun alkali tanah. Struktur zeolit berupa kerangka tiga dimensi terbuka yang dibangun oleh tetrahedral-tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling berhubungan melalui atom O membentuk rongga-rongga intrakristalin dan saluran-saluran yang teratur. Dalam struktur tersebut Si^{4+} dapat digantikan dengan Al^{3+} sehingga terbentuk muatan negatif berlebih pada ion Al. Muatan negatif ini akan dinetralkan oleh kation-kation (Barrer, 1982).



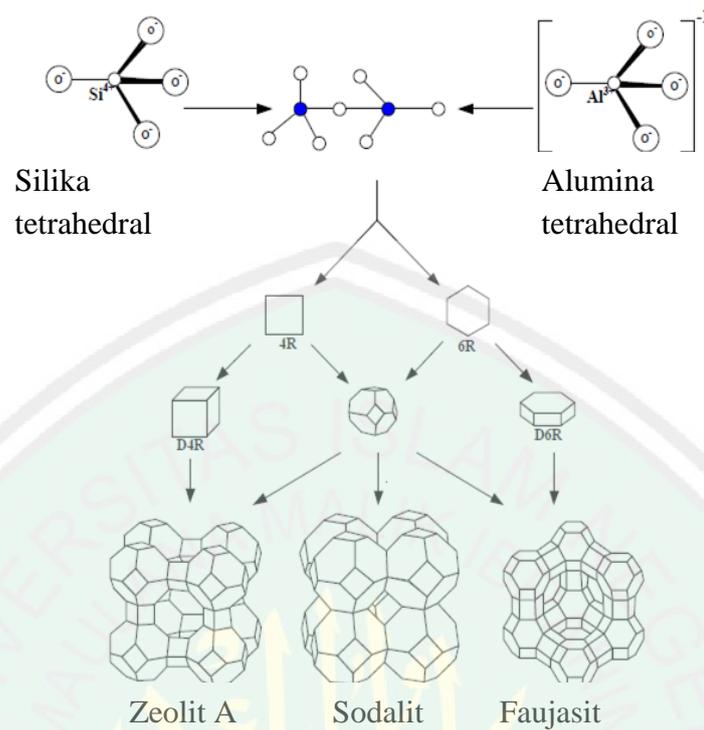
Gambar 2.2 Struktur kerangka zeolit (Gates, 1992)

Zeolit terdiri dari 2 jenis, yaitu zeolit alam dan sintesis. Zeolit sintesis merupakan zeolit yang dibuat dengan rekayasa yang sedemikian rupa sehingga mendapatkan karakter yang sama dengan zeolit alam. Zeolit sintesis sangat bergantung pada jumlah Al dan Si, sehingga ada tiga kelompok zeolit sintesis (Saputra, 2006) :

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

2.3 Zeolit Y

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



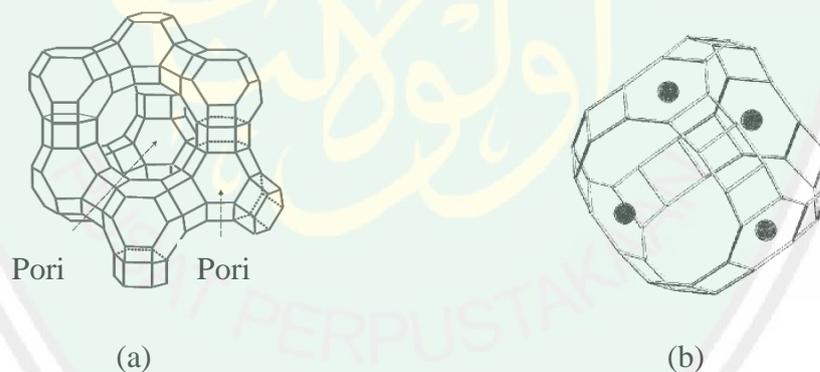
Gambar 2.3 Unit struktur dari zeolit A, Sodalit dan Faujasit (Masoudian, dkk., 2013)

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

Struktur zeolit Y terdiri dari muatan negatif, kerangka tiga dimensi tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 yang bergabung membentuk oktahedral terpancung (*sodalite*), seperti pada Gambar 2.4. Jika 6 buah *sodalite* terhubung oleh prisma heksagonal akan membentuk tumpukan tetrahedral. Jenis tumpukan ini membentuk lubang besar (*supercages*) dan berdiameter 13\AA . Lubang-lubang (*supercages*) dapat terbentuk dari 4 kristal tetrahedral yang tersebar, yang masing-

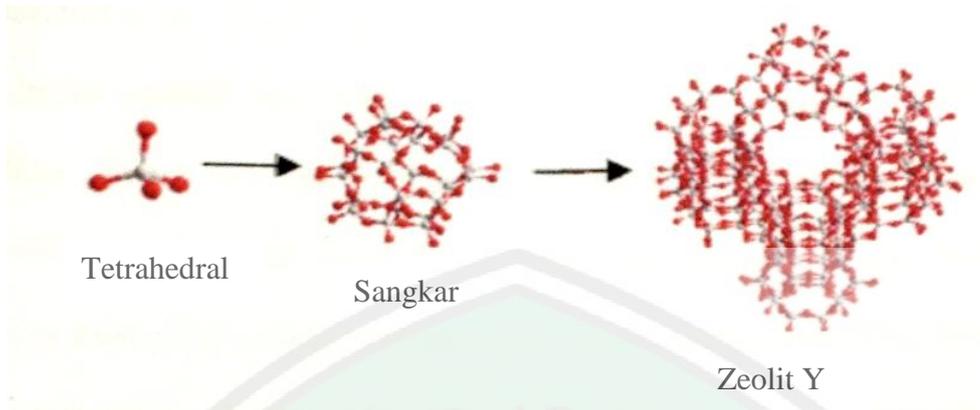
masing mempunyai 12 cincin oksigen dan berdiameter 7,4 Å. Lubang-lubang tersebut bila saling bersambung (12) maka akan membentuk sistem pori-pori yang besar dari zeolit. Setiap atom aluminium di koordinat tetrahedral dalam kerangka membawa muatan negatif. Muatan negatif dalam kerangka ini digantikan oleh kation yang berada diposisi kerangka non spesifik (Szostak, 1989).

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



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

Proses pemodelan struktur satu unit zeolit Y seperti terlihat pada Gambar 2.5 (Kasmui, dkk., 2008) :



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

Peningkatan laju kristalisasi tersebut mengakibatkan pembentukan kerangka silika alumina cenderung mengarah ke struktur silika alumina yang memiliki kestabilan relatif lebih tinggi dan lebih mudah terbentuk, dalam hal ini adalah struktur kerangka hidroksi sodalit. Sedangkan proses pembentukan kerangka faujasit membutuhkan laju kristalisasi yang relatif lambat dengan rasio Si/Al sistem gel silika-alumina relatif tinggi (Feijen, dkk., 1994).

2.4 Metode Sintesis Zeolit Y

2.4.1 Sol-gel

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

A. Hidrolisis

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



B. Kondensasi

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



C. Pemeraman (*Ageing*)

Setelah reaksi hidrolisis dan kondensasi, dilanjutkan dengan proses pematangan gel yang terbentuk. Proses ini lebih dikenal dengan proses ageing. Pada proses pematangan ini, terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat, dan menyusut di dalam larutan (Fernandez, 2011). Gel yang terbentuk kemudian dipanaskan dengan menggunakan metode hidrotermal untuk membentuk kristal zeolit.

D. Pengeringan

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

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

2.4.2 Hidrotermal

Hidrotermal merupakan proses kristalisasi dalam sintesis zeolit. Hidrotermal terbentuk dari kata hidro yang berarti air dan termal yang berarti panas. Pemanasan menggunakan hidrotermal melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada temperatur relatif tinggi (± 100 °C) dalam wadah tertutup sehingga terjadi peningkatan tekanan (Oye, dkk., 2001). Menurut Akbar, dkk., (2011), peningkatan temperatur pada sintesis zeolit akan mempercepat pembentukan. Temperatur berperan penting pada sintesis zeolit karena dapat memudahkan proses pengeringan dan pembentukan kristal. Metode hidrotermal mempunyai beberapa kelebihan, yaitu dapat menghasilkan partikel dengan kristalinitas tinggi, kemurnian tinggi dan distribusi ukuran partikel yang homogen (Lee, 1991).

Anggoro dan Purbasari (2009) telah mensintesis zeolit Y dari abu sekam padi menggunakan metode sol-gel yang dilanjutkan dengan proses hidrotermal. Waktu pemeraman yang digunakan selama 24 jam pada suhu ruang. Gel yang terbentuk selanjutnya dikristalisasi pada suhu 100 °C dengan variasi waktu kristalisasi (24, 48, dan 144 jam). Berdasarkan hasil yang diperoleh, waktu

optimum untuk sintesis zeolit Y dari abu sekam padi selama 48 jam dengan kristalinitas zeolit Y yang dihasilkan sebesar 74 %.

Zeolit Y juga berhasil disintesis oleh Fathizadeh dan Ordou (2011). Sintesis dilakukan dengan menggunakan metode sol-gel dan proses hidrotermal dengan variasi pH. Waktu pemeraman yang digunakan yaitu selama 24 jam pada suhu ruang. Berdasarkan hasil yang diperoleh, gel dapat terbentuk ketika pH diatas 12,6. Gel yang terbentuk dikristalisasi pada suhu 100°C selama 7 jam. Hasil yang diperoleh yaitu zeolit Y dengan kristalinitas yang tinggi. Pada kondisi basa yang cukup tinggi, kelarutan prekursor akan meningkat sehingga reaksi hidrolisis dan proses nukleasi menjadi penentu laju serta reaksi kondensasi menjadi lebih dominan. Dengan demikian, molekul prekursor akan mengalami penggumpalan membentuk gel. Sebaliknya, pada kondisi asam reaksi kondensasi tidak berjalan sempurna sehingga gel tidak dapat terbentuk (Sinko, 2010).

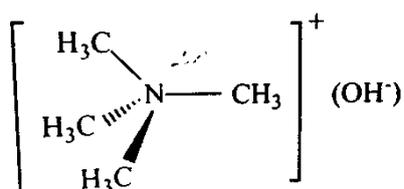
2.5 Nanopartikel

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

untuk mendapatkan kualitas produk yang tinggi menggunakan material dalam jumlah yang sedikit.

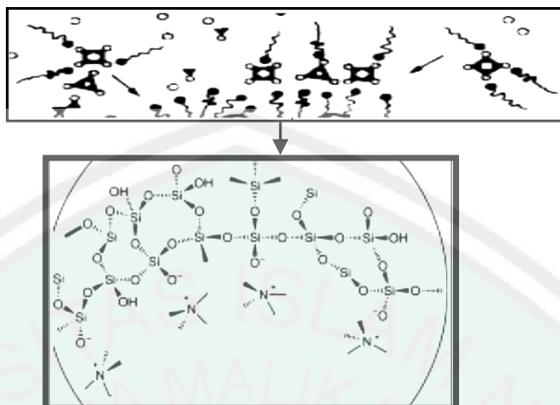
Penelitian sintesis zeolit dengan ukuran nanopartikel digunakan suatu templat organik yang berfungsi sebagai molekul atau media pengarah struktur. Templat organik digunakan sebagai agen pengarah pembentukan struktur faujasityaitu TMA^+ (*tetramethyl ammonium*) (Mintova dan Ng, 2013). Templat organik TMA^+ dapat berupa TMAOH (Tetrametilamonium hidroksida) maupun TMABr (Tetrametilamonium Bromida). Muhammad, dkk., (2007) telah melakukan sintesis nanozeolit NaY menggunakan dua templat yaitu TMAOH dan TMABr. Ukuran nanozeolit NaY yang dihasilkan dengan penambahan templat organik TMAOH saja yaitu sebesar 119 nm. Sedangkan ukuran nanozeolit NaY yang dihasilkan dengan penambahan dua templat organik campuran TMAOH dan TMABr yaitu sebesar 268 nm. Berdasarkan hasil tersebut TMAOH lebih efektif dalam mengarahkan pembentukan nanozeolit NaY dibandingkan TMABr.

Templat organik berperan penting dalam sintesis nanozeolit yakni mencegah terjadinya agregasi/penggumpalan. Penambahan templat organik tidak hanya berperan dalam mengontrol ukuran kristal akan tetapi lebih berperan penting dalam menstabilkan suspensi pembentuk kristal. Pada penelitian ini templat yang digunakan yaitu TMAOH. Berikut struktur dari TMAOH :



Gambar 2.6 Struktur TMAOH (Effendy, 2006)

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



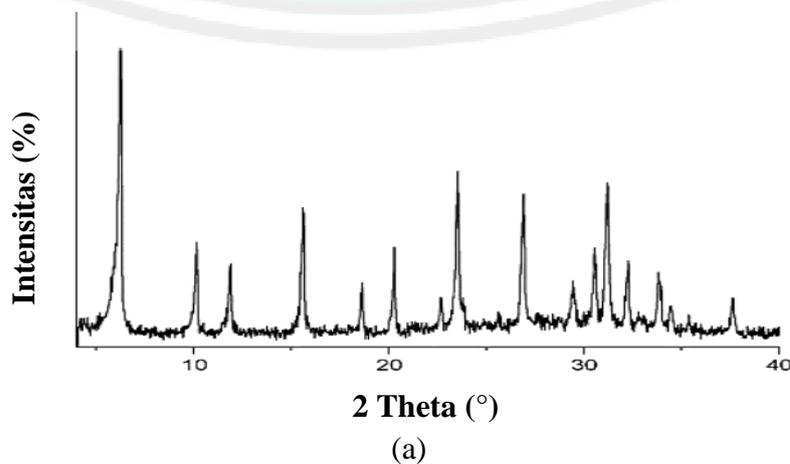
Gambar 2.7 Interaksi templat dalam pembentukan zeolit (Warsito, dkk., 2008)

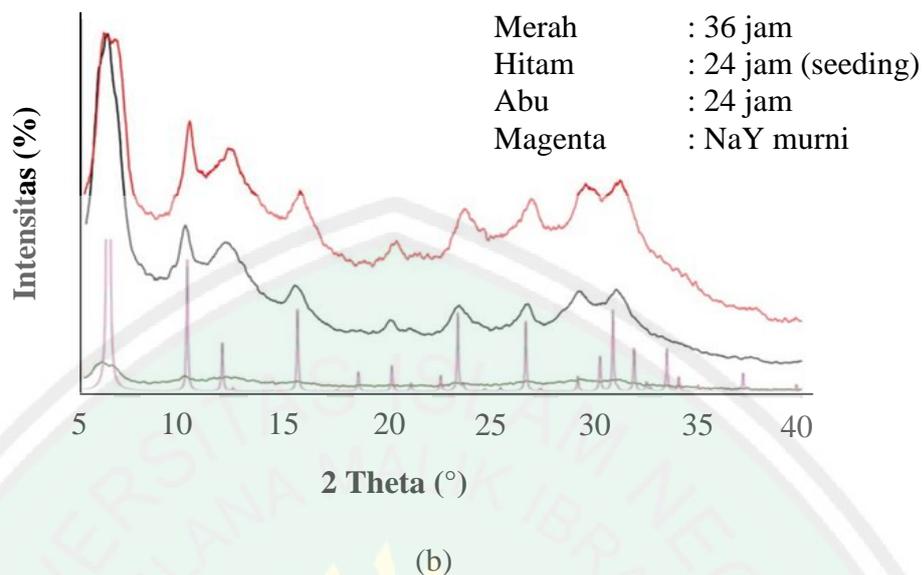
Penambahan molekul TMA^+ dalam campuran akan bereaksi cepat dengan kerangka anionik yaitu ion silikat dalam proses perakitan struktur untuk membentuk suatu embrio zeolit (Mazak, 2006). Adanya muatan positif pada molekul TMA^+ akan mengakibatkan timbulnya gaya tarik menarik elektrostatis dengan anion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

Penelitian mengenai sintesis nanozeolit Y dengan penambahan templat organik TMAOH telah banyak dilaporkan dan dihasilkan nanozeolit dengan

ukuran partikel yang lebih seragam. Taufiqurrahmi, dkk., (2011) telah mensintesis nanozeolit NaY dengan penambahan templat organik berupa TMAOH menggunakan metode sol-gel. Waktu pemeraman yang digunakan selama 3 hari. Gel yang terbentuk dikristalisasi pada suhu 100 °C selama 6 hari. Nanozeolit NaY yang dihasilkan memiliki ukuran partikel sebesar 50 nm.

Sharma, dkk., (2014) juga telah melakukan sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik TMAOH dengan variasi sumber silika TMS (*Tetramethylammonium Silicate*), CSS (*Colloidal Silica Suspension*), dan TEOS (*Tetraethylorthosilicate*). Waktu pemeraman yang digunakan selama 24 jam pada suhu ruang. Kondisi kristalisasi yaitu pada suhu 90 °C selama 7 hari. Hasil nanozeolit NaY memiliki ukuran partikel berturut-turut 40, 70, dan 85 nm. Selain itu, Moamen, dkk., (2014) telah berhasil melakukan sintesis nanozeolit Y dengan penambahan templat organik TMAOH menggunakan metode sol-gel. Kondisi kristalisasi pada suhu 100 °C selama 48 jam. Nanozeolit NaY yang dihasilkan memiliki ukuran sebesar 32 nm. Berikut ini perbedaan difraktogram nanozeolit Y menggunakan penambahan templat organik dan tanpa templat organik ditunjukkan pada Gambar 2.8 :





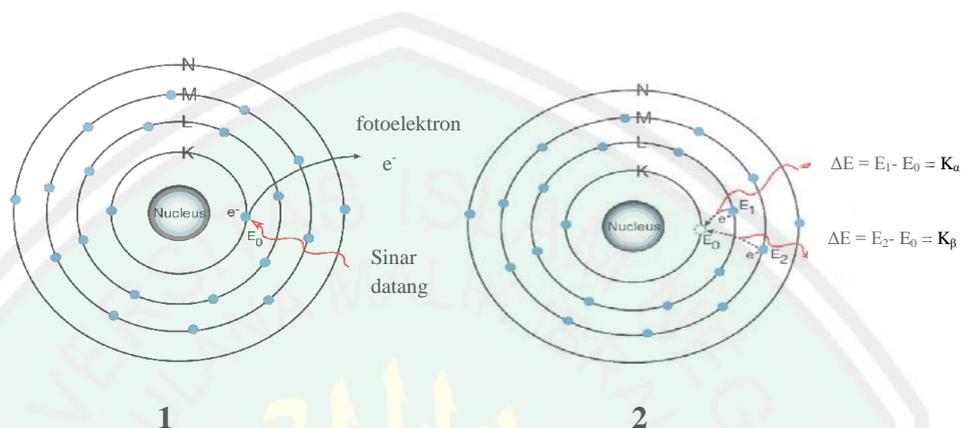
Gambar 2.8 (a) Nanozeolit Y dengan templat organik (Sadeghi, dkk., 2014)
 (b) Nanozeolit Y tanpa templat (Mastropietro, dkk., 2014)

2.6 Karakterisasi Nanozeolit Y

2.6.1 X-Ray Fluorescence (XRF)

XRF merupakan salah satu metode analisis yang digunakan untuk analisis unsur dalam bahan secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel (bahan) oleh sinar X dari sumber sinar X (Jenkin, 1988). Bagian dari skema XRF ditunjukkan Gambar 2.9 nomor 1 menunjukkan selama proses jika *X-ray* mempunyai energi yang cukup maka elektron akan terlempar dari kulitnya yang lebih dalam (tereksitasi), menciptakan *vacancy* pada kulitnya, *vacancy* itu mengakibatkan kondisi yang tidak stabil pada atom. Untuk menstabilkan kondisi maka elektron dari luar ditransfer untuk menutupi *vacancy* tersebut seperti ditunjukkan oleh nomor 2. Proses tersebut memberikan karakteristik dari *X-ray*, yang energinya berasal dari perbedaan energi ikatan antar

kulit yang berhubungan. Karena sepektrum *x-ray* maka pada saat penyinaran suatu material akan didapatkan *multiple peak* pada intensitas yang berbeda (Astini, 2008).



Gambar 2.9 Bagian dari skema XRF (Astini, 2008)

Rahman, dkk., (2009) melakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi dengan pencucian asam H_2SO_4 10 % selama 24 jam dan tanpa pencucian asam dengan suhu kalsinasi $500\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam. Hasil analisis menggunakan XRF diperoleh kadar SiO_2 sebesar 90 % tanpa pencucian asam dan 95,85 % dengan pencucian asam. Pratomo, dkk., (2013) telah melakukan ekstraksi silika dari abu sekam padi dengan metode pengadukan dan tanpa pengadukan menggunakan variasi konsentrasi HCl yakni 1, 2, dan 3 M. Kadar silika tertinggi diperoleh dengan metode pengadukan menggunakan konsentrasi HCl 1 M seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.2 sebagai berikut :

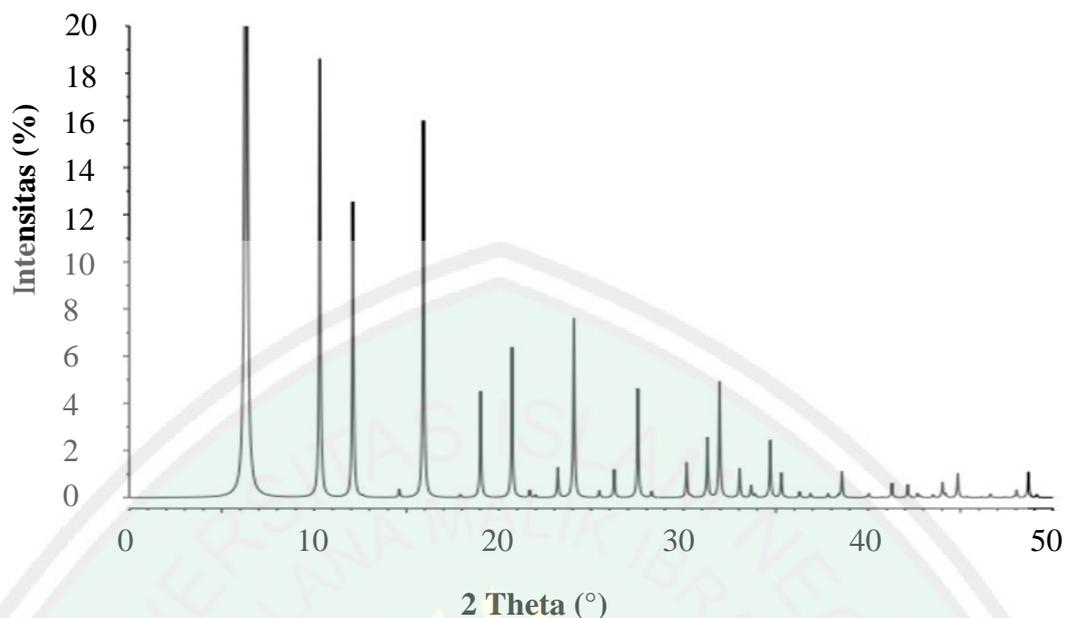
Tabel 2.2 Hasil analisa dengan XRF (Pratomo, dkk., 2013)

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

2.6.2 X-Ray Diffraction (XRD)

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

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

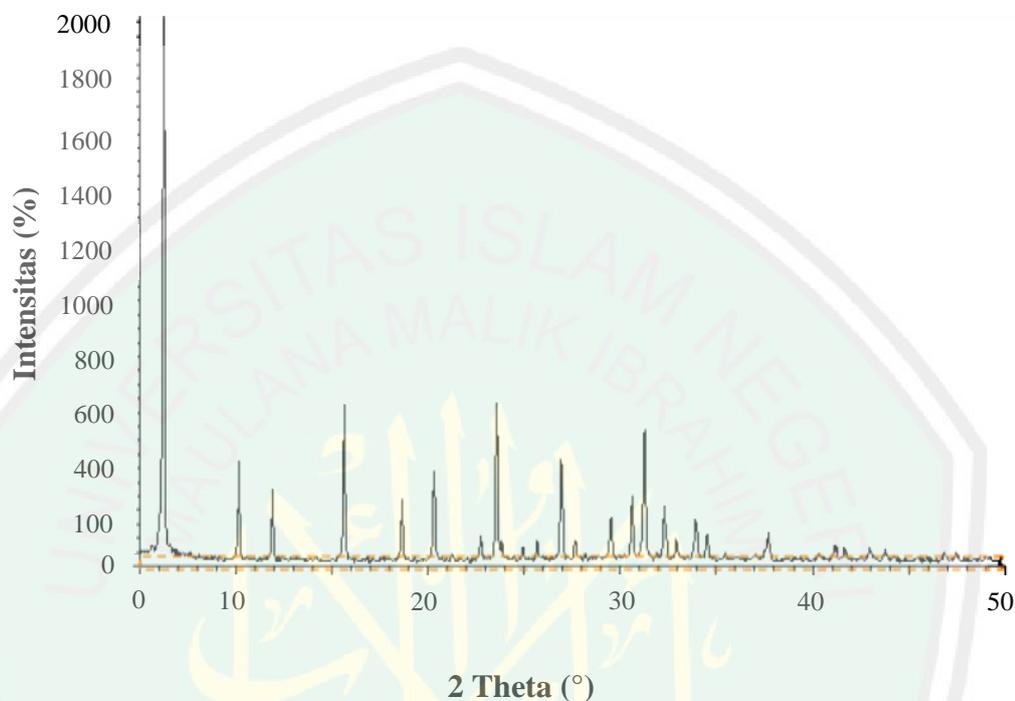


Gambar 2.10 Difraktogram zeolit Y standar (Treacy dan Higgins, 2001)

Berdasarkan difraktogram Gambar 2.10, puncak pertama zeolit Y akan muncul pada $2\theta = 6 - 10^\circ$. Apabila puncak pertama hasil difraktogram zeolit Y sintesis tidak muncul pada 2θ tersebut, maka sintesis zeolit Y yang dilakukan kurang berhasil. Pembentukan zeolit Y kompetitif dengan zeolit P. Puncak pertama zeolit P akan muncul pada $2\theta = 10^\circ$. Terbentuknya zeolit P menjadikan kemurnian zeolit Y berkurang. Difraktogram zeolit Y sintesis dari abu sekam padi disajikan pada Gambar 2.11.

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

yang relatif tinggi, hal ini menunjukkan tingginya kristalinitas produk yang terbentuk.



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

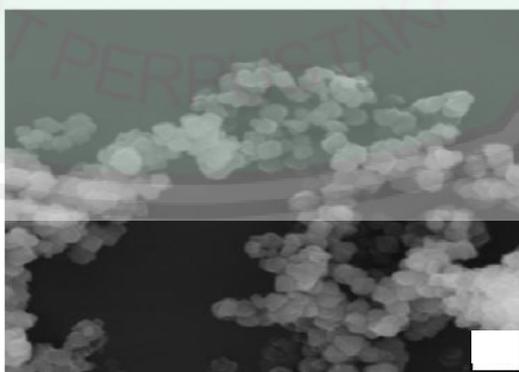
2.6.3 Analisis Morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

SEM merupakan suatu mikroskop elektron yang mampu menghasilkan gambar beresolusi tinggi dari sebuah permukaan sampel. Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat. Prinsip kerja dari SEM ialah suatu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron yang dihasilkan dapat menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas tersebut. Sehingga akan menghasilkan gambar ke dalam bidang 300 – 600 kali lebih baik dari pada mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan gambar tiga dimensi. Kebanyakan

alat SEM mempunyai jangkauan magnifikasi dari 20 – 100.000 kali (Whyman, 1996).

Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui bentuk permukaan dan keseragaman partikel. Data tersebut digunakan sebagai data pendukung dari hasil karakterisasi menggunakan XRD. Apabila difraktogram yang diperoleh memiliki intensitas yang tinggi, maka menunjukkan keseragaman kristal yang terbentuk teratur. Keteraturan kristal ini dapat diketahui dari hasil karakterisasi menggunakan SEM. Zeolit yang kristalin akan menghasilkan gambar yang jelas dan tajam (runcing), sedangkan bentuk zeolit yang amorf akan menghasilkan gambar SEM yang tidak jelas (Rahman, dkk, 2009).

Rasouli, dkk., (2012) telah mensintesis nanozeolit Na-Y dari sumber silika sintetik menggunakan template organik TMAOH dan suhu hidrotermal yang digunakan ialah 90 - 160 °C selama 48 - 72 jam. Hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) diperoleh ukuran nanozeolit Y ialah 20 ± 5 nm yang ditunjukkan pada Gambar 2.12 berikut :



Gambar 2.12 Hasil karakterisasi nanozeolit Y menggunakan templat organik dari bahan sintetik dengan analisa SEM (Rasouli, dkk., 2012)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan Juni – September 2016 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Instrumentasi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, Laboratorium Sentral FMIPA Universitas Negeri Malang dan Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi Fakultas Teknik Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut: seperangkat alat gelas, spatula, sentrifuge, neraca analitik KERN EWA 20 – 30 NM, pengaduk magnet, *hot plate*, desikator, oven (*Thermo Scientific*), tanur (*Fishcher Scientific*), termometer, botol hidrotermal tipe plastik, botol akuades, *X-Ray Fluorescence* (XRF, PAN analytical tipe minipal 4), *X-Ray Diffraction* (XRD, philip tipe E'xpert Pro), dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) tipe inspect S50.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain yaitu abu sekam padi sebagai sumber silika (SiO_2), akuades, natrium hidroksida (NaOH) p.a (Merck, 99 %), aluminium oksida (Al_2O_3) sebagai sumber alumina (Merck, 98 %),

Tetramethylammonium Hydroxide (TMAOH) (Sigma alderich 25 %), asam klorida (HCl) (Merck, 37 %), pH indikator universal, kertas saring whatman 42 dan aluminium foli.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah untuk mengetahui pengaruh suhu hidrotermal terhadap karakteristik nanozeolit Y dari abu sekam padi. Sintesis nanozeolit Y ini menggunakan komposisi molar sebesar 0,72 $(\text{TMA})_2\text{O}$: 0,0094 Na_2O : 2,5 Al_2O_3 : 1 SiO_2 : 108,82 H_2O suhu hidrotermal yang digunakan ialah 60, 80 dan 100 °C selama 48 jam.

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

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang akan dilakukan sebagai berikut:

1. Preparasi abu sekam padi sebagai sumber silika
 - a. Karakterisasi abu sekam padi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*)
2. Ekstraksi silika dari abu sekam padi
 - a. Karakterisasi silika sekam padi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*)
 - b. Karakterisasi abu sekam padi menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*)
3. Sintesis nanozeolit Y menggunakan templat organik
4. Karakterisasi nanozeolit Y menggunakan:

- a. *X-Ray Diffraction* (XRD)
- b. *Scanning Electron Microscope* (SEM)

5. Analisis data

3.5 Prosedur Penelitian

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

Sekam padi yang digunakan sebagai sumber silika terlebih dahulu dicuci menggunakan akuades untuk menghilangkan debu dan lumpur. Kemudian dibilas kembali dengan akuades mengalir. Selanjutnya sekam padi dikeringkan di bawah sinar matahari sampai sekam padi kering. Sekam padi yang telah kering dihaluskan menggunakan blender. Setelah itu, sekam padi sebanyak 50 gram ditanur pada suhu 700 °C selama 6 jam. Abu sekam padi yang dihasilkan selanjutnya diayak dengan ayakan 100 mesh. Kemudian ditimbang 5 gram abu sekam padi dan dicuci menggunakan 30 mL HCl 1 M selama 2 jam dengan diaduk menggunakan pengaduk magnet. Campuran yang dihasilkan selanjutnya disaring dan endapan yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai diperoleh filtrat netral. Setelah itu, abu sekam padi dikeringkan pada suhu 100 °C selama 1 jam. Hasil yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui kadar SiO₂ dalam abu sekam padi dengan target kadar SiO₂ sebesar 95 %.

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

Abu sekam padi hasil preparasi ditambah NaOH 7 M dengan perbandingan 1:2 (b/v) dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 5 jam pada suhu 80 °C. Filtrat yang diperoleh dipisahkan dari endapannya melalui penyaringan.

Selanjutnya filtrat dipanaskan pada suhu 100 °C selama 10 menit kemudian ditambah dengan HCl 3 M hingga pH mendekati 7 dan terbentuk endapan putih silika. Endapan silika yang diperoleh kemudian disaring menggunakan kertas saring. Endapan silika lalu dicuci menggunakan akuades dan dikeringkan pada suhu 110 °C selama 2 jam. Silika yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan XRF untuk mengetahui prosentase kandungan silika dan karakterisasi XRD untuk mengetahui kristalinitas dari silika sekam padi yang dihasilkan.

3.5.3 Sintesis Nanozeolit Y dari Abu Sekam Padi (Rasouli, dkk., 2012)

Komposisi molar yang digunakan 0,72 TMAOH : 0,0094 Na₂O : 0,4 Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O. Pembuatan nanozeolit Y dilakukan dengan mencampurkan semua bahan yang digunakan untuk sintesis yaitu 0,0363 gram NaOH, 25,86 mL TMAOH 25 %, 2,06 gram aluminium oksida (Al₂O₃) dan 3,172 gram SiO₂ ke dalam 77,592 mL H₂O kemudian diaduk dengan stirer selama 30 menit hingga homogen. Selanjutnya campuran dipindahkan ke dalam botol hidrotermal *polypropilen* plastik tertutup dan dilakukan pemeraman selama 72 jam pada suhu ruang. Setelah itu, dikristalisasi dengan metode hidrotermal pada suhu 60, 80 dan 100 °C selama 48 jam. Produk yang dihasilkan kemudian disaring dan kristal yang terbentuk dicuci menggunakan akuades sampai pH 9, lalu dikeringkan pada suhu 100 °C selama 12 jam. Selanjutnya dikalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam. Produk hasil sintesis kemudian dikarakterisasi.

3.5.4 Karakterisasi Nanozeolit Y

3.5.4.1 Analisis Kristalinitas menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD dilakukan pada nanozeolit Y hasil sintesis variasi suhu hidrotermal 60, 80, dan 100 °C. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga menjadi serbuk yang halus, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres. Selanjutnya ditempatkan pada *sampel holder* dan disinari dengan sinar-X dengan radiasi Cu K α pada λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA, sudut 2 θ sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik. Hasil difraktogram yang diperoleh akan dibandingkan dengan difraktogram standar dari referensi yang diambil dari ICDD (*International Centre Diffraction Data*) dalam bentuk *Powder Diffraction File* (Treacy dan Higgins, 2001).

3.5.4.2 Analisis Morfologi Nanozeolit Y menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Sampel nanozeolit Y hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 60, 80, dan 100 °C dilakukan karakterisasi dengan SEM untuk mengetahui morfologi ukuran dari suatu sampel padat. Sampel ditempatkan pada mesin pelapis emas dan ditempatkan pada instrumen SEM. Diamati mikrografny mulai perbesaran 5000-20000 kali hingga terlihat ukuran dan bentuk partikel dengan jelas.

3.5.5 Analisis Data

Nanozeolit Y hasil sintesis dengan variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C dilakukan perbandingan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap karakter yang dihasilkan.

3.5.5.1 Analisis Ukuran Kristal

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

Scherrer:

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

keterangan :

D : Ukuran kristal (nm)

K : Konstanta (0,9)

λ : Panjang gelombang radiasi (nm)

β : FWHM (*full width at half max*) x π /Integrasi luas puncak refleksi (radian)

θ : Sudut peristiwa sinar-X

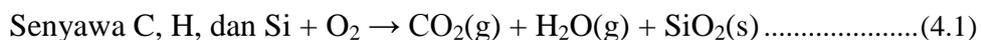
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

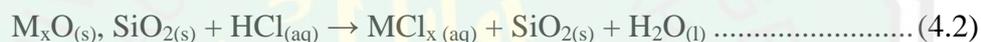
4.1 Preparasi Abu Sekam Padi

Tahapan preparasi ini dilakukan untuk menghilangkan pengotor organik dan mengurangi adanya pengotor anorganik pada sekam padi. Sekam padi yang digunakan dalam penelitian ini adalah sekam padi yang diambil dari Megaluh-Jombang. Sekam padi merupakan bagian terluar kulit padi yang mempunyai sifat fisik berwarna kuning kecoklatan. Tahapan preparasi abu sekam padi dimulai dengan pencucian sekam padi menggunakan akuades untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada sekam padi seperti lumpur, debu dan lain sebagainya. Sekam padi yang telah dicuci kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari untuk menghilangkan air.

Sekam padi kering kemudian dihaluskan untuk memperkecil ukuran dan untuk mempermudah proses pengabuan. Proses pengabuan dilakukan pada suhu 700 °C selama 6 jam untuk menghilangkan senyawa organik dalam sekam padi. Hasil pembakaran berupa abu sekam padi berwarna putih keabu-abuan yang kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh untuk menyeragamkan ukuran partikel. Abu sekam padi yang dihasilkan selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumentasi XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui komponen kimia yang terkandung pada abu sekam padi. Pada proses pengabuan sekam padi kemungkinan terjadi reaksi pembakaran sebagai berikut (Nuryono, dkk., 2004) :



Abu sekam padi selanjutnya dicuci menggunakan HCl 1 M. Pencucian abu sekam padi dengan perbandingan 5 gram abu sekam padi dengan 30 mL HCl 1 M. Pencucian dilakukan untuk melarutkan oksida-oksida logam selain SiO₂ yaitu oksida-oksida logam yang terdapat dalam abu sekam padi (Kalapathy, dkk., 2000 dan Widati, dkk., 2010). Penggunaan HCl dalam pencucian ini dikarenakan SiO₂ tidak larut atau relatif tidak reaktif terhadap Cl₂, H₂, sebagian besar logam dan semua asam kecuali HF, sehingga tidak mengurangi randemen SiO₂ (Cotton, 1989). Selama proses pencucian menggunakan HCl terjadi reaksi kimia yang ditunjukkan pada Persamaan 4.2 (Mardiana, dkk., 2013).



Campuran kemudian disaring dan dicuci dengan akuades untuk menghilangkan sisa-sisa HCl dan mineral serta kation-kation terlarut yang ada pada padatan.

Abu sekam padi sebelum dan sesudah pencucian dengan HCl dikarakterisasi menggunakan XRF. Hal ini bertujuan untuk mengetahui perubahan prosentase komponen kimia yang terdapat pada abu sekam padi sebelum dan setelah dicuci dengan HCl. Berdasarkan analisis hasil XRF pada Tabel 4.1, kandungan unsur Si (silika) dalam abu sekam padi mengalami kenaikan dari 79,2 % sebelum dilakukan pencucian menjadi 89 % setelah dilakukan pencucian menggunakan HCl 1 M. Hal ini dikarenakan berkurangnya kadar dari beberapa logam tertentu yang larut dalam HCl, sehingga dapat meningkatkan prosentase kandungan unsur Si pada abu sekam padi.

Tabel 4.1 Komposisi kimia abu sekam padi dengan metode XRF

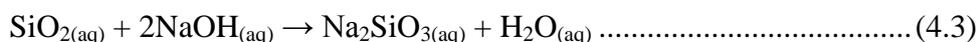
Komponen Kimia	Konsentrasi (%)	
	Sebelum pencucian	Setelah pencucian dengan HCl 1M
Si	79,2	89,0
K	12,9	5,21
Ca	3,87	2,48
Ti	-	1,36
V	0,17	0,091
Cr	0,912	0,20
Mn	0,803	0,38
Fe	1,39	1,92
Ni	0,29	0,23
Cu	0,17	0,14
Zn	0,07	0,01
Eu	0,08	0,07
Yb	0,05	0,0
Re	0,2	0,2

4.2 Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi

Proses ekstraksi dilakukan untuk mendapatkan produk silika dengan prosentase yang lebih tinggi. Ekstraksi silika diawali dengan mencampurkan 1 gram silika abu sekam padi dengan 2 mL larutan NaOH 7 M selama 5 jam pada suhu 80 °C. Penggunaan larutan NaOH dikarenakan larutan NaOH mampu untuk melarutkan silika yang ada pada abu sekam padi. Selain silika, alumina (Al_2O_3) juga larut dalam basa (Vogel, 1990).

Pemanasan padareaksi dilakukan untuk mempercepat laju ekstraksi, karena kenaikan suhu akan meningkatkan jumlah silika yang larut ke dalam ekstrak silika. Pada silika (SiO_2), elektronegativitas atom O yang tinggi menyebabkan Si lebih elektropositif dan terbentuk intermediet $[\text{HSiO}_3]^-$ yang tidak stabil, sehingga akan terjadi dehidrogenasi dan ion hidroksil pada sistem akan berikatan dengan hidrogen membentuk molekul air. Ion Na^+ dari molekul NaOH akan menyeimbangkan muatan negatif yang terbentuk dan berinteraksi

dengan ion SiO_3^{2-} membentuk natrium silikat (Mujiyanti, dkk., 2010). Reaksi yang terjadi :



Reaksi yang terjadi dilakukan dengan cara pengadukan menggunakan *stirer* yang bertujuan untuk mendistribusikan suhu agar merata dan mempercepat kontak antara pelarut dan zat terlarut. Pada proses ekstraksi, pengadukan bertujuan untuk mengurangi pengendapan (Kurniati, 2009). Larutan natrium silikat yang diperoleh kemudian ditambahkan HCl 3 M sampai terbentuk endapan. Penambahan HCl dilakukan karena kelarutan silika menjadi sangat kecil pada pH asam.

Penambahan HCl ke dalam larutan natrium silikat menyebabkan terjadinya pertukaran ion Na^+ dengan H^+ menghasilkan suatu padatan berbentuk gel yang akhirnya memisahkan partikel dari silika yang terikat dengan molekul air yaitu silika hidrosol atau asam silikat (H_2SiO_3). Reaksi yang terjadi sebagai berikut (Zaemi, dkk., 2013) :



Endapan silika kemudian disaring dan dicuci dengan akuades untuk menetralkan silika dengan menghilangkan pengotor berupa senyawa NaCl. Penghilangan senyawa NaCl dapat dilakukan dengan penambahan larutan AgNO_3 0,1 M pada filtrat dan ditandai dengan tidak adanya endapan putih.

Hasil ekstraksi dapat diketahui dari data XRF pada Tabel 4.2. Berdasarkan analisis hasil XRF pada Tabel 4.2, kandungan unsur Si (silika) dalam abu sekam padi semakin meningkat setelah dilakukan ekstraksi yakni menjadi 94,7 %. Sedangkan kandungan unsur-unsur lain seperti K, Ca, Mn, Fe dan yang lainnya

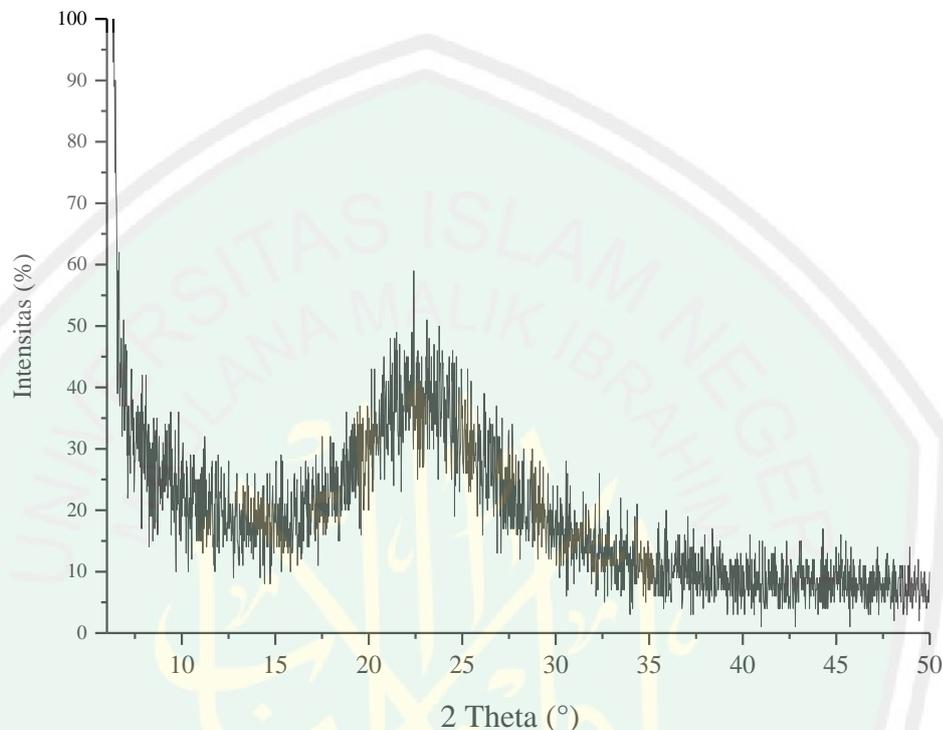
menurun. Hal tersebut dikarenakan kelarutan silika dalam pelarut basa yang tinggi. Selain karakterisasi menggunakan XRF, silika yang diperoleh dari hasil ekstraksi juga dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui tingkat kristalinitas dari silika abu sekam padi yang dihasilkan pada sudut $2\theta = 5-50^\circ$. Hasil difraktogram silika abu sekam padi ditunjukkan pada Gambar 4.1.

Tabel 4.2 Komposisi abu sekam padi setelah ekstraksi

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

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa pola difraksi yang dihasilkan terdapat gundukan pada $2\theta = 20-25^\circ$ dengan intensitas yang sangat rendah sehingga puncak tidak terlihat dengan jelas. Hal ini menunjukkan bahwa silika yang dihasilkan dari abu sekam padi memiliki sifat amorf. Silika amorf merupakan silika yang memiliki susunan atom dan molekul berbentuk pola acak dan tidak beraturan, sehingga dalam berbagai kondisi dianggap lebih reaktif dibanding silika kristalin. Tingkat kereaktifan dari silika amorf disebabkan karena adanya gugus hidroksil (silanol) (Kirk-Othmer, 1984). Oleh sebab itu, silika pada

abu sekam padi dapat digunakan sebagai sumber silika dalam mensintesis nanozeolit Y.



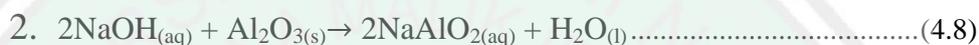
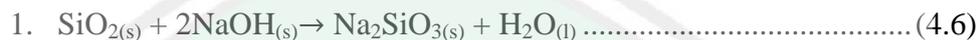
Gambar 4.1 Difraktogram silika abu sekam padi

4.3 Sintesis Nanozeolit Y

Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan menggunakan silika ekstrak dari abu sekam padi sebagai salah satu bahan utamanya. Sintesis ini menggunakan metode sol-gel. Metode sol-gel merupakan suatu proses pembentukan senyawa anorganik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah, dimana dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair (gel) (Fernandez, 2011). Metode sol gel meliputi 5 tahap yaitu hidrolisis, kondensasi, pemeraman, kristalisasi (hidrotermal) dan pengeringan.

Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C dengan penambahan templat organik berupa TMAOH. Rasio

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang digunakan adalah 2,5 dengan komposisi molar $0,72 (\text{TMA})_2\text{O} : 0,0094 \text{Na}_2\text{O} : 0,4 \text{Al}_2\text{O}_3 : 1 \text{SiO}_2 : 108,82 \text{H}_2\text{O}$. Proses pencampuran bahan NaOH dengan SiO_2 dan Al_2O_3 menghasilkan natrium alumina dan natrium silika. Tahap ini merupakan tahap hidrolisis prekursor oleh air sehingga menghasilkan sol berupa koloid putih dengan reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



Proses sintesis dilakukan dengan penambahan NaOH yang bertindak sebagai aktivator untuk membentuk natrium silika dan natrium alumina yang larut dalam air, serta untuk mendapatkan kondisi basa pada saat sintesis (Sholichah, dkk., 2013). Sintesis nanozeolit Y dilakukan pada kondisi basa dikarenakan pada kondisi tersebut akan terjadi polimerisasi ion-ion pembentuk nanozeolit. Pada kondisi $\text{pH} > 6$ akan terbentuk anion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yang merupakan anion pembentuk zeolit yang berasal dari sumber alumina. Anion dari silika juga mempengaruhi pembentukan kerangka zeolit. Pada $\text{pH} > 12$ akan terbentuk ion $\text{Si}(\text{OH})_4^-$ dari sumber silika yang merupakan ion utama dalam pembentukan kerangka zeolit (Hamdan, 1992). Hasil penelitian yang dilakukan menunjukkan bahwa larutan campuran menghasilkan $\text{pH} = 13$, sehingga diharapkan reaksi pembentukan zeolit dapat berjalan secara optimum.

Penambahan molekul organik berupa TMAOH pada sintesis nanozeolit Y digunakan sebagai templat atau wadah yang mengarahkan pada pembentukan struktur nanozeolit. Templat merupakan kation surfaktan yang difungsikan untuk

menetralkan anion pembentuk zeolit yaitu $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ (Mazak, 2006). Ketika larutan alumina dan larutan silika dicampur dengan TMAOH, maka akan membentuk suatu misel-misel. Gugus hidrofobik akan berkumpul dan kepala hidrofilik akan saling menjauhi gugus hidrofobiknya sehingga membentuk suatu lingkaran silinder (Warsito, dkk., 2008). Interaksi antara templat organik dengan anion pembentuk zeolit akan berlangsung secara kontinyu disertai adanya reaksi kondensasi yang membentuk ikatan Si-O-Al. Reaksi kondensasi ditandai dengan adanya perubahan dari sol menjadi gel. Berikut reaksi yang terjadi (Ojha, dkk., 2014) :



Tahap pembentukan gel terjadi secara maksimal pada tahap pemeraman (*ageing*). Proses pemeraman (*ageing*) merupakan proses awal dari pembentukan inti kristal (Warsito, dkk., 2008). Proses pemeraman pada sintesis nanozeolit Y ini dilakukan selama 72 jam. Pada tahap ini jaringan gel yang dihasilkan akan lebih kaku dan kuat. Hasil yang diperoleh dari tahap ini ialah gel berwarna putih. Pada kondisi gel tersebut, terjadi penggabungan antar partikel yang dihasilkan dari proses hidrolisis yaitu $\text{Si}(\text{OH})_4^-$ dan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ yang diawali dengan saling tumpang tindihnya spesi tersebut diikuti dengan pelepasan molekul H_2O menjadi polimer Si-O-Al (Tovina, 2009).

Gel yang dihasilkan dari proses pemeraman selanjutnya dilakukan proses hidrotermal pada variasi suhu 60, 80 dan 100 °C selama 48 jam. Proses hidrotermal ini melibatkan air dan panas, dimana larutan prekursor dipanaskan pada suhu relatif tinggi (± 100 °C) dalam wadah tertutup (Oye, dkk., 2011). Proses hidrotermal ini merupakan tahap pertumbuhan kristal yang bertujuan untuk

menyeragamkan kristal yang terbentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal nanozeolit Y sintesis. Pada tahap ini, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya oleh adanya pemanasan sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal. Pada keadaan ini terjadi kesetimbangan antara embrio inti kristal, gel amorf sisa dan larutan lewat jenuh. Apabila gel amorf sisa larut kembali, maka akan terjadi pertumbuhan kristal dari embrio inti hingga gel amorf sisa tersebut habis dan terbentuk kristal dalam keadaan stabil (Warsito,dkk., 2008). Berikut reaksi yang terjadi pada proses hidrotermal (Zhely dan Widiastuti, 2012) :



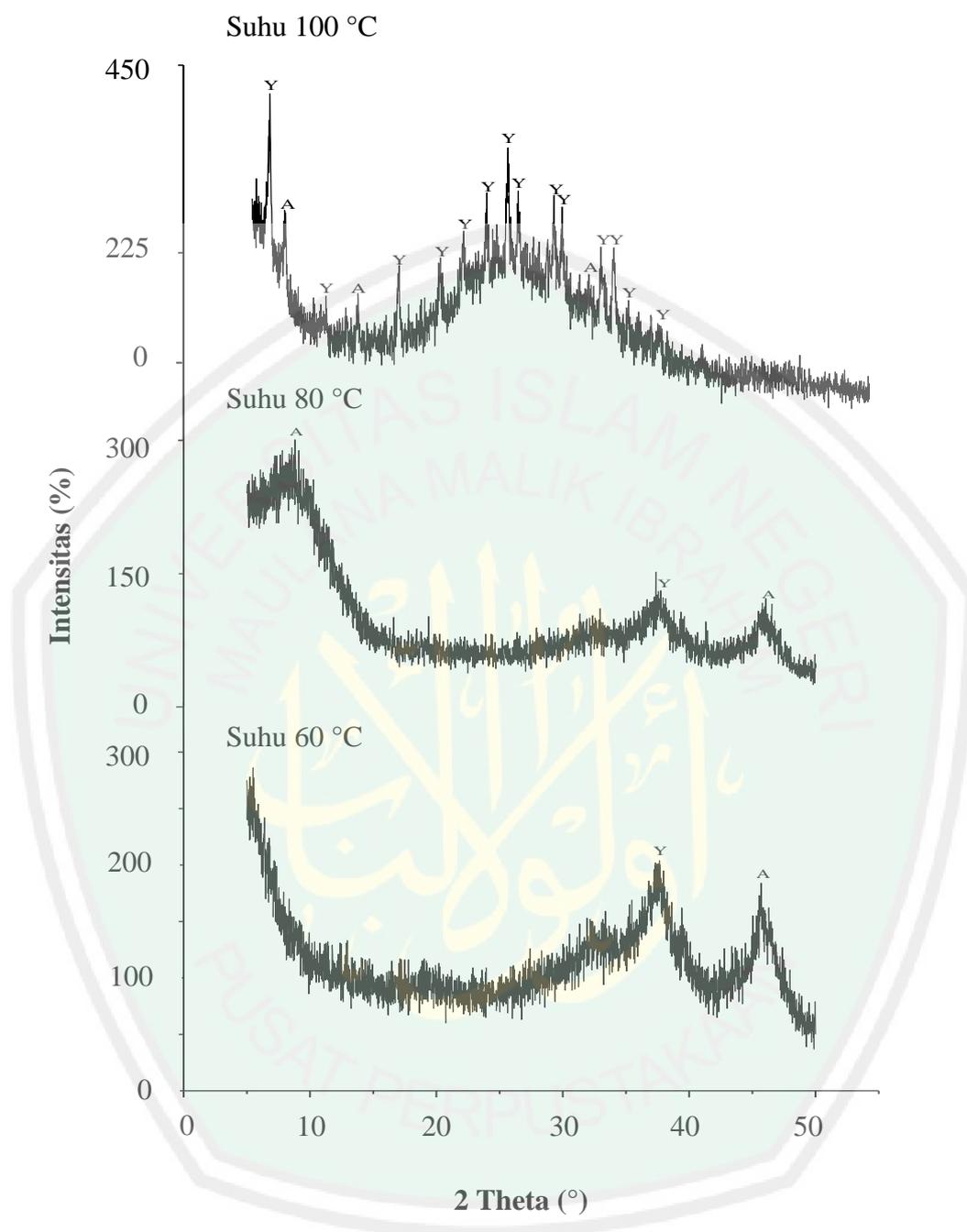
Padatan yang dihasilkan dari proses hidrotermal kemudian dilakukan pencucian menggunakan akuades sampai pH 9 yang bertujuan untuk menghilangkan material selain zeolit. Tahap selanjutnya ialah pengeringan yang dilakukan pada suhu 100 °C selama 12 jam dengan tujuan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori zeolit. Tahap terakhir dari sintesis nanozeolit Y ini ialah dilakukan kalsinasi pada suhu 550 °C selama 6 jam yang bertujuan untuk mendekomposisi TMAOH yang tertinggal pada pori material setelah proses hidrotermal sehingga diperoleh pori yang terbuka dan hasil akhir dari proses sintesis ini ialah didapatkan padatan berwarna putih. Untuk mengetahui padatan putih yang dihasilkan adalah nanozeolit Y, maka diperlukan adanya karakterisasi terhadap hasil sintesis yang telah dilakukan.

4.4 Karakterisasi Nanozeolit Y Hasil Sintesis

4.4.1 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Karakterisasi nanozeolit Y dilakukan dengan menggunakan instrumentasi *X-Ray Diffraction (XRD)* pada variasi suhu hidrotermal 60, 80 dan 100 °C. Karakterisasi menggunakan XRD bertujuan untuk menentukan tingkat kristalinitas dan kemurnian dari nanozeolit Y hasil sintesis dengan cara mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral yang menyusun sampel.

Berdasarkan hasil difraktogram pada Gambar 4.2 diketahui bahwa nanozeolit Y hasil sintesis belum murni yakni diperoleh campuran nanozeolit Y dan A. Akan tetapi, hasil puncak difraktogram yang diperoleh menunjukkan semakin bertambahnya suhu hidrotermal yang digunakan semakin banyak pula puncak nanozeolit Y yang dihasilkan. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi suhu hidrotermal yang digunakan maka semakin bertambah pula kristalinitas nanozeolit Y yang dihasilkan. Menurut Jumaeri, dkk., (2007), suhu pada proses hidrotermal berpengaruh terhadap karakteristik produk yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan suhu yang tinggi mampu menyediakan energi yang cukup untuk pertumbuhan inti dan mempercepat proses kristalisasi. Puncak nanozeolit Y muncul paling banyak pada suhu 100 °C. Hal tersebut menunjukkan bahwa kristalinitas terbaik diperoleh pada nanozeolit Y hasil sintesis pada suhu 100 °C.



Gambar 4.2 Difraktogram nanozeolit Y sintesis suhu 60, 80 dan 100 °C dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5

Analisis hasil XRD dilakukan dengan membandingkan puncak-puncak difraksi hasil sintesis dengan standar *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2001). Berikut merupakan data hasil

perbandingan antara nanozeolit Y hasil sintesis dengan data standar zeolit Y dan zeolit A yang dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil perbandingan data zeolit hasil sintesis dengan data standar JCPDS

Suhu 60 °C		Suhu 80 °C		Suhu 100 °C	
Sudut 2θ (°)	Intensitas (%)	Sudut 2θ (°)	Intensitas (%)	Sudut 2θ (°)	Intensitas (%)
37,5046	81,28	8,7080	64,95	6,2911	75,26
45,6889	100,00	37,5767	56,93	7,4374	40,76
		45,7164	100,00	10,2368	7,99
				12,7053	16,05
				15,6701	29,69
				18,6871	34,90
				20,3901	52,81
				22,0980	68,02
				23,6839	100,00
				24,4311	72,65
				26,9981	71,66
				27,5869	67,82
				29,5885	34,39
				30,4683	48,02
				31,3507	56,24
				32,4329	25,82
				34,7074	17,32

Berdasarkan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa adanya pengotor nanozeolit A dari ketiga variasi suhu hidrotermal yakni 60, 80 dan 100 °C selama 48 jam. Adanya pengotor tersebut dikarenakan unit pembangun sekunder (SBU) antara nanozeolit A dan nanozeolit Y adalah sama. Nanozeolit A dapat disusun dari unit sekunder 4,4 dan 4,6. Sedangkan nanozeolit Y dapat disusun dari unit sekunder 4,6 dan 6,6. Oleh karena itu kemungkinan untuk terbentuknya nanozeolit A maupun nanozeolit Y dari SBU tersebut sangat besar terjadi.

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

Analisis lebih lanjut dapat dilakukan proses *refinement* (penghalusan) menggunakan program *Rietica*. Analisis ini dilakukan untuk mengetahui derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen dengan data standar. Analisis tersebut untuk mengetahui adanya perubahan parameter sel satuan dari material yang disintesis. Model awal atau input yang digunakan yaitu nanozeolit Y standar yang memiliki bentuk simetri $Fd3m$ dan kisi kristal kubik dengan parameter sel $a=b=c=24,2576$ (Å) dan $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ (Treacy dan Higgins, 2001). Hasil akhir dari proses *refinement* disajikan pada Tabel 4.4.

Berdasarkan Tabel 4.4 diperoleh nilai parameter kisi pada sampel sedikit mengalami perubahan dibandingkan dengan data standarnya. Hal tersebut dikarenakan adanya pergeseran atau perbedaan sudut difraksi (Istiqomah, dkk., 2014). Derajat kesesuaian antara data hasil eksperimen dengan data standar ditunjukkan dari nilai R_p , R_{wp} dan *goodnes-of-fit* (GoF). Nilai R_p dan R_{wp} merupakan nilai residu kesalahan, dimana jika nilai yang dihasilkan mendekati 0 maka kurva intensitas percobaan semakin mirip dengan kurva intensitas teoritis,

serta nilai Rp dan Rwp bisa diterima jika $\leq 20\%$. GoF merupakan nilai indikator penyesuaian terbaik dari percobaan. Parameter hasil *refinement* yang telah dilakukan dapat dikatakan *acceptable* (bisa diterima) apabila nilai GoF (*Good of Fitness*) kurang dari 4 % (Widodo dan Darminto, 2010).

Tabel 4.4 Parameter sel satuan nanozeolit Y menggunakan program *Rietica*

Sampel	Space Group	Kisi Kristal	a=b=c (Å)	$\alpha=\beta=\gamma$	Rp (%)	Rwp (%)	GoF (λ^2)
Suhu 60 °C	<i>Fd3m</i>	Kubik	24,7192	90 °C	15,66	15,53	0,5252
Suhu 80 °C	<i>Fd3m</i>	Kubik	24,2350	90 °C	11,74	10,38	0,2947
Suhu 100 °C	<i>Fd3m</i>	Kubik	24,2559	90 °C	20,78	19,31	1,656

Data hasil XRD juga dapat dilakukan analisis kuantitatif untuk mencari ukuran kristal dari nanozeolit Y hasil penelitian. Ukuran kristal nanozeolit Y dihitung dengan menggunakan persamaan *Debye Schererr*. Keberhasilan sintesis nanozeolit Y dapat diketahui apabila ukuran kristal berkisar antara 1-100 nm. Hasil perhitungan yang telah dilakukan dapat dilihat pada Tabel 4.5.

Berdasarkan Tabel 4.5 menunjukkan bahwa ukuran kristal nanozeolit Y suhu 60 °C sebesar 20,92 nm, suhu 80 °C sebesar 93,18 nm dan suhu 100 °C berkisar antara 40-96 nm. Secara keseluruhan, ukuran kristal nanozeolit Y yang dihasilkan berkisar antara 20-96 nm. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa zeolit yang dihasilkan pada penelitian ini merupakan zeolit yang berukuran nanopartikel. Adapun faktor-faktor yang dapat mempengaruhi ukuran kristal selain suhu dan waktu pemeraman ialah adanya molekul organik. Penambahan molekul organik berupa TMAOH dalam sintesis ini dapat menyebabkan konsentrasi ion OH⁻ semakin meningkat. Dengan bertambahnya konsentrasi ion OH⁻ dapat meningkatkan laju nukleasi dan kelarutan Si dan Al sehingga dapat

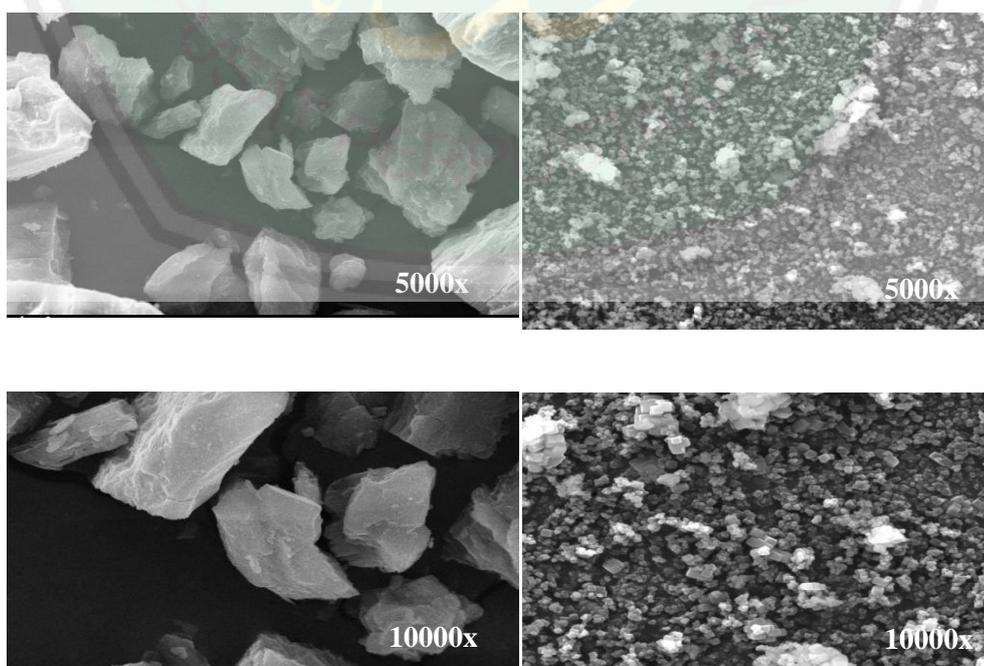
mempengaruhi ukuran kristal yang dihasilkan (Rakoczy dan Traa, 2003). Berdasarkan hal tersebut diharapkan nanozeolit Y hasil sintesis dapat memiliki kinerja yang lebih bagus.

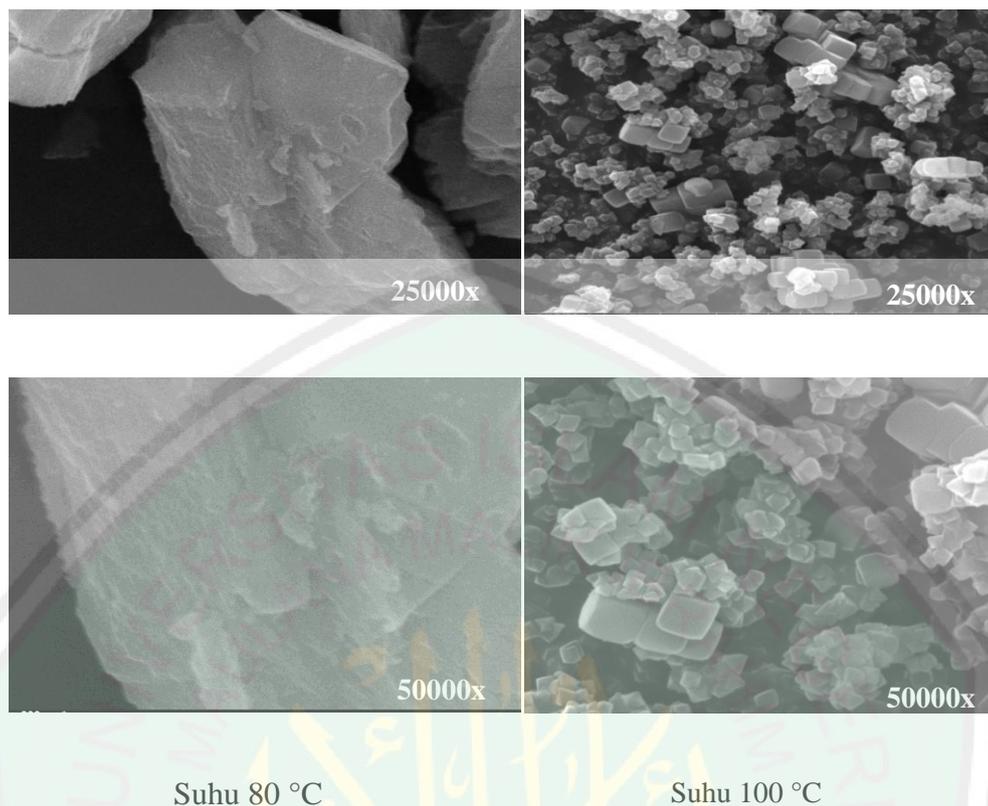
Tabel 4.5 Ukuran kristal nanozeolit Y sintesis dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5

Sampel	2 theta (°)	Ukuran kristal (nm)
Nanozeolit suhu 60 °C	37,5046	20,92
Nanozeolit suhu 80 °C	37,5767	93,18
Nanozeolit suhu 100 °C	22,0980	40,37
	26,9981	40-76
	31,3507	41,14

4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Morfologi permukaan dari nanozeolit Y yang dihasilkan dapat dilihat melalui karakterisasi menggunakan SEM. Hasil dari karakterisasi SEM berupa gambar yang menunjukkan keseragaman serta bentuk dari kristal nanozeolit Y yang dihasilkan. Hasil karakterisasi SEM dapat dilihat pada Gambar 4.3 berikut ini.





Gambar 4.3 Hasil SEM nanozeolit Y variasi suhu 80 dan 100 °C dengan rasio molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 2,5

Berdasarkan Gambar 4.3, nanozeolit Y hasil sintesis pada suhu 80 °C menghasilkan morfologi kristal tampak lebih besar. Sedangkan pada suhu 100 °C morfologi tampak lebih kecil sehingga luas permukaannya lebih besar. Bentuk morfologi kristal yang dihasilkan menunjukkan bahwa pada suhu 80 °C tidak berbentuk kristal kubus dengan ukuran yang tidak seragam. Sedangkan pada suhu 100 °C menunjukkan bahwa morfologi kristal yang dihasilkan berbentuk kubus dengan keseragaman yang lebih tinggi. Sehingga nanozeolit Y hasil sintesis pada suhu 100 °C memiliki kristalinitas yang lebih tinggi. Hal ini sesuai dengan data XRD yang diperoleh yakni pada suhu 100 °C puncak nanozeolit Y muncul lebih banyak dari pada suhu 80 °C. Selain itu, suhu 100 °C memiliki kristalinitas yang

lebih tinggi dari suhu 80 °C yang sesuai dengan pernyataan Rahman, dkk., (2010) bahwa, zeolit yang kristalin akan menghasilkan gambar yang jelas dan tajam, sedangkan bentuk zeolit yang amorf akan menghasilkan gambar SEM yang tidak jelas.

Ukuran kristal yang dapat dilihat dari morfologi kristal menunjukkan bahwa pada suhu 80 °C tampak lebih besar dari suhu 100 °C. Hal ini sesuai dengan hasil perhitungan melalui data XRD bahwa pada suhu 80 °C ukuran kristalnya lebih besar yakni 93,18 nm. Sedangkan pada suhu 100 °C ukuran kristal yang terbentuk yakni berkisar antara 40 - 45 nm.

4.5 Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Islam

Allah telah menciptakan segala sesuatu di bumi ini dengan tujuan yang haq, tidak dengan bermain-main. Allah berfirman dalam surat ad-Dukhan ayat 38-39 :

وَن لَّا أَكْثَرُهُمْ وَلَكِن بِالْحَقِّ إِنَّا خَلَقْنَاهُمَا مِمَّا لَعِينِ بَيْنَهُمَا وَمَا وَاللَّأَرْضَ السَّمَوَاتِ خَلَقْنَا وَمَا
يَعْلَمُ

“Dan Kami tidak menciptakan langit dan bumi dan apa yang ada antara keduanya dengan bermain-main(38) Kami tidak menciptakan keduanya melainkan dengan haq, tetapi kebanyakan mereka tidak mengetahui (39).”

Tafsir Al-Misbah menjelaskan bahwa, alam semesta ini tidak diciptakan tanpa tujuan, maka manusia pun harus memiliki tujuan sebagaimana yang dikehendaki Allah. Seandainya penciptaan alam ini tanpa tujuan yang haq, maka itu berarti apa yang dilakukan Allah Swt. menyangkut kehidupan dan kematian makhluk, atau penciptaan serta pemusnahannya,

semuadilakukanNyatanpatujuan,
berartisemuaitusekedar*la'ib/permainand*alamartiaktivitas yang
bukanpadatempatnyajugatidakmempunyaitujuan tertentu (Shihab, 2002). Salah
satunya ialah penciptaan padi yang menghasilkan limbah sekam padi dengan
jumlah melimpah yang memiliki kadar silika tinggi. Penciptaan padi tersebut
bukan tanpa tujuan. Limbah sekam padi dapat dimanfaatkan pada penelitian ini
sebagai sumber silika dalam sintesis nanozeolit Y.

Sintesis nanozeolit Y dilakukan dengan tiga variasi suhu hidrotermal yaitu
60, 80 dan 100 °C. Hasil yang diperoleh menunjukkan adanya perbedaan suhu
hidrotermal dapat mempengaruhi kristalinitas dari nanozeolit Y tersebut.
Nanozeolit Y memiliki kristalinitas tertinggi dihasilkan pada suhu 100 °C.
Berdasarkan hal tersebut memberikan suatu pertanda bahwasanya setiap ciptaan
Allah SWT. itu memiliki ukuran-ukuran tertentu. Apabila ukurannya tidak sesuai
maka hasil yang akan diperoleh juga tidak akan maksimal begitupun dengan
sintesis nanozeolit Y ini. Sebagaimana firman Allah dalam surat al-Furqan ayat 2:

رَهُ شَيْءٍ كُلِّ وَخَلَقَ الْمَلِكِ فِي شَرِيكَ لَهُ رِيكُنْ وَلَمْ وَلَدًا يَتَّخِذْ وَلَمْ وَالْأَرْضِ السَّمَوَاتِ مُلْكُهُ الَّذِي
تَقْدِيرًا فَقَد

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

Kata *qaddara* berarti kadar tertentu yang tidak bertambah atau berkurang,
atau berarti kuasa, atau berarti ketentuan dari sistem yang ditetapkan terhadap
segala sesuatu. Sedangkan kata *taqdiiron* adalah bentuk *masdar* dari kata

qaddara. Ayat ini menyangkut pengaturan Allah Swt. serta keseimbangan yang dilakukanNya antar makhluk. Artinya tidak ada satu pun ciptaanNya yang bernilai sia-sia sebab semuanya memiliki potensi sesuai dengan kadar yang cukup (Shihab, 2003).

Manusia hidup didunia ini tidak ada satupun yang perlu untuk dibanggakan dari dirinya dan apapun yang dimilikinya karena segala sesuatu hanya milik Allah Swt. yang maha segalanya. Sangat mudah bagi Allah untuk menciptakan segala sesuatu hanya dengan ucapan “ كُنْ فَيَكُونُ ” yang artinya “*Jadilah!, maka terjadilah dia*” yang terdapat dalam surat Yaasin ayat 82. Ayat tersebut menunjukkan ada kekuatan Maha dahsyat diatas segala penciptaan alam semesta ini yaitu Allah ‘azza wa jalla. Betapa sangat mudahnya Allah menciptakan sesuatu, sedangkan manusia dengan segala kekurangannya begitu rumitnya membuat zeolit buatan yang mirip dengan zeolit alam dengan berbagai metode salah satunya variasi suhu hidrotermal untuk menghasilkan produk yang mirip dengan zeolit alam. Namun pada kenyataannya hasil karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* menunjukkan banyak kekurangan pada hasil sintesis yakni adanya campuran nanozeolit lain yaitu nanozeolit A.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Nanozeolit Y dapat disintesis dari abu sekam padi sebagai sumber silika menggunakan metode sol-gel dengan penambahan templat organik berupa TMAOH. Hasil XRD menunjukkan bahwa ada 2 campuran yang terkandung dalam nanozeolit sintesis yaitu nanozeolit Y dan A. Nanozeolit Y dengan kristalinitas tertinggi terbentuk pada suhu 100 °C. Ukuran kristal yang dihasilkan pada suhu 60, 80 dan 100 °C berturut-turut yaitu 20,92; 93,18; dan 40 - 45 nm. Analisa SEM menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu bentuk kristal semakin terlihat jelas membentuk kubus.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan optimasi proses ekstraksi silika dari abu sekam padi agar diperoleh silika dengan kemurnian yang lebih tinggi.
2. Nanozeolit Y hasil sintesis pada penelitian ini masih berupa campuran dengan nanozeolit A. Perlu dilakukan penelitian yang serupa dengan menggunakan reaktor hidrotermal pada proses hidrotermal.
3. Diperlukan penelitian lebih lanjut mengenai aplikasi dari nanozeolit Y hasil sintesis dari abu sekam padi dengan variasi suhu hidrotermal menggunakan metode sol-gel.

DAFTAR PUSTAKA

- Aditama, S. N. 2015. Sintesis dan karakterisasi Zeolit X dari Abu Vulkanik Gunung Kelud dengan Variasi Suhu Hidrotermal Menggunakan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Adziimaa, A.F., Risanti, D.D., dan Mawarni, L.J. 2013. Sintesis Natrium Silikat dari Lumpur Lapindo sebagai Inhibitor Korosi. *Jurnal Teknik Pomits*. Vol.1, no.1, hal. 1-6.
- Agustinus, E.T.S. 2009. *Sintesis Hidrotermal Atapulgit Berbasis Batuan Gelas Vulkanik (Perlit) : Perbedaan Perlakuan Statis dan Dinamis Pengaruhnya Terhadap Kuantitas Dan Kualitas Kristal*. Bandung: Puslit Geoteknologi Komplek LIPI.
- Al-Atsari. 2004. *Tafsir Ibnu Katsir*, Terj. Bogor: Pustaka Imam as-Syafi'i.
- Anggoro, D.D., dan Purbasari, A. 2009. The Optimization of Production Zeolite Y Catalyst from RHA by Response Surface Methodology. *Reaktor*, Vol. 12 No. 3, Juni 2009, Hal. 189-194. Semarang: Universitas Diponegoro Semarang.
- Aplesiasfika, H. 2007. Pengembangan Reaktor Fotokatalisis dengan Teknik Immobilisasi $\text{TIO}_2 \cdot \alpha \text{Au}$ Nanopartikel Dalam Sistem Centrifugal Cylindrical Glass Cell (CCGC). *Skripsi*. Jakarta: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Astini, V. 2008. Efektivitas Penambahan Karbon Terhadap Proses Reduksi Langsung Besi Oksida. *Skripsi S-1 UI*. Depok: Universitas Indonesia.
- Ayoup, M., Ghrair, J.I., and Thilo, S. 2009. *Journal of Nanoparticulate Zeolitic Tuff for Immobilizing Heavy Metals in Soil: Preparation and Characterization, Water Air Soil Pollut.* 203: 155-168 DOI10.1007/s11270-009-9999-6
- Barrer, R.M. 1982. *Hydrothermal Chemistry of Zeolites*. London: Academic Press.
- Bhatia, S. 1990. *Zeolite Catalysis: Principles and Applications*. Florida: CRC Press.
- Breck, D.W. 1974. *Zeolite Molecular Sieve: Structure Chemistry and Use*. New York: Jhon Wiley.
- Chakraverty, A., Mishra, P., dan Banerjee, D. 1988. Investigation of Combustion of Raw and Acid-Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica. *Journal of Materials Science*. Vol 23. 21-24.

- Cotton dan Wilkison. 1989. *Kimia Anorganik Dasar*. Terjemahan Sahati Sunarto dari Basic Inorganic Chemistry (1976). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia Press Additives.
- Danarto, Y.C., Nur, A., Seiawan, D.P., dan Kuncoro, N.D. 2010. Pengaruh Waktu Operasi Terhadap Karakteristik Char Hasil Pirolisis Sekam Padi Sebagai Bahan Pembuatan Nano Struktur Supermikroporous Carbon. *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia*. Yogyakarta.
- Della, V.P., I. Kühn, D. dan Hotza. 2002. Rice husk ash an alternate source for active silica production. *Materials Letters*. Vol. 3895.
- Effendy. 2006. *Teori VSEPR, Kepolarandan Gaya Antarmolekul*. Malang: Bayumedia Publishing.
- Fathizadeh, M., & Ordou, N. (2011). International Journal of Industrial Chemistry Controlling Yield of NaY Zeolite Synthesis by Hydrothermal Method, 2(4), 190–195.
- Feijen E.J.P., Martens J.A. dan Jacobs P.A. 1994. Zeolites and their Mechanism of Synthesis. *Studies in Surface Science and Catalysis*, 84:3-19.
- Fernandes, B.R. 2011. *Makalah Sintesis Nanopartikel*. Padang: Universitas Andalas Padang.
- Gates, Bruce C. 1992. *Catalytic Chemistry*. Singapore: John Wiley and Sons Inc.
- Ghasemi, Z. dan Habibollah, Y. 2011. Preparation and Characterization of Nanozeolite NaA from Rice Husk at Room Temperature without Organic
- Hamdan, H. 1992. *Introduction to Zeolite: Synthesis, Characterization and Modification*. Malaysia: Universitas Teknologi Malaysia.
- Hara, Ishizaki, K dan Nanko, M. 1996. *Utilization of Agrowastes for Building Materials*, International Research and Development Cooperation Division. Japan : AIST, MITI.
- Haryadi. 2006. *Teknologi Pengolahan Beras*. Gadjah Mada University Press.
- Holmes, S.M., Zholobenko, V.L., Thursfield, A., Plaisted, R.J., Cundy, C.S., dan Dwyer, J. 1998. In Situ FTIR Study of the Formation of MCM-41. *J.Chem. Soc., Faraday Trans.*, 94, 2025-2032.
- Houston, D. F. 1972. *Rice Chemistry and Technology*. American Association on of Cereal Chemist.
- Hu, H., Landon, O., dan Ayo, A. 2010. Characterizing and Modeling Mechanical Properties of Nanocomposites-Review and Evaluation. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. Vol. 9 No.4 pp. 275-319.

- Hwang, C.L., dan Chandra, S. 1997. The Use of Rice Husk Ash in Concrete. *Waste Materials Used in Concrete Manufacturing*. USA: Noyes Publications.
- Imam, P.T., Arneli, dan Suseno, A. 2013. Pengaruh Konsentrasi NaoH pada Pengambilan Silika dari Abu Sekam Padi untuk Sintesis Zeolit dan Aplikasi sebagai Builder Detergen. *Jurnal UNDIP*. 1(1) 25-282. Fakultas Sains dan Matematika. UNDIP.
- Indrawati, L. 2009. *Teknologi Bahan Bangunan Bata dan Genteng*. Balai Penelitian Keramik. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada.
- Istiqomah, M., Anif, J., dan Yofentina, I. 2014. Pembuatan Material Feroelektrik Barium Titanat (BaTiO_3) Menggunakan Metode Solid State Reaction. *Jurnal Fisika Indonesia* No: 53, Vol XVIII. ISSN : 1410-2994.
- Jenkin, R. 1988. *X-Ray Fluorescence Spectrometry*. Toronto: John Wiley & Sons.
- Jumaeri, Astuti, P., Sulistyaningsih, T., dan Latifah. 2008. Sintesis Zeolit dari Abu Layang Batubara Secara Alkali Hidrotermal dan Aplikasinya Sebagai Penukar Ion dalam Proses Pengolahan Air. *Laporan Penelitian Hibah Bersaing*. Semarang : Jurusan Kimia FMIPA UNNES.
- Kalpathy, U., Proctor, A., dan Shultz, J. 2000. A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technol*. Vol. 73, hal: 257-262.
- Kasmui, Muhlisin, M.Z., dan Sumarni, W. 2008. Kajian Pengaruh Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Terhadap Perubahan Ukuran Pori Zeolit Y dengan Menggunakan Metode Mekanika Molekuler. *Jurnal Kimia*: UNNES.
- Kirk and Orthmer. 1984. *Encyclopedia of Chemical Technology*. USA: John Wiley and Son Inc.
- Kiti, E.V. 2012. Synthesis Of Zeolites and Their Application to the Desalination of Seawater. *Tesis*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.
- Koller, H. dkk. 1997. ^{13}C and ^{23}Na Solid-State NMR Study on Zeolite Y Loaded with $\text{Mo}(\text{CO})_6$. *Journal Physical Chemistry*. Eindhoven University of Technology : Netherlands.
- Kondru, A. K., Kumar, P., Teng, T. T., Chand, S., & Wasewar, K. L. (2011). Synthesis and Characterization of Na-Y Zeolite from Coal Fly Ash and its Effectiveness in Removal of Dye from Aqueous Solution by Wet Peroxide Oxidation, 46–54.

- Krishnarao R. V., Subrahmanyam J., dan Kumar, T. J., 2000, "Studies on the Formation of Black in Rice Husk Silica Ash", *J. Ceramic Society.*, 21: 99 – 104.
- Kurniati, E. 2009. *Ekstraksi Silica White Powder dari Limbah Padat Pembangkit Listrik Tenaga Panas Bumi Dieng*. Surabaya : Penerbit UPN Press.
- Lee, J. D. 1991. *Concise Inorganic Chemistry*. Chapman and Hall : London.
- Lesley, S., dan Moore, E. 2001. *Solid State Chemistry*. Cheltenham : Nelson Thornes Ltd. *structures Assembled from Zeolite ZSM-5 and Zeolite Beta Seeds*. *Angew and teChemie*. 113(7): 1295 – 1298.
- Mardiana, I., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh pH dan Waktu Aging dalam Sintesis Silika Xerogel Berbasis Sekam Padi. *Kimia Student Journal*, 2(1): 337-344: Universitas Brawijaya Malang.
- Masoudian, S.K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X From Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering and Catalysis*. 8(1) 54-60. Iran.
- Mastropietro, T.F., Drioli E., dan Poerio. 2014. Low Temperature Synthesis of Nanosized NaY Zeolite Crystals From Organic-Free Gel by Using Supported Seeds. *Journal of The Royal Society of Chemistry*. Vol 4 21951-21957.
- Mazak, M.A., 2006. Modified Zeolite Beta As Catalyst in Friedel-Crafts Alkylation of Resorcinol. *Thesis Chemistry*. Malaysia: UTM.
- Mintova, S., dan Ng, E-P. 2013. *Zeolite Nanoparticles*. France: Elsevier.
- Moamen, O. A. A., Ismail, I. M., Abdelmonem, N., & Rahman, R. O. A. (2014). Factorial Design Analysis for Optimizing the Removal of Cesium and Strontium Ions on Synthetic Nano-sized Zeolite. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 000, 1–12. <http://doi.org/10.1016/j.jtice.2015.04.007>.
- Mohamed, R. M. (2012). Rice husk ash as a renewable source for the production of zeolite NaY and its characterization. *Arabian Journal of Chemistry*, 8(1), 48–53. <http://doi.org/10.1016/j.arabjc.2012.12.013>
- Monsalve, A.G. 2004. *Active Acid Sites in Zeolite Catalyzed Iso-Butane/cis-2-Butene Alkylation*. Germany: Institut fur Technische Chemie der Technischen Universitat Munchen Lehrstuhl II.
- Muhammad, S. dan Munawar, E. 2007. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Heavy Metal Removal. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. Vol 6 No. 2, hal 55-62. Universitas Syiah Kuala: Banda Aceh.

- Mujiyanti, Nuryono, Kunarti. 2010. Sintesis dan karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi yang diimobilisasi dengan 3-(Trimetoksisilil)-1-propantiol. *Jurnal Sains* vol.4 no.2 (150-167).
- Nuryono, 2004, Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Destruksi Silika Abu Sekam Padi Cara Basah, Prosiding Seminar Nasional Hasil Penelitian FMIPA UNDIP, Semarang, 4 Desember 2004.
- Ojha, K., Narayan C. P., dan Amar, N. T. 2004. Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization. *Journal Sci.*, Vol. 27 (6): 555–564.
- Oye, G., Sjoblon J. dan Stoker M. 2011. *Synthesis and Characterization of Siliceous and Aluminum-Containing Mesoporous Materials from Different Surfactant Solution, Micropor. Mesopor. Mater.* 27, 171-180.
- Prasad, C.S., Maiti K.N., Venugopal R. 2001. Effect of Rice Husk Ash in Whiteware Compositions. *Ceramic International*. Vol. 27, hal. 629-635.
- Pratomo, I., Wardhani, S., dan Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi Untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*. Universitas Brawijaya Malang. 2(1) : 358-364.
- Rahman, M. M., Awang, M. B., & Yusof, A. M. (2009). Preparation, Characterization and Application of Zeolite-Y (Na-Y) for Water Filtration. *Journal of Scientific Research*. 6(1), 50–54.
- Rakoczy, R.A. and Traa, Y. 2003. Nanocrystalline Zeolite A: Synthesis, Ion Exchange and Dealumination. *Microporous and Mesoporous Materials*. Elsevier. Germany. Vol 60, hal 69-78.
- Rasouli, M., Yaghobi, N., Chitsazan, S., & Hossein, M. (2012). Microporous and Mesoporous Materials Effect of Nanocrystalline Zeolite Na-Y on Meta-Xylene Separation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 152, 141–147. <http://doi.org/10.1016/j.micromeso.2011.11.045>.
- Sadeghi, M., Sharifi, S.I., dan Hatami, H. 2014. Synthesis of Nanocrystalline Zeolite NaY by Hydrothermal Method and Investigation of its Structure and Morphology. *International Journal of Nano Dimension*. 5(1) hal. 91-95. Iran.
- Salama, T.M., Ali, I.O., Gumaa, H., Lateef, M., dan Bakr, M.F. 2016. Novel Synthesis of NaY Zeolite from Rice Husk Silica: Modifier with ZnO and ZnS for Antibacterial Application. *Chemical Science Journal*. Vol 7. Egypt.
- Sang, S., Liu, Z., Tian, P., Liu, Z., Qu, L., & Zhang, Y. (2005). Synthesis of Small Crystals Zeolite NaY. *Materials Letters*. 60, 1131–1133.

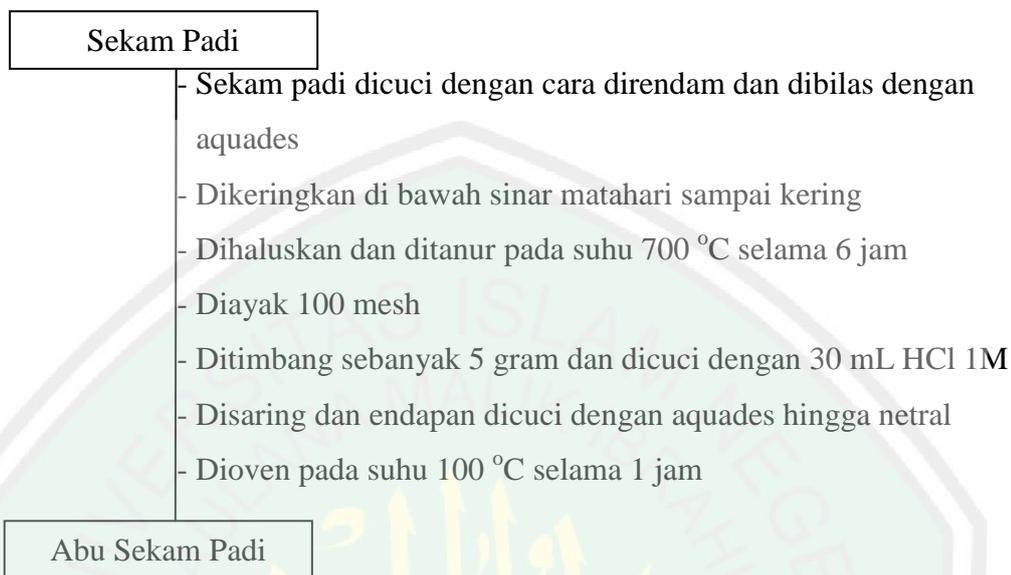
- Saputra, R. 2006. *Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*. Yogyakarta.UGM.
- Sharma, P., Jeong, S., Han, M., & Cho, C. (2014). Crystal Synthesis. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 000, 1–7. <http://doi.org/10.1016/j.jtice.2014.12.025>.
- Sholichah, F., Arnelli, dan Ahmad. 2013. Pengaruh Waktu Hidrotermal pada Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi serta Aplikasinya sebagai Builder Deterjen. *Jurnal Chem Info*, 1(1): 121-129.
- Sitanggal, U. 1993. *Tafsir al-Maragi*, Terj. Semarang: Toha Putra Semarang, Jilid 26.
- Soenardjo, Edi., dkk. 1991. *Padi Buku 3*. Bogor: Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian.
- Sumaatmadja, D. 1985. *Sekam Gabah Sebagai Bahan Industri*. Makasar : Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Banjar Baru.
- Szostak, R. 1989. *Molecular Sieves Principles of Synthesis and Identification*. Van Nostrand Reinhold Catalysis Series. Amsterdam: Elsevier Ltd.
- Taufiqurrahmi, N., Mohamed, A.R., Bhatia, S. 2011. Nanocrystalline Zeolite Y: Synthesis and Characterization. *Material Science and Engineering*. Malaysia: Univesity Sains Malaysia.
- Tovina, H. 2009. Sintesis Nanozeolit Tipe Faujasite dengan Teknik Seeding yang Ditumbuhkan Pada Permukaan Glassy Carbon. *Skripsi*. Depok: Departemen Kimia, FMIPA UI.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*. ELSEIVER. Amsterdam.
- Vogel. 1990. Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima Bagian Satu. *Buku Text*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-CTAB) pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir SI Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.
- Weitkamp, J., Puppe, L., 1999. *Catalysis and Zeolites Fundamentals and Application*. Berlin: Springer-Verlag.
- Whyman, R. 1996. *Applied Organometallic Chemistry and Catalyst*. New York: Oxford University Press.
- Widati, A.A., Baktir, A., Hamami, Setyawati, H., dan Rahmawati, R. 2010. Synthesis Of Zeolite A From Baggase And Its Antimicrobial Activity On

Candida albicans. *Jurnal Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Vol.15 No. 2. Juli 2012.

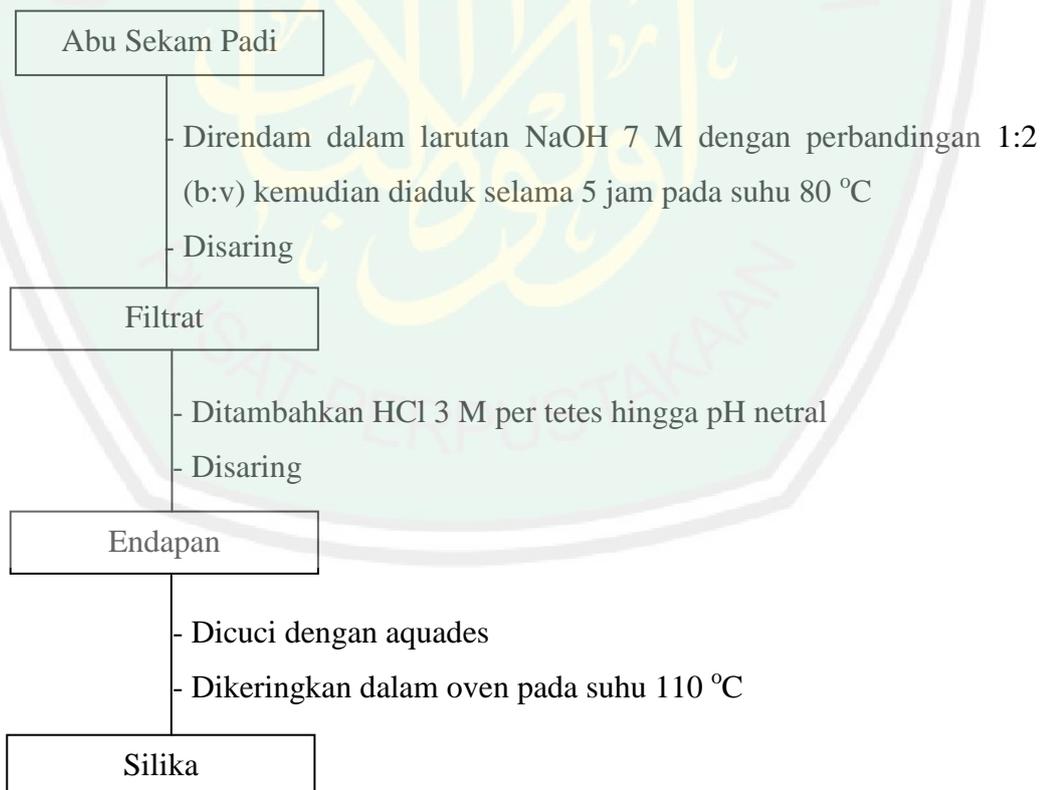
- Widodo, H dan Darminto. 2010. Nanokristalisasi Superkonduktor $\text{Bi}_2\text{SrCa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+x}$ dan $\text{Bi}_{1.6}\text{Pb}_{0.4}\text{Sr}_2\text{Ca}_2\text{Cu}_3\text{O}_{10+6}$ dengan Metode Kopresipitasi dan Pencampuran Basah. *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi TELAAH*. Vol. 28, h. 6-19.
- Yin, H., Zhou, T., & Liu, Y. (2011). Synthesis of High-quality Nanocrystalline Zeolite Y Using Pseudoboehmite as Aluminum Source. *Journal Porous Mater* 19. China: 277–281. <http://doi.org/10.1007/s10934-011-9471-z>.
- Yulizar, Y. 2004. *Hand Out Kuliah Kimia Nanopartikel*. Depok: Departemen Kimia FMIPA UI.
- Zaemi, H., Tjahjanto, R.T., dan Darjito. 2013. Sintesis Aerogel Silika dari Lumpur Lapindo dengan Penambahan Trimetil Kloro Silan (TMCS). *Kimia Student Journal*. Vol. 1, No. 2, h. 208-214.
- Zahro, A. 2014. Sintesis dan Karakterisasi Zeolit Y dari Abu Ampas Tebu Variasi Rasio Molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode Sol-Gel Hidrotermal. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Malang.
- Zhely N.H.M., dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding KIMIA FMIPA – ITS*. Surabaya: Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Lampiran 1. Skema Kerja

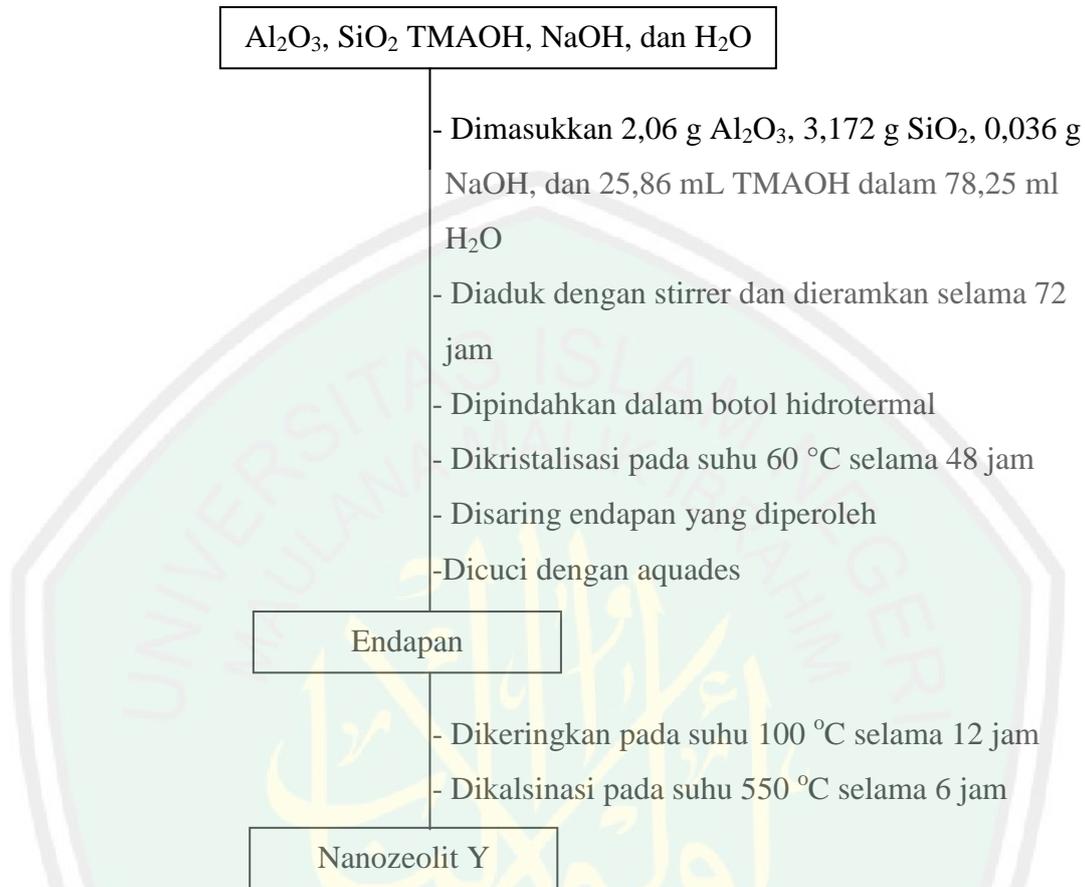
1. Preparasi Abu Sekam Padi Sebagai Sumber Silika (Pratomo, dkk., 2013)



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

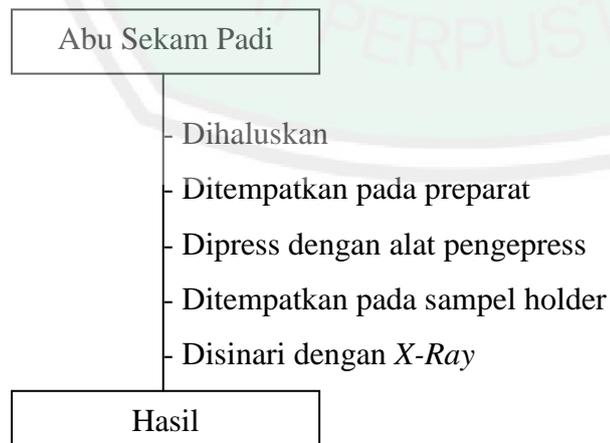


3. Sintesis Nanozeolit Y (Rasouli, dkk., 2012)



NB : Dilakukan perlakuan yang sama untuk suhu kristalisasi 80 dan 100 °C

4. Karakterisasi Menggunakan XRF



5. Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X (XRD)

Nanozeolit Y

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

Difraktogram

6. Karakterisasi Menggunakan SEM

Nanozeolit Y

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

Foto Permukaan

Lampiran 2. Perhitungan Komposisi Reaktan

Komposisi Molar :

0,72 (TMA)₂O : 0,0094 Na₂O : 0,4 Al₂O₃ : 1 SiO₂ : 108,82 H₂O

1. Menghitung Massa NaOH 99 %



$$\begin{aligned} \text{Mol NaOH} &= 2 \times \text{mol Na}_2\text{O} \\ \text{Mol NaOH} &= 2 \times 0,0094 \text{ mol} \\ \text{Mol NaOH} &= 0,018 \text{ mol} \\ \text{Gram NaOH} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 0,018 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 0,72 \text{ gram} \\ \text{Gram NaOH} &= \frac{100}{99} \times 0,72 \text{ gram} \\ &= 0,727 \text{ gram} \\ \text{Gram NaOH} &= 1/20 \text{ resep} \times 0,727 \text{ gram} \\ &= 0,0363 \text{ gram} \end{aligned}$$

2. Menghitung Massa SiO₂ 94,7 %

$$\begin{aligned} \text{Mol SiO}_2 &= \text{gram} \times \text{Mr} \\ \text{Gram SiO}_2 &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 1 \text{ mol} \times 60,084 \text{ gram/mol} \\ &= 60,084 \text{ gram} \\ \text{Gram SiO}_2 &= \frac{100}{94,7} \times 60,084 \text{ gram} \\ &= 63,4466 \text{ gram} \\ \text{Gram SiO}_2 &= 1/20 \text{ resep} \times 63,4466 \text{ gram} \\ &= 3,172 \text{ gram} \end{aligned}$$

3. Menghitung Massa Al₂O₃ 99 %

- Rasio 2,5

$$\begin{aligned} \text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= 0,4 \text{ mol} \times 102 \text{ gr/mol} \\ &= 40,8 \text{ gram} \\ \text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= \frac{100}{99} \times 40,8 \text{ gram} \\ &= 41,21 \text{ gram} \\ \text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= 1/20 \text{ resep} \times 41,21 = 2,06 \text{ gram} \end{aligned}$$

4. Menghitung TMAOH



$$\begin{aligned} \text{Mol TMAOH} &= 2 \times \text{mol } (\text{TMA})_2\text{O} \\ \text{Mol TMAOH} &= 2 \times 0,72 \text{ mol} \\ \text{Mol TMAOH} &= 1,44 \text{ mol} \\ \text{Gram TMAOH} &= \text{mol} \times \text{Mr} \\ &= 1,44 \text{ mol} \times 91,15 \text{ gram/mol} \\ &= 131,25 \text{ gram} \\ \text{Gram TMAOH} &= \frac{100}{25} \times 136,725 \text{ gram} \\ &= 525 \text{ gram} \\ \text{Volume TMAOH} &= \text{gram} / \text{densitas} \\ &= 525 \text{ gram} / 1,015 \text{ gr/cm}^3 \\ &= 517,24 \text{ mL} \\ \text{Volume TMAOH} &= 1/20 \text{ resep} \times 517,24 \text{ mL} \\ &= 25,86 \text{ mL} \end{aligned}$$

5. Menghitung Massa H₂O

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

- H₂O dalam NaOH = $1/100 \times 0,727 \text{ gram}$ = 0,00727 gram
- H₂O dalam TMAOH = $75/100 \times 525 \text{ gram}$ = 393,75 gram

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

$$\begin{aligned} \text{Gram H}_2\text{O} &= 1958,76 \text{ gram} - 393,757 \text{ gram} \\ &= 1565 \text{ gram} \\ \text{Volume H}_2\text{O} &= \text{gram/ densitas} \\ &= 1565 \text{ gram/ } 1 \text{ gr/cm}^3 \\ &= 1565 \text{ mL} \\ \text{Volume H}_2\text{O} &= 1/20 \text{ resep} \times 1565 \text{ mL} \\ &= 78,25 \text{ mL} \end{aligned}$$

Komposisi bahan untuk sintesis Nanozeolit Y

Suhu (°C)	TMAOH	NaOH	Al ₂ O ₃	SiO ₂	H ₂ O
60	25,86 mL	0,0363 g	2,06 g	3,172 g	78,25 mL
80	25,86 mL	0,0363 g	2,06 g	3,172 g	78,25 mL
100	25,86 mL	0,0363 g	2,06 g	3,172 g	78,25 mL

Lampiran 3. Perhitungan Pembuatan Larutan

1. Pembuatan Larutan HCl 1 M

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

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{\text{Massa pelarut}}{\text{Volume Larutan}} \\ 1,19 \text{ g/mL} &= \frac{100 \text{ g}}{\text{Volume Larutan}} \\ \text{Volume Larutan} &= \frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g/mL}} \\ \text{Volume Larutan} &= 84,0336 \text{ mL} \\ &= 0,084 \text{ L} \\ M &= \frac{\text{Massa zat terlarut}}{\text{Mr} \times V} \\ &= \frac{37 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol} \times 0,084 \text{ L}} \\ &= 12,064 \text{ M} \\ M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 1 \text{ M} \times 250 \text{ mL} &= 12,064 \text{ M} \times V_2 \\ V_2 &= 20,72 \text{ mL} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1 M sebanyak 250 mL, maka diperlukan HCl 37% sebanyak 20,72 mL.

Langkah pembuatan larutan HCl 1 M ialah dituangkan larutan HCl 37 % ke dalam *beaker glass* 50 mL. Kemudian diambil 20,72 mL HCl 37 % dengan menggunakan pipet ukur 25 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL

yang sebelumnya telah diisi dengan akuades secukupnya. Hal ini dilakukan untuk menghindari adanya percikan. Selanjutnya, ditambahkan akuades sampai tanda batas. Pembuatan larutan HCl 1 M ini dilakukan dalam lemari asap.

2. Pembuatan Larutan HCl 3 M

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

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{\text{Massa pelarut}}{\text{Volume Larutan}} \\ 1,19 \text{ g/mL} &= \frac{100 \text{ g}}{\text{Volume Larutan}} \\ \text{Volume Larutan} &= \frac{100 \text{ g}}{1,19 \text{ g/mL}} \\ \text{Volume Larutan} &= 84,0336 \text{ mL} \\ &= 0,084 \text{ L} \\ M &= \frac{\text{Massa zat terlarut}}{\text{Mr} \times V} \\ &= \frac{37 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol} \times 0,084 \text{ L}} \\ &= 12,064 \text{ M} \\ M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\ 3 \text{ M} \times 100 \text{ mL} &= 12,064 \text{ M} \times V_2 \\ V_2 &= 24,87 \text{ mL} \end{aligned}$$

Untuk pembuatan larutan HCl 1 M sebanyak 250 mL, maka diperlukan HCl 37% sebanyak 24,87 mL.

Langkah pembuatan larutan HCl 1 M ialah dituangkan larutan HCl 37 % ke dalam *beaker glass* 50 mL. Kemudian diambil 24,87 mL HCl 37 % dengan menggunakan pipet ukur 25 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang sebelumnya telah diisi dengan akuades secukupnya. Hal ini dilakukan untuk menghindari adanya percikan. Selanjutnya, ditambahkan akuades sampai tanda batas. Pembuatan larutan HCl 1 M ini dilakukan dalam lemari asap.

3. Pembuatan Larutan NaOH 7 M

Larutan NaOH 7 M (BM = 40 g/mol) dibuat dengan cara melarutkan padatan NaOH dalam 500 mL akuades. Berikut perhitungannya :

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

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

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

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

Lampiran 4. Hasil Karakterisasi

1. Hasil Karakterisasi XRF



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

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

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

HASIL ANALISIS

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

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



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

HASIL ANALISIS

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

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



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

HASIL ANALISIS

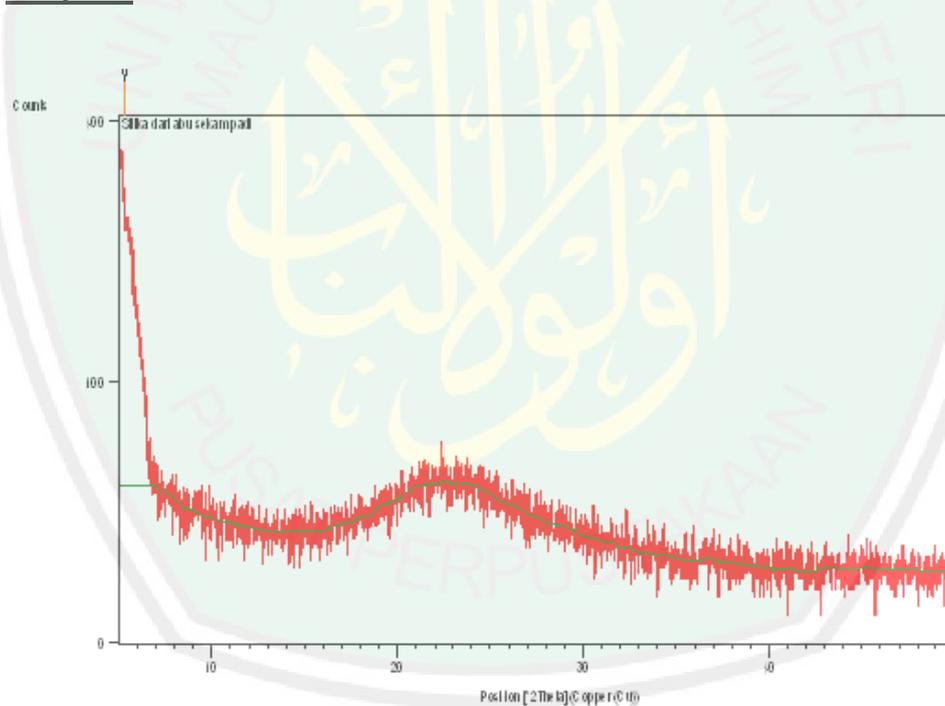
Sampel diterima tanggal : 22 April 2016
 Sampel diuji tanggal : 22 April 2016
 Nama Sampel : SILIKA SEKAM PADI

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

1. Hasil Karakterisasi XRD Silika dari Abu Sekam Padi

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

Graphics



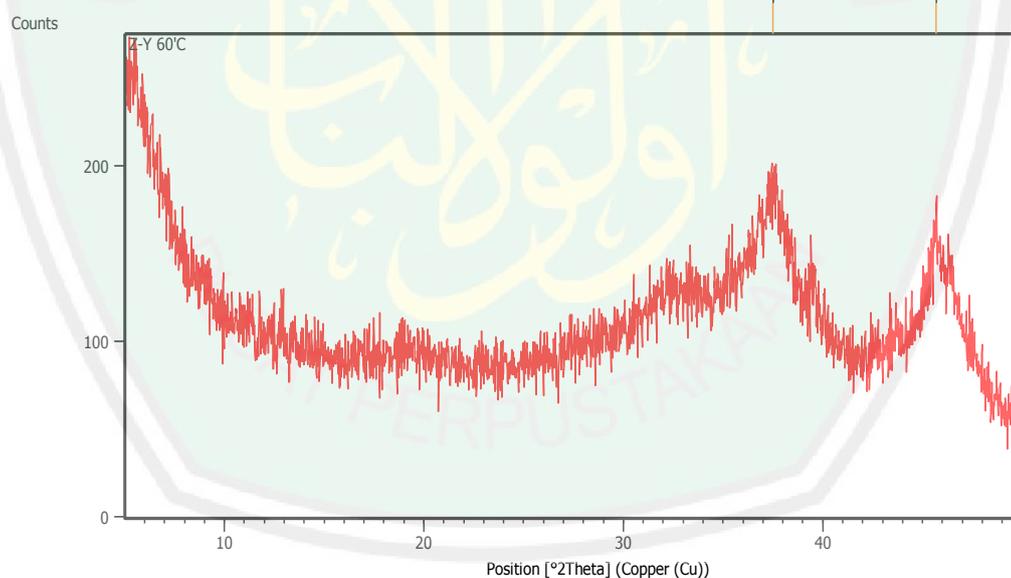
Peak List

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

2. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Y Suhu 60 °C

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

Graphics



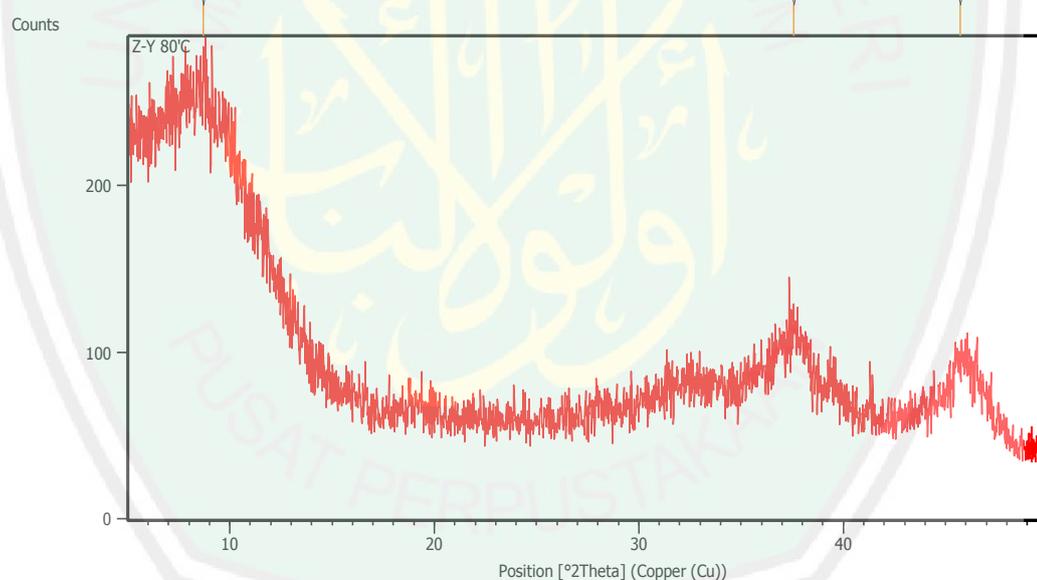
Peak List: (*Bookmark 3*)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
37.5046	50.66	0.4015	2.39811	81.28
45.6889	62.33	0.4015	1.98577	100.00

3. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Y Suhu 80 °C

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

Graphics



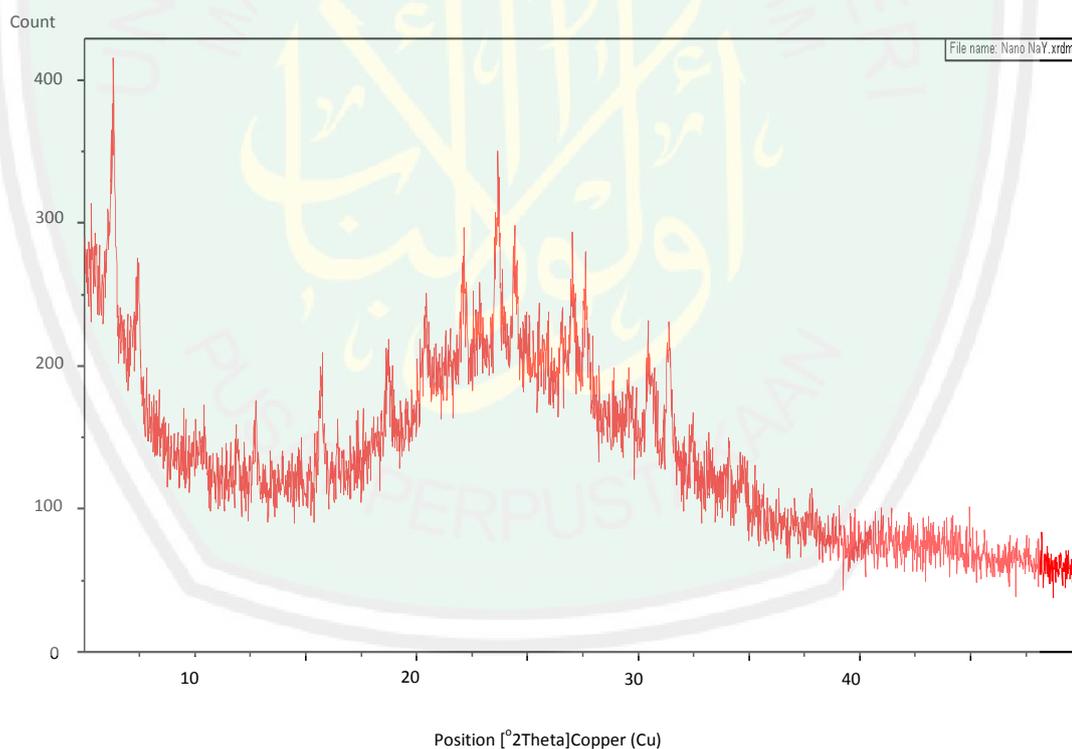
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.7080	19.68	0.0900	10.14636	64.95
37.5767	17.25	0.0900	2.39169	56.93
45.7164	30.29	0.6528	1.98300	100.00

4. Hasil Karakterisasi XRD Zeolit Y Suhu 100 °C

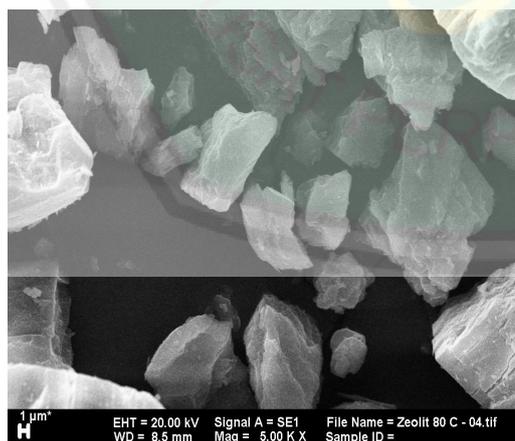
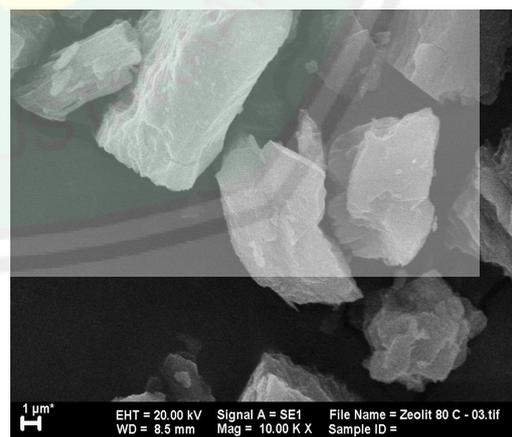
Measurement Temperature [°C] : -273.15
Diffractometer Number : 1
Material : Cu
K-Alpha1 [Å] : 1.54060
K-Alpha2 [Å] : 1.54443
K-Beta [Å] : 1.39225
Start Position [°2Th.] : 5.0084
End Position [°2Th.] : 49.9904
Generator Settings : 30 mA, 40 kV
Scan Type : Continuous
Scan Step Time [s] : 10.1500

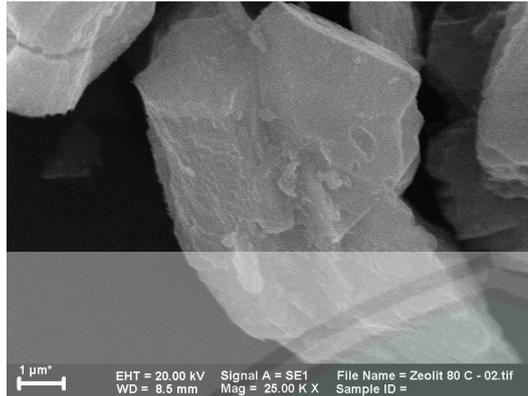
Graphics



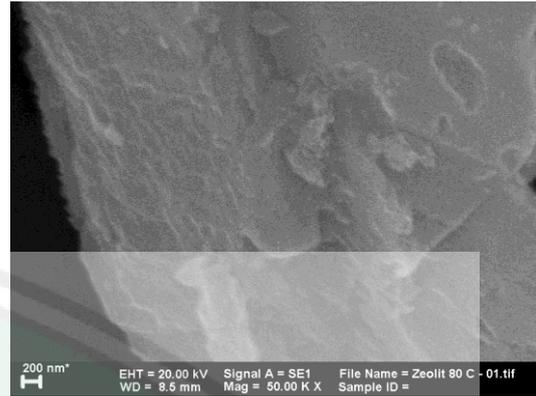
Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [$^{\circ}$ Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
6.2911	158.61	0.0836	14.04954	75.26
7.4374	85.89	0.1338	11.88651	40.76
10.2368	16.84	0.4015	8.64143	7.99
12.7053	33.82	0.2007	6.96747	16.05
15.6701	62.58	0.1338	5.65529	29.69
18.6871	73.54	0.2676	4.74851	34.90
20.3901	111.29	0.2676	4.35557	52.81
22.0980	143.35	0.2007	4.02266	68.02
22.8318	112.42	0.4015	3.89501	53.34
23.6839	210.74	0.1004	3.75678	100.00
24.4311	153.10	0.2007	3.64354	72.65
26.9981	151.02	0.2007	3.30265	71.66
27.5869	142.93	0.1338	3.23349	67.82
29.5885	72.46	0.4015	3.01915	34.39
30.4683	101.19	0.4015	2.93395	48.02
31.3507	118.53	0.2007	2.85335	56.24
32.4329	54.40	0.2007	2.76057	25.82
34.7074	36.50	0.3346	2.58470	17.32

5. Hasil Karakterisasi SEM nanozeolit Y Suhu 80 $^{\circ}$ C**Perbesaran 5000 x****Perbesaran 10000 x**

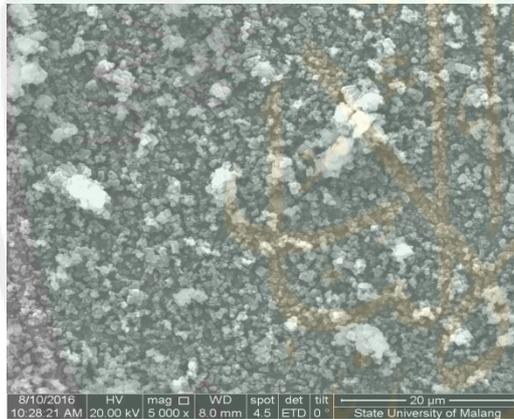


Perbesaran 25000 x

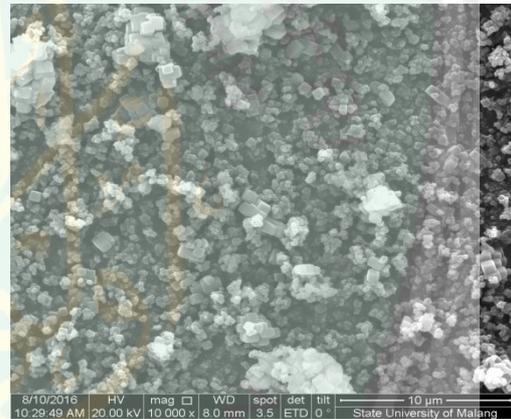


Perbesaran 50000 x

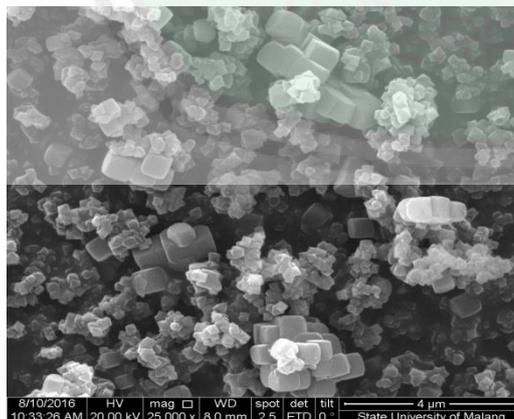
6. Hasil Karakterisasi SEM Nanozeolit Y Suhu 100 °C



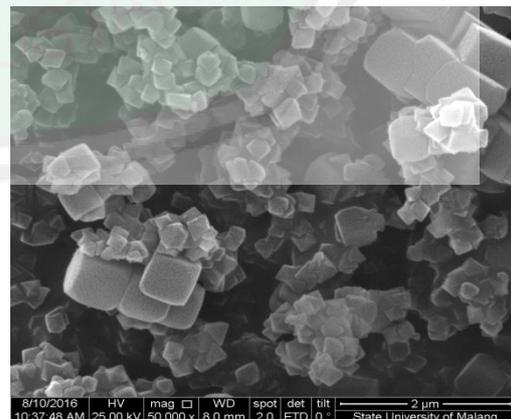
Perbesaran 5000 x



Perbesaran 10000 x



Perbesaran 25000 x



Perbesaran 50000 x

Lampiran 5. Perhitungan Data dan Hasil Analisis Data

1. Hasil Analisis Data

Nama Sampel	Zeolit Y Sampel (°2θ)	Zeolit Y Standar (°2θ)	Zeolit A Sampel (°2θ)	Zeolit A Standar (°2θ)
Zeolit Y Suhu 60 °C	37,5046	37,82	45,6889	45,44
Zeolit Y Suhu 80 °C	37,5767	37,82	8,7080 45,7164	7,18 45,44
Zeolit Y Suhu 100 °C	6,2911 10,2368 15,6701 18,6871 20,3901 22,0980 23,6839 24,4311 26,9981 27,5869 30,4683 31,3507 32,4329 34,7074	6,31 10,31 15,92 19,01 20,71 21,98 23,19 24,06 26,24 27,52 30,16 31,29 31,95 34,69	7,4374 12,7053 29,5885	7,18 12,46 29,03

2. Hasil Analisis Menggunakan Program Rietica

a. Nanozeolit Y Suhu 60 °C

```

+-----+
| Phase: 1 |
+-----+
CELL PARAMETERS = 24.719206 -0.000715 0.001023
                24.719206 -0.000715 0.001023
                24.719206 -0.000715 0.001023
                90.000008 0.000000 0.000000
                90.000008 0.000000 0.000000
                90.000008 0.000000 0.000000

+-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp |Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
+-----+
| 1 | 15.66| 15.53 | 21.42 | 1.037| 1.289 | 1185 |
+-----+

```

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

-----+
| 0.1989E+05| 0.1270E+06| 0.1270E+06 | 0.2582E+05 | 0.5252E+00| 0.5352E+20
|

b. Nanozeolit Y Suhu 80 °C

-----+
| Phase: 1 |
-----+
|

CELL PARAMETERS = 24.235004 0.016615 0.017620
24.235004 0.016615 0.017620
24.235004 0.016615 0.017620
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000

-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
-----+
|

| 1 | 11.74 | 10.38 | 19.12 | 1.402 | 1.881 | 1185 |
-----+
|

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

-----+
| 0.1115E+05| 0.9501E+05| 0.9493E+05| 0.3241E+05| 0.2947E+00| 0.2780E+18
|

c. Nanozeolit Y Suhu 100 °C

-----+
| Phase: 1 |
-----+
|

CELL PARAMETERS = 24.255920 0.004915 0.014269
24.255920 0.004915 0.014269
24.255920 0.004915 0.014269
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000
90.000008 0.000000 0.000000

-----+
| Hist | Rp | Rwp | Rexp | Durbin Unwght| Durbin Wght | N-P |
-----+
|

| 1 | 20.78 | 19.31 | 15.00 | 0.296 | 0.438 | 1185 |
-----+
|

| SUMYDI | SUMYOBS | SUMYCALC | SUMWYOBSSQ| GOF |
CONDITION |

+-----+
| 0.3241E+05| 0.1560E+06| 0.1567E+06 | 0.5264E+05 | 0.1656E+01|
0.4834E+19|

3. Analisis Ukuran Kristal Nanozeolit Y

➤ Ukuran Kristal Nanozeolit Y Sintesis

Persamaan Debye-Scherrer

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

D = Ukuran kristal (nm)

K = konstanta (0,9)

λ = panjang gelombang radiasi (nm)

β = integrasi luas puncak refleksi (FWHM, radian)

θ = sudut difraksi dengan intensitas tertinggi

a. Nanozeolit Y Suhu 60 °C

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

$$2\theta = 37,5046$$

$$\theta = 18,7523$$

$$\cos \theta = 0,947$$

$$B = \frac{0,4015}{180} \times 3,14 = 0,007$$

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,007 \times 0,947} = 20,92 \text{ nm}$$

b. Zeolit Y Suhu 80 °C

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

$$2\theta = 37,5767$$

$$\theta = 18,78835$$

$$\cos \theta = 0,948$$

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

$$D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00157 \times 0,948} = 93,18 \text{ nm}$$

c. Zeolit Y Rasio Suhu 100 °C

<p>a. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 6,2911$ $\theta = 3,14555$ $\text{Cos } \theta = 0,998$ $B = \frac{0,836}{180} \times 3,14 = 0,00146$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00146 \times 0,998} = 95,16 \text{ nm}$</p>	<p>b. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 10,2368$ $\theta = 5,1184$ $\text{Cos } \theta = 0,996$ $B = \frac{0,4015}{180} \times 3,14 = 0,007$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,007 \times 0,996} = 19,89 \text{ nm}$</p>
<p>c. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 15,6701$ $\theta = 7,835$ $\text{Cos } \theta = 0,9906$ $B = \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,002334$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,002334 \times 0,9906} = 59,94 \text{ nm}$</p>	<p>d. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 18,6871$ $\theta = 9,34355$ $\text{Cos } \theta = 0,987$ $B = \frac{0,2676}{180} \times 3,14 = 0,00467$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00467 \times 0,987} = 30,08 \text{ nm}$</p>
<p>e. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 20,3901$ $\theta = 10,19505$ $\text{Cos } \theta = 0,984$ $B = \frac{0,2676}{180} \times 3,14 = 0,00467$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00467 \times 0,984} = 30,17 \text{ nm}$</p>	<p>f. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 22,0980$ $\theta = 11,049$ $\text{Cos } \theta = 0,981$ $B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035011$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035011 \times 0,981} = 40,37 \text{ nm}$</p>
<p>g. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 23,6839$ $\theta = 11,84195$ $\text{Cos } \theta = 0,979$ $B = \frac{0,1004}{180} \times 3,14 = 0,00175$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00175 \times 0,979} = 81,1 \text{ nm}$</p>	<p>h. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 24,4311$ $\theta = 12,21555$ $\text{Cos } \theta = 0,977$ $B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,977} = 40,54 \text{ nm}$</p>
<p>i. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 26,9981$ $\theta = 13,49905$ $\text{Cos } \theta = 0,972$ $B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,972} = 40,76 \text{ nm}$</p>	<p>j. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $^{\circ}2\theta = 27,5869$ $\theta = 13,79345$ $\text{Cos } \theta = 0,971$ $B = \frac{0,1338}{180} \times 3,14 = 0,00233$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00233 \times 0,971} = 61,29 \text{ nm}$</p>

k. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $2\theta = 30,4683$ $\theta = 15,23415$ $\text{Cos } \theta = 0,965$ $B = \frac{0,4015}{180} \times 3,14 = 0,007$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,007 \times 0,965} = 20,53 \text{ nm}$	l. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $2\theta = 31,3507$ $\theta = 15,67535$ $\text{Cos } \theta = 0,963$ $B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,963} = 41,14 \text{ nm}$
m. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $2\theta = 32,4329$ $\theta = 16,21645$ $\text{Cos } \theta = 0,960$ $B = \frac{0,2007}{180} \times 3,14 = 0,0035$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,0035 \times 0,960} = 41,27 \text{ nm}$	n. $\lambda = 0,1540598 \text{ nm}$ $2\theta = 34,7074$ $\theta = 17,3537$ $\text{Cos } \theta = 0,954$ $B = \frac{0,3346}{180} \times 3,14 = 0,00584$ $D = \frac{0,9 \times 0,1540598 \text{ nm}}{0,00584 \times 0,954} = 24,89 \text{ nm}$

4. Persen Efisiensi (%) Sintesis

➤ Reaktan yang digunakan :

1. Al_2O_3 = 2,06 gram
2. SiO_2 = 3,172 gram
3. Jumlah seluruh reaktan yang digunakan = 5,232 gram

Variasi	Berat awal (gram)	Berat akhir (gram)	Hasil (%)
Suhu 60 °C	5,252	1,251	23,91
Suhu 80 °C	5,252	1,713	32,74
Suhu 100 °C	5,252	2,023	38,67

Keterangan :

- a. Berat awal = berat seluruh reaktan (SiO_2 , Al_2O_3)
- b. Berat akhir = jumlah nanozeolit Y yang terbentuk

➤ Persen efisiensi (%) = $\frac{\text{Berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100 \%$

1. Persen efisiensi nanozeolit sintesis suhu 60 °C

$$\text{Persen efisiensi (\%)} = \frac{1,251 \text{ gram}}{5,232 \text{ gram}} \times 100 \% = 23,91 \%$$

2. Persen efisiensi nanozeolit sintesis suhu 80 °C

$$\text{Persen efisiensi} = \frac{1,713 \text{ gram}}{5,232 \text{ gram}} \times 100 \% = 32,74 \%$$

3. Persen efisiensi nanozeolit sintesis suhu 100 °C

$$\text{Persen efisiensi} = \frac{2,023 \text{ gram}}{5,232 \text{ gram}} \times 100 \% = 38,67 \%$$

Persen efisiensi (%) nanozeolit hasil sintesis pada tiap suhu yang digunakan. Berdasarkan perhitungan diperoleh nilai persen efisiensi (%) berturut-turut 23,91 % ; 32,74 % dan 38,67 %.



Lampiran 6. Dokumentasi



1. Sekam padi



2. Abu sekam padi



3. Proses ekstraksi silika



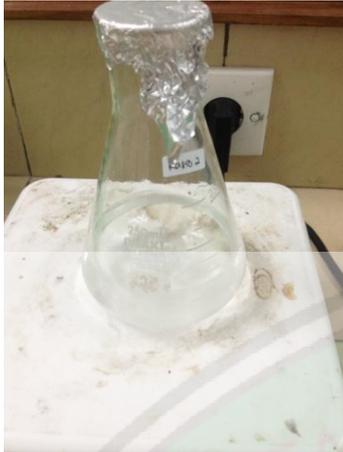
4. Proses ekstraksi silika



5. Proses ekstraksi silika



6. Silika hasil ekstraksi



7. Proses awal sintesis nanozeolit



8. Proses awal sintesis nanozeolit



9. Proses pencampuran bahan



10. Setelah pengadukan 30 menit



11. Hasil nanozeolit Y variasi suhu 60, 80 dan 100 °C

Lampiran 7. Data JCPDS

1. Zeolit Y

FAU

Na-Y, Siliceous

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Si}_{192}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Si}_{188.16}\text{O}_{384}]$

CRYSTAL DATA: $Fd\bar{3}m$ (No. 227) origin at centre ($\bar{3}m$)
 $a = 24.2576 \text{ \AA}$ $b = 24.2576 \text{ \AA}$ $c = 24.2576 \text{ \AA}$
 $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$
 Neutron Rietveld refinement, $R_{\text{exp}} = 0.022$, $R_{\text{wp}} = 0.031$

REFERENCE: J. J. Hriljac, M. M. Eddy, A. K. Cheetham, J. A. Donohue and G. J. Ray,
J. Solid State Chem. **106** 66-72 (1993).

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

2. Zeolit A

LTA

Linde Type A, Hydrated

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

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



KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

JURUSAN KIMIA

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

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama : AYU NIA MAULIOLYAH
NIM : 12630038
Judul Skripsi : SINTESIS DAN KARAKTERISASI NANOZEOLIT γ DARI ABU SEKAM PADI DENGAN VARIASI SUHU HIDROTHERMAL
Pembimbing Utama : SUCI AMALIA, M.Sc
Pembimbing Agama : AHMAD HANAPI, M.Sc
Konsultan : SISI NURUL KHALIFAH, M.Si

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda-tangan (Pembimbing)
1.	4 Nov '15	BAB I	Tambahkan Jurnal	[Signature]
2.	2 Feb '16	Revisi BAB I	Tambah Jurnal + Perbaiki Penulisan	[Signature]
3.	16 Feb '16	Revisi BAB I	Perbaiki Penulisan	[Signature]
4.	01 Maret '16	Revisi BAB I	Perbaiki Penulisan	[Signature]
5.	16 Maret '16	BAB II, III, Revisi BAB I	Tambah Jurnal suhu hidrotermal	[Signature]
6.	29 Maret '16	Revisi BAB I, II, III	Perbaiki Penulisan	[Signature]
7.	08 April '16	Revisi BAB II	Tambah Jurnal pendukung	[Signature]
8.	12 April '16	REVISI BAB I, II, III	BAB I : PERBAIKI PENULISAN BAB II & III : PLUS RETICA	[Signature]
9.	9 September '16	Hasil XRD suhu 60, 80, 100	Bandingkan dg standar	[Signature]
10.	5 Oktober '16	Analisis hasil XRD	Tambahkan analisis menggunakan retica & origin	[Signature]
11.	14 Oktober '16	Hasil Retica & BAB IV	Perbaiki Pembahasan Tabel xrf	[Signature]
12.	28 Oktober '16	BAB IV	Ukuran Kristal	[Signature]
13.	04 November '16	BAB IV, Penulisan, reaksi	Perbaiki Penulisan, reaksi hidrolisis	[Signature]
14.	08 Nov 2016	Integrasi BAB I, II, IV	Tambahkan satu ayat lagi, Perbaiki penulisan	[Signature]
15.	12 Nov 2016	BAB IV	Perbaiki Tabel XRD	[Signature]
16.	18 Nov 2016	BAB IV	Belajar ttg SBU	[Signature]
17.	23 Nov 2016	BAB V, ABSTRAK	Perbaiki Tulisan	[Signature]
18.	06 Des 2016	Revisi Integrasi	Perbaiki tulisan	[Signature]
19.	07 Des 2016	Revisi Integrasi	FIX	[Signature]
20.	08 Des 2016	BAB IV, V, ABSTRAK	FIX	[Signature]



Kedalaman Spiritual, Keagungan Akhlaq, Keluasan Ilmu dan Kematangan Profesional