

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU AMPAS TEBU
DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh:

NUR RIF'ATUL ASFADIYAH

NIM. 10630063



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2014**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU AMPAS TEBU
DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

**Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri
Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana**

**Oleh:
NUR RIF'ATUL ASFADYAH
NIM. 10630063**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2014**

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU AMPAS TEBU
DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh :

NUR RIF'ATUL ASFADIYAH

NIM. 10630063

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal : 29 Agustus 2014

Pembimbing I

Pembimbing II

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

Ach. Nashihuddin, M.A.
NIP. 19730705 200003 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI ZEOLIT X DARI ABU AMPAS TEBU
DENGAN VARIASI RASIO MOLAR Si/Al MENGGUNAKAN METODE
SOL-GEL**

SKRIPSI

Oleh :

NUR RIF'ATUL ASFADIYAH

NIM. 10630063

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

Tanggal: 29 Agustus 2014

Penguji Utama	: Tri Kustono Adi, M.Sc NIP. 19710311 200312 1002	(.....)
Ketua Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIPT. 20140211422	(.....)
Sekretaris Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821104 200901 2 007	(.....)
Anggota Penguji	: Ach. Nashihuddin, M.A NIP. 19730705200003 1 002	(.....)

Mengesahkan,

Ketua Jurusan Kimia

Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M.Si

NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nur Rif'atul Asfadiyah
NIM : 10630063
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang telah saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan 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 di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 29 Agustus 2014
Yang membuat pernyataan,

Nur Rif'atul Asfadiyah
NIM. 10630063

HALAMAN PERSEMBAHAN

Sebuah karya tulis yang sederhana ini kupersembahkan untuk yang ingin menambah ilmu pengetahuan, dan semoga bermanfaat baginya yang ingin mengetahui serta ucapan terima kasihku kepada:

1. Allah Swt. yang telah memberi rahmat dan seluruh hidayah-Nya.
2. Ayah dan Ibuku tercinta serta kakak-adikku yang tersayang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si., Ibu Suci Amalia, M.Sc., Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si., Bapak Tri Kustono Adi, M.Sc., Bapak Ahmad Hanapi M.Sc., dan Bapak Ach. Nashihuddin, M.A. yang dengan sepenuh hati dan ikhlas membantu kelulusan saya. Sekali lagi terima kasih dan terima kasih yang sebesar-besarnya.
4. Jajaran dosen dan seluruh staf jurusan kimia.
5. Teman seperjuangan yang telah menghibur dan memberi semangat, khususnya tim anorganik,

Ucapan terima kasih tak lupa juga penulis ucapkan kepada Soifi Ali atas ketulusannya berbagi suka dan duka, dan yang telah berkenan memberikan semangat serta do'a.



MOTTO

“Keyakinan adalah setengah dari do’a”

لَا يُكَلِّفُ اللَّهُ نَفْسًا إِلَّا وُسْعَهَا

“Allah tidak membebani seseorang melainkan sesuai dengan kesanggupannya”. (Penggalan Surat Al-Baqarah: 286)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah Swt. karena atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya sehingga penulis mampu menyelesaikan skripsi ini dengan judul “Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel”.

Skripsi ini disusun oleh penulis untuk memenuhi salah satu persyaratan dalam memperoleh gelar sarjana sains (S.Si.) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Raharjo, M.Si selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang dan Dosen Wali.
3. Ibu Suci Amalia, M.Sc. selaku Pembimbing I.
4. Bapak Ach. Nashihuddin, M.A. selaku Pembimbing II dan Penguji Agama.
5. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si. selaku Konsultan.
6. Bapak Tri Kustono Adi, M.Sc. selaku Penguji Utama.
7. Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc. selaku Ketua Penguji.
8. Kedua orang tua tercinta penulis bapak Drs. Sufa’at Achmad dan ibu Puji Astuti, S.Pd. yang telah memberikan dukungan moral dan material sejak awal hingga akhir, yang tidak mungkin dapat penulis balas segala kebbaikannya walau dengan pengabdian sepenuh umur hidup. Semoga penelitian ini menjadi amal jariyah bagi keduanya yang diridhai Allah SWT. yang tidak akan putus-putus sampai akhirat nanti.
9. Kakakku As’ad Asy’Ari dan adikku Fathimatuz Zahroh.
10. Teman-teman tim anorganik yang selalu memberikan semangat, inspirasi, dan canda tawa.
11. Teman-teman Jurusan Kimia 2010 yang selalu memberikan semangat, dukungan, dan semoga tetap selalu menjaga persahabatan dan kekompakan di saat kita dalam keadaan apapun dan bagaimanapun.

12. Serta semua pihak yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu secara langsung maupun tidak langsung yang telah memberikan bantuan selama penyusunan skripsi ini.

Semoga Allah Swt. memberikan pahala yang sesuai dengan amal dan keikhlasannya dalam membantu penulis selama proses penelitian hingga terselesainya skripsi ini. Penulis menyadari dalam laporan skripsi ini masih banyak kekurangan, untuk itu penulis sangat mengharapkan adanya saran dan kritik yang bersifat membangun demi kesempurnaan laporan skripsi ini.

Akhirnya penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis dan para pembaca serta masyarakat pada umumnya.

Malang, 29 Agustus 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
 BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	5
1.5 Manfaat Penelitian	5
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Pemanfaatan Tumbuhan dalam Al-Qur'an	7
2.2 Definisi Umum Ampas Tebu	10
2.3 Definisi dan Kegunaan Zeolit X	13
2.4 Sintesis Zeolit X	15
2.5 Karakterisasi Sintesis Zeolit X	17
2.5.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	17
2.5.2 <i>Fourier Transform Infra-Red (FTIR)</i>	19
2.5.3 Luas Permukaan dengan <i>Methylene Blue</i>	21

BAB III METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian.....	23
3.2 Alat dan Bahan	23
3.2.1 Alat	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Rancangan Penelitian	24
3.4 Tahapan Penelitian	24
3.5 Prosedur Penelitian	24
3.5.1 Sintesis Zeolit X dari Abu Ampas Tebu.....	24
3.5.2 Karakterisasi	25
3.5.2.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	25
3.5.2.2 Analisis <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR).....	25
3.5.2.3 Analisis Luas Permukaan dengan <i>Methylen Blue</i>	26

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Zeolit X	28
4.2 Karakterisasi	32
4.2.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	32
4.2.2 <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR)	33
4.2.3 Analisis Luas Permukaan Zeolit X Menggunakan Metode Adsorpsi <i>Methylene Blue</i>	36
4.2.4 Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Perspektif Islam	39

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	42
5.2 Saran	42

DAFTAR PUSTAKA	44
-----------------------------	-----------

LAMPIRAN.....	50
----------------------	-----------

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Ketentuan IR secara umum	21
Tabel 4.1 Komposisi kimia abu ampas tebu	28
Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR hasil sintesis zeolit X rasio 1; 1,5 dan 2	36
Tabel 4.3 Nilai luas permukaan zeolit X.....	39



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Pola difraksi XRD abu ampas tebu hasil pengabuan pada suhu 500 s/d 800 °C.....	11
Gambar 2.2 Hasil analisis XRD abu ampas tebu pada suhu pembakaran 700 °C dengan lama pembakaran 60 menit.....	12
Gambar 2.3 Unit Struktural dari Zeolit A, <i>Sodalite</i> dan <i>Faujasite</i>	13
Gambar 2.4 Struktur zeolit X dan Kerangka zeolit X	14
Gambar 2.5 Difraksi sinar-X.....	18
Gambar 2.6 Karakterisasi zeolit X dari literatur dengan analisa XRD	19
Gambar 2.7 Spektra FTIR zeolit X	20
Gambar 2.8 Struktur <i>methylene blue</i>	22
Gambar 4.1 Hasil difraktogram abu ampas tebu pada suhu 600 °C	29
Gambar 4.2 Difraktogram zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2	32
Gambar 4.3 Hasil spektrum FTIR zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2.....	34
Gambar 4.4 Kurva hubungan antara absorbansi dan panjang gelombang <i>methylene blue</i>	37
Gambar 4.5 Waktu kestabilan <i>methylene blue</i>	37
Gambar 4.6 Kurva baku <i>methylene blue</i> konsentrasi 1-8 ppm	38

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Skema Kerja	49
Lampiran 2 Perhitungan Komposisi Reaktan	53
Lampiran 3 Preparasi Reagen	56
Lampiran 4 Data dan Perhitungan	58
Lampiran 5 Data Mentah Karakterisasi	64
Lampiran 6 Data Standard XRD	76
Lampiran 7 Dokumentasi Penelitian	80



ABSTRAK

Asfadiyah, N.R. 2014. **Sintesis dan Karakterisasi Zeolit X dari Abu Ampas Tebu dengan Variasi Rasio Molar Si/Al Menggunakan Metode Sol-Gel**. Skripsi. Jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Suci Amalia, M.Sc; Pembimbing II: Ach. Nashihuddin, M.A; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Kata kunci : Abu Ampas Tebu, Zeolit X, Variasi Rasio Molar Si/Al, Metode Sol-Gel.

Ampas tebu merupakan limbah dengan jumlah melimpah yang dihasilkan dari proses ekstraksi tebu. Abu ampas tebu memiliki kandungan silika yang tinggi, sehingga berpotensi digunakan sebagai bahan sintesis zeolit. Zeolit X merupakan jenis zeolit sintesis yang memiliki rasio molar Si/Al rendah. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar Si/Al menggunakan metode sol-gel.

Sintesis zeolit pada penelitian ini menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al sebesar 1; 1,5 dan 2. Proses ini dilakukan dengan cara mencampurkan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$. Karakterisasi meliputi kristalinitas dan kemurnian zeolit hasil sintesis dengan XRD, gugus fungsi dengan FTIR, dan luas permukaan dengan metode adsorpsi *methylene blue*.

Hasil karakterisasi XRD menunjukkan zeolit dengan variasi rasio molar Si/Al menghasilkan zeolit X dan zeolit A, namun semakin tinggi rasio molar Si/Al intensitas zeolit A yang dihasilkan semakin berkurang dan kristalinitas zeolit X semakin tinggi. Analisis FTIR menunjukkan puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit terjadi pada daerah bilangan gelombang sekitar 574 cm^{-1} . Luas permukaan zeolit X rasio 1; 1,5 dan 2 berturut-turut adalah 16,9967; 19,1037; dan 20,5449 m^2/gram .

ABSTRACT

Asfadiyah, N.R. 2014. **Synthesis and Characterization of Zeolite X from Bagasse Ash with Variations Molar Ratio of Si/Al Using Sol-Gel Method**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: Suci Amalia, M.Sc., Ach. Nashihuddin, M.A. dan Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords: Bagasse Ash, Zeolite X, Variations Molar Ratio of Si/Al, Sol-Gel Method.

Bagasse is an abundant amount of waste generated from sugar cane extraction process. Bagasse ash has high silica content, so it could potentially be used as a synthesis of zeolite materials. Zeolite X is a synthetic zeolite types which have a lower molar ratio of Si/Al. The purpose of this study was to determine the character of zeolite X synthesized from bagasse ash with variations molar ratio of Si/Al using the sol-gel method.

Synthesis of zeolite in this study using the sol-gel method with a variations molar ratio of Si/Al equal to 1; 1,5 and 2. This process is done by mixing the molar composition $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$. Characterization steps included crystallinity by XRD, functional groups by FTIR, and surface area by adsorption of methylene blue.

XRD characterization showed that variation of the molar ratio of zeolite with Si/Al produce zeolite X and zeolite A, but the higher molar ratio of Si/Al intensity produced zeolite A decreases and the crystallinity of zeolite X increases. FTIR analysis showed the typical of a zeolite type faujasite that is sensitive to change the structure and composition of the framework of a zeolite occurring in the area number waves around 574 cm^{-1} . Broad surface of zeolite X ratio of 1; 1,5 and 2 in a row is 16,9967; 19,1037; and 20,5449 m^2/g .

مستخلص البحث

الأسفدية، ن.ر. عام 2014. توليف و توصيف الزيوليت X من الرماد الثمالة قصب مع وجود اختلافات نسبة المولي سي/أل طريق أسلوب سول جل. المشرفة الأول: سوجي أماليا الماجستير ، المشرف الثاني: أحمد نصحدين الماجستير ، الاستشاري: سوسي نور الخليفة، الماجستير

الكلمات الرئيسية: الرماد الثمالة قصب، الزيوليت X، اختلافات نسبة المولي سي/أل، سول جل الطريقة.

تفل قصب السكر هو كمية و فيرة من النفايات المتولدة من عملية استخراج قصب السكر. تفل الرماد يحتوي على نسبة عالية السيليكا. لذلك من المحتمل أن تستخدم توليفة من المواد الزيوليت. الزيوليت X هو أنواع الزيوليت الاصطناعية التي لها نسبة المولي سي/أل أقل. وكان الغرض من هذه الدراسة لتحديد طبيعة الزيوليت X. توليفها من الرماد تفل مع اختلاف نسبة المولي سي/أل باستخدام طريقة سول جل. توليف الزيوليت في هذه الدراسة باستخدام طريقة سول هلام مع اختلاف نسبة المولي سي / أل تساوي 1؛ 1.5 و 2 هذه العملية عن طريق خلط تكوين المولي $4.5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$ تشمل التبلور بواسطة توصيف XRD، المجموعات الوظيفية التي FTIR، ومساحة السطح بواسطة الامتزاز من الميثيلين الأزرق.

معارض XRD اختلاف نسبة المولي من الزيوليت مع سي/أل المنتجات الزيوليت X و الزيوليت A، لكن نسبة أعلى من المولي سي / أل كثافة إنتاج الزيوليت ويقلل من التبلور من الزيوليت X وأعلى. وأظهر تحليل FTIR نسبة أعلى من الزيوليت X، امتصاص الضوء يحدث في أرقام موجة منخفضة. سطح واسع من الزيوليت X نسبة 1؛ 1.5 و 2 على التوالي هو 16,9967; 19,1037 و 20,5449 m^2/g .

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia banyak dikenal oleh masyarakat asing sebagai negara yang kaya akan sumber daya alamnya. Tanaman yang tumbuh di Indonesia pasti memiliki potensi yang beragam, ini dikarenakan Indonesia mempunyai tanah yang subur. Salah satu contohnya adalah tanaman padi yang dapat tumbuh subur di tanah Indonesia. Tanaman padi tersebut dapat digunakan sebagai bahan makanan bagi masyarakat. Pemanfaatan keragaman tanaman juga tercermin dalam Alqur'an surat an-Nahl ayat 11, Allah berfirman:

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

“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” (Qs. an-Nahl/16: 11).

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah swt. telah menciptakan segala sesuatu di bumi ini dengan memiliki manfaat masing-masing agar manusia berfikir serta beriman kepada-Nya. Oleh karena itu, hendaknya manusia tidak hanya menikmati tanpa mau berfikir serta menjaga dan melestarikan segala sesuatu yang telah diciptakan supaya menjadi ilmu pengetahuan yang bermanfaat.

Potensi tanaman bermacam-macam, ada yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan makanan, bahkan ada beberapa jenis tanaman yang digunakan untuk bahan

pembuatan mineral, salah satunya adalah ampas tebu. Ampas tebu merupakan salah satu sumber biomassa dari penggilingan gula yang cukup melimpah, mudah didapatkan, dan harganya murah. Saat ini di kalangan masyarakat, ampas tebu kurang dimanfaatkan sehingga banyak ampas tebu yang terbuang sia-sia. Hal ini dikarenakan kurangnya pengetahuan masyarakat akan manfaat dari ampas tebu.

Ampas tebu bisa lebih bermanfaat apabila dijadikan sebagai abu dengan proses pembakaran. Pembakaran ampas tebu menghasilkan abu ampas tebu dengan kandungan silika (SiO_2) yang cukup tinggi. Kandungan silika dalam abu ampas tebu bervariasi tergantung dari kondisi pembakaran, jenis peleburan (*furnace*), *varietas* tebu, iklim dan wilayah geografis. Paturau (1982) menganalisa kandungan abu ampas tebu menggunakan XRF (*X-Ray Fluorescence*), dimana abu ampas tebu mengandung silika sebesar 73,5 %. Menurut Widati, dkk. (2010) kandungan silika dari abu ampas tebu sebesar 88,7 %. Abu ampas tebu dengan kandungan silika yang tinggi dapat digunakan sebagai sumber alternatif silika untuk sintesis zeolit. Silika yang digunakan dalam sintesis zeolit merupakan silika amorf. Menurut Hamdan, dkk. (1997) silika dengan struktur kristalin tidak menguntungkan karena abu silika menjadi tidak aktif.

Penggunaan mineral zeolit saat ini semakin meningkat, dari penggunaan dalam industri kecil hingga dalam industri berskala besar (Ulfah, dkk., 2006). Zeolit dapat berasal dari alam maupun sintesis. Zeolit alam sudah banyak dimanfaatkan sehingga jumlahnya semakin berkurang. Oleh karena itu, sintesis zeolit dilakukan untuk mengatasi beberapa keterbatasan dari zeolit alam antara lain karena ketidakmurniannya yang tinggi, serta ukuran pori-pori yang tidak

seragam (Warsito, dkk., 2008). Selain itu kebanyakan industri lebih menyukai penggunaan zeolit sintetis dibandingkan dengan zeolit alam karena keaktifan, selektivitas dan kestabilannya yang lebih dibandingkan dengan zeolit alam (Ulfah, dkk., 2006).

Zeolit yang disintesis dalam penelitian ini adalah zeolit X, zeolit ini mempunyai silika rendah (kaya aluminium) dengan perbandingan rasio molar Si/Al 1 – 1,5 (Kasmui, dkk., 2008), sedangkan menurut Htun, dkk. (2012) rasio molar Si/Al untuk zeolit X antara 2 – 3. Namun pada rasio molar Si/Al 3 tidak hanya terbentuk zeolit X saja, melainkan terbentuk juga jenis *faujasite* yang lain. Zeolit X merupakan bahan yang sangat menarik untuk aplikasi teknologi dan lingkungan, misalnya digunakan sebagai adsorben dalam proses pengolahan limbah industri yakni untuk mendapatkan gas metana murni dari limbah berupa sampah yang membusuk ataupun limbah dari suatu peternakan, dapat juga digunakan sebagai bahan pengganti polifosfat dalam deterjen, karena fosfat diketahui bersifat toksik bagi lingkungan (Harjanto, 1987), serta paling efektif dalam bahan penukar ion pada proses penawaran (desalinasi) air laut (Kiti, 2012).

Kekuatan zeolit sebagai adsorben, katalis, dan penukar ion salah satunya tergantung dari perbandingan rasio molar Si/Al. Rasio molar Si/Al berpengaruh terhadap ukuran kristal, kristalinitas, diameter pori (*cavity/supercage*), luas permukaan dan keasamaan. Oleh karena itu, beberapa peneliti telah mengkaji pengaruh rasio molar Si/Al pada sintesis zeolit. Hasil penelitian Sutarno, dkk. (2009) menjelaskan bahwa kristalinitas memiliki hubungan yang linear dengan rasio molar Si/Al, kristalinitas semakin tinggi dengan naiknya rasio molar Si/Al.

Masoudian, dkk. (2013) telah melaporkan sintesis zeolit X dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,08 dihasilkan zeolit X murni. Fathizadeh dan Aroujalian (2011) mensintesis zeolit X dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,25 dihasilkan zeolit Na-X murni. Kiti (2012) telah mensintesis zeolit X dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,45 dihasilkan zeolit X murni. Htun, dkk. (2012) juga telah mensintesis zeolit X dengan rasio molar Si/Al sebesar 2,77 menghasilkan zeolit Na-X dengan campuran *faujasite* yang lain. Berdasarkan kajian nilai rasio molar Si/Al zeolit X tersebut, diketahui bahwa rasio molar Si/Al > 2 dihasilkan zeolit X dengan campuran jenis *faujasite* yang lain.

Sintesis zeolit X menggunakan metode sol-gel telah banyak digunakan dalam penelitian, karena memiliki keuntungan yakni proses sintesis mudah, temperatur prekursor rendah dan dapat digunakan untuk produksi massal. Metode sol-gel terdiri dari beberapa langkah yaitu pembentukan sol, gel, pemeraman dan hidrotermal. Pemeraman digunakan untuk pembentukan inti kristal dan bertujuan agar terjadi reaksi pembentukan jaringan gel yang lebih kaku, kuat dan menyusut di dalam larutan. Proses hidrotermal digunakan untuk menghasilkan kristal yang lebih tinggi. Masoudian, dkk. (2013) menggunakan suhu hidrotermal 75 °C dihasilkan zeolit X murni tanpa adanya campuran zeolit lain. Sedangkan suhu hidrotermal pada 100 °C, dihasilkan zeolit A dan menurunkan kemurnian dari zeolit X.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis zeolit X dari abu ampas tebu sebagai sumber silika dengan variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2 menggunakan metode sol-gel. Selanjutnya, zeolit X hasil sintesis akan dikarakterisasi

menggunakan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengidentifikasi tingkat kristalinitas dan kemurnian hasil sintesis, FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) untuk mengetahui gugus fungsi zeolit X sintetis, dan adsorpsi *methylene blue* untuk mengetahui luas permukaan spesifik.

1.2 Rumusan Masalah

Bagaimana karakter zeolit X hasil sintesis menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al ?

1.3 Tujuan

Untuk mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al.

1.4 Batasan Masalah

1. Bahan yang digunakan sebagai sumber silika berasal dari ampas tebu PG. Kebon Agung Malang.
2. Parameter yang digunakan adalah variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2.
3. Instrumen yang digunakan untuk karakterisasi hasil sintesis zeolit X adalah XRD, Spektroskopi UV-Vis dan FTIR.

1.5 Manfaat Penelitian

Bagi penulis diharapkan dapat mengetahui hubungan langsung antara ilmu kimia teoritis dan praktis, serta gambaran nyata aplikasi ilmu kimia khususnya pada proses sintesis zeolit X dari abu ampas tebu yang telah diperoleh selama

penelitian. Sedangkan bagi masyarakat diharapkan dapat memberikan informasi tentang proses sintesis zeolit X dari abu ampas tebu yang efektif, sehingga masyarakat lebih dapat memanfaatkan ampas tebu.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Pemanfaatan Tumbuhan dalam Al-Qur'an

Tumbuhan diciptakan Allah swt. memiliki manfaat yang beragam bagi manusia. Hal ini dikarenakan manusia dan tumbuh-tumbuhan sangat erat kaitannya dalam kehidupan sehari-hari. Banyak sekali nilai manfaat yang didapatkan oleh manusia dari tumbuh-tumbuhan, namun masih banyak pula tumbuhan yang ada disekitar kita yang belum diketahui manfaatnya. Keberadaan tumbuh-tumbuhan merupakan berkah dan nikmat Allah swt. yang diberikan kepada seluruh makhluk-Nya. Allah swt. menginformasikan tentang hal ini dalam surat 'Abasa ayat 27-32 sebagai berikut:

فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا ۖ وَعِنَبًا وَقَضْبًا ۖ وَزَيْتُونًا وَنَخْلًا ۖ وَحَدَآئِقَ غُلْبًا ۖ
وَفَيْكِهَةً وَأَبًّا ۖ مَّتَعًا لَّكُمْ وَلِأَنْتَعِمَ كُرْمُ ۖ

“(27) Lalu Kami tumbuhkan biji-bijian di bumi itu, (28) Anggur dan sayur-sayuran, (29) Zaitun dan kurma, (30) Kebun-kebun (yang) lebat, (31) Dan buah-buahan serta rumput-rumputan, (32) Untuk kesenanganmu dan untuk binatang-binatang ternakmu” (Qs. 'Abasa/80: 27-32).

Menurut tafsir al-Jaelani (2011), pada ayat tersebut telah dijelaskan bahwa Allah telah menumbuhkan berbagai macam *biji-bijian* yang berfungsi sebagai makanan yang mengenyangkan bagi manusia. *Anggur* yang mengandung berbagai macam rasa dan bisa dibuat menjadi berbagai macam minuman. *Sayur-sayuran* yang bisa dipetik berkali-kali sebagai makanan tambahan, *serta zaitun* dapat digunakan sebagai makanan maupun sumber minyak dan *pohon kurma* yang

buahnya dapat dijadikan sebagai bahan makanan maupun minuman. *Kebun-kebun lebat* yang dipenuhi dengan berbagai macam pepohonan, *buah-buahan* yang bermacam-macam jenisnya serta *rerumputan* yang berfungsi sebagai makanan bagi hewan ternak dan hewan tunggangannya yang dapat menyempurnakan kesenangan dan kenikmatan yang diperolehnya. Ringkasnya, Allah telah memberikan dan menganugerahkan berbagai kenikmatan dan kemuliaan yang berlimpah kepadamu *untuk kesenangan* dan kenikmatan bagimu dan untuk *binatang-binatang ternakmu* yang menjadi penyempurna bagi kesenangan dan kenikmatan yang kamu dapatkan. Allah memberikan kenikmatan kepadamu supaya kamu mengenal Sang Pemberi Nikmat dan senantiasa menyukurinya. Namun ternyata kamu malah mengingkari kenikmatan dan yang memberikannya sekaligus (Hamid, 2011).

Sesungguhnya Allah swt. menciptakan segala sesuatu semata-mata untuk makhluk-Nya. Oleh karena itu sebagai manusia yang beriman dan mempunyai akal harus dapat berfikir untuk mengelola dan memanfaatkan segala ciptaan-Nya, sebagaimana firman Allah swt. dalam surat an-Nahl ayat 11 yang berbunyi:

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

“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” (Qs. an-Nahl/16: 11).

Surat an-Nahl ayat 11 dalam tafsir Jalalain (2008) dijelaskan bahwa “Dia menumbuhkan bagi kaum dengan air hujan itu tanaman-tanaman; zaitun, korma,

anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu.....” hal yang telah disebutkan itu *benar-benar ada tanda* yang menunjukkan akan keesaan Allah swt., *bagi kaum yang memikirkan* mengenai ciptaan-Nya, sehingga mereka mau beriman karena-Nya.

Tafsir Muyassar (2007) menjelaskan bahwasannya hanya Allah-lah yang menumbuhkan tanaman-tanaman, zaitun, kurma, anggur dan buah-buah lain dengan air yang diturunkan dari langit. Proses pertumbuhan, penyiraman dengan air hujan, kemudian tumbuh dan berbuahnya tanaman tersebut mengandung tanda-tanda yang jelas bagi orang-orang yang mau berfikir dan merenung supaya dia beriman (al-Qarni, 2007).

Menurut tafsir Ibnu Katsir (2004), ayat yang berbunyi “*Dia yang menumbuhkan bagi kamu tanaman-tanaman*”, Allah mengeluarkan dari bumi, dengan air yang hanya satu macam, keluarlah buah-buahan itu dengan segala perbedaan, macamnya, rasanya, warnanya, baunya, dan bentuknya. Dan untuk itu Allah berfirman:

إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

“*Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkan*”, maksudnya sebagai dalil dan bukti bahwasanya tidak ada Ilah (yang berhak di ibadahi dengan sebenarnya) kecuali Allah swt. (Al-Atsari, 2004).

Berbagai jenis tanaman yang tumbuh dengan adanya air hujan yang mengalir ke tanah yang gersang menyebabkan tanaman tersebut menjadi tanaman yang mempunyai manfaat yang besar. Potensi tanaman bermacam-macam, ada

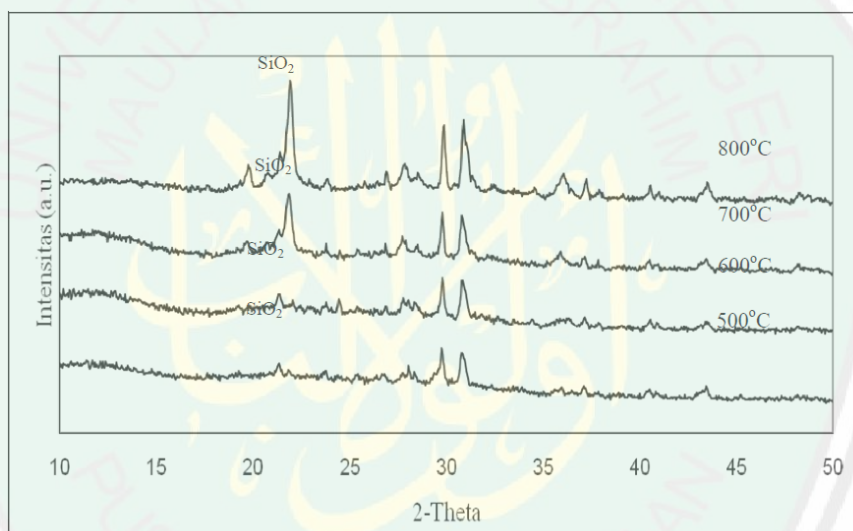
yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan makanan, bahkan ada beberapa jenis tanaman yang digunakan untuk bahan pembuatan mineral, salah satunya adalah ampas tebu.

2.2 Definisi Umum Ampas Tebu

Ampas tebu atau lazimnya disebut *bagasse*, merupakan limbah yang dihasilkan dari proses pemerahan atau ekstraksi batang tebu. Satu kali proses ekstraksi dihasilkan ampas tebu sekitar 35 – 40 % dari berat tebu yang digiling secara keseluruhan. Sekian banyak ampas tebu yang dihasilkan, baru sekitar 50 % yang sudah dimanfaatkan misalnya sebagai bahan bakar dalam proses produksi. Namun selebihnya masih menjadi limbah yang perlu penanganan lebih serius untuk diolah kembali (Birowo, 1992).

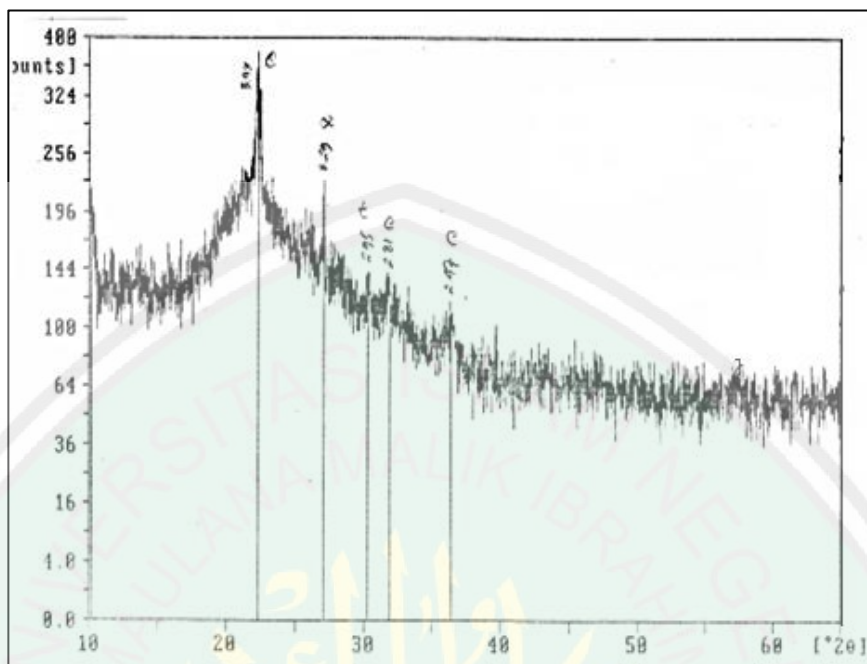
Saat ini ampas tebu telah diketahui memiliki kandungan silika yang tinggi. Hal ini diperoleh dari adanya penelitian Hanafi dan Nandang (2010) yang telah melaporkan hasil analisa XRD abu ampas tebu pada suhu pengabuan 500, 600, 700 dan 800 °C selama 4 jam dapat dilihat pada Gambar 2.1. Pola difraksi XRD abu ampas tebu terjadi pada daerah $2\theta = 10 - 50^\circ$. Bentuk dari puncak SiO_2 yang memiliki kekristalan tinggi ditunjukkan dengan bentuk puncak yang menajam pada $2\theta = 20 - 25^\circ$, puncak ini akan semakin tinggi ketika suhu pengabuan dinaikkan. Hasil penelitian Mulyadi (2002) menunjukkan bahwa fase SiO_2 terjadi pada daerah $2\theta = 20 - 27^\circ$. Hal ini sesuai dengan teori pertumbuhan kristal yang akan naik dengan peningkatan suhu pemanasan sampai terbentuknya kristal secara sempurna. Dengan demikian, kenaikan intensitas puncak SiO_2 menandakan

adanya pertumbuhan kristal. Derajat kekristalan bentuk SiO_2 pada suhu pengabuan 500 dan 600 °C adalah rendah dibandingkan dengan kekristalan pada suhu pengabuan 700 dan 800 °C, artinya pada daerah ini fase SiO_2 -amorf masih mendominasi bentuk SiO_2 yang dihasilkan. Demikian juga sebaliknya derajat kekristalan bentuk SiO_2 pada suhu pengabuan 700 dan 800 °C adalah tinggi dibandingkan dengan kekristalan pada suhu pengabuan 500 dan 600 °C, artinya pada daerah ini fase SiO_2 -kristalin mendominasi bentuk kristal yang dihasilkan.



Gambar 2.1 Pola difraksi XRD abu ampas tebu hasil pengabuan pada suhu 500 s/d 800 °C (Hanafi dan Nandang, 2010)

Haryono dan Sudjatmiko (2011) telah melakukan analisis XRD untuk menentukan fase kristalin dari silika pada abu ampas tebu. Hasil analisis XRD seperti yang diperlihatkan pada Gambar 2.2, menunjukkan bahwa kandungan silika dalam abu ampas tebu sebagian besar bersifat amorf, hasil difraksi gelombang sinar-X tersebut yang berpuncak tajam dan bersudut terdapat dalam jumlah yang sangat kecil, hal ini menunjukkan bahwa jumlah SiO_2 kristalin juga sangat kecil.



Gambar 2.2 Hasil analisis XRD abu ampas tebu pada suhu pembakaran 700 °C dengan lama pembakaran 60 menit (Haryono dan Sudjatri, 2011)

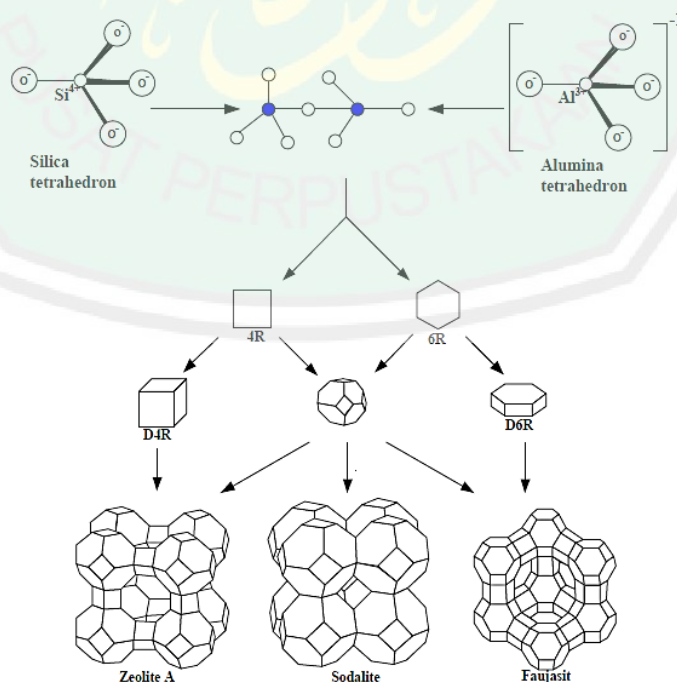
Hasil difraktogram pada Gambar 2.2, dapat dilihat puncak-puncak yang bersudut tajam (fase kristalin) hanya terjadi pada sudut-sudut (2θ) berkisar 22,50°; 31,50° dan 36° (kristobalit), 27° (kuarsa), dan 30° (Tridimit). Dengan demikian maka sebagian besar SiO_2 dalam abu ampas tebu bersifat amorf. Bentuk amorf ini sangat penting dalam sintesis zeolit karena pada tahap pembentukan kristal, gel amorf akan mengalami penataan ulang pada strukturnya oleh adanya pemanasan sehingga dapat terbentuk embrio inti kristal yang stabil (Hadi, 1993).

Silika telah dimanfaatkan secara luas untuk pembuatan keramik, zeolit sintesis (Rawtani dan Rao, 1989), katalis dan berbagai jenis komposit organik-anorganik (Sun dan Gong, 2001; Kim, dkk., 2004). Penelitian yang dilakukan Anzilli (2012) menunjukkan bahwa silika dalam abu ampas tebu dapat digunakan sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit. Hal ini semakin diperkuat dengan

penelitian Riang (2012) yang melaporkan abu ampas tebu memiliki kadar silika yang tinggi yaitu sekitar 60 – 70 % sehingga dapat digunakan sebagai sumber silika dalam proses sintesis zeolit.

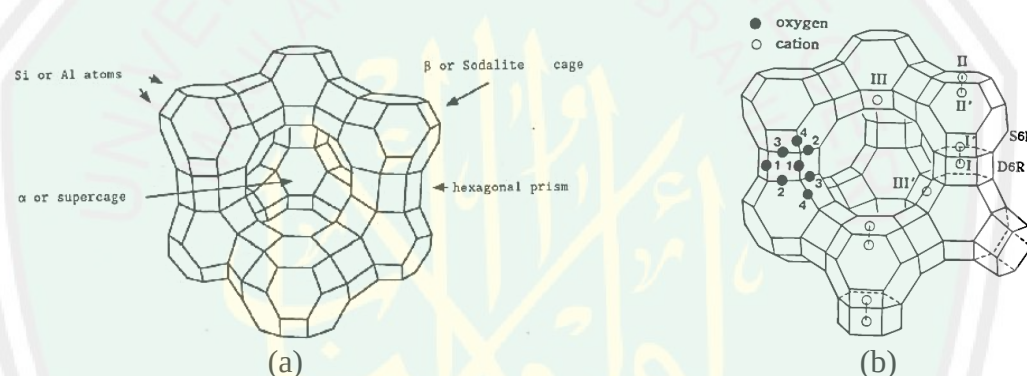
2.3 Definisi dan Kegunaan Zeolit X

Zeolit X merupakan salah satu tipe zeolit sintetis, yaitu zeolit yang memiliki diameter α -cage (supercage) 13 Å dan diameter β -cage (kerangka sodalit) 6,6 Å dengan diameter pori 7,4 Å membentuk struktur tiga dimensi dengan rasio Si/Al 1,0 – 1,5 (Thammavong, 2003). Perbedaan antara zeolit X dengan zeolit jenis lainnya dapat dilihat dari jumlah cincin pada SBU (*Secondary Building Unit*) atau unit pembangun kedua, misalnya zeolit A memiliki 8 cincin, zeolit *faujasite* memiliki 12 cincin (Wang, dkk., 2013). Hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Unit Struktural dari Zeolit A, Sodalite dan Faujasite (Wang, dkk., 2013)

Kerangka dari zeolit X didasarkan atas unit pembangun kedua yaitu cincin ganda lingkaran 6 (unit D6R). Zeolit ini dibangun oleh unit solidalit dihubungkan oleh unit D6R atau prisma *hexagonal*. Diameter pori-pori mempunyai struktur bangun yang oktahedral pada titik I, II dan III, dimana menunjukkan posisi dari kation Natrium yang berfungsi sebagai bagian yang bertukar ion atau situs yang dapat berpindah dengan adanya ion lain (Widayat, dkk., 2012), seperti yang terlihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 (a) Struktur zeolit X (Kenneth dan Kieu, 1991) dan (b) Kerangka zeolit X (Yeom, dkk., 1997)

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

zeolit ini dapat digunakan sebagai ayakan molekuler dan bahan penukar kation tinggi. Zeolit ini selain dapat digunakan sebagai penukar ion juga dapat berfungsi sebagai katalis. Ebitani, dkk. (2000) telah melakukan penelitian penggunaan katalis zeolit X yang dikapsulkan dengan tembaga /kupri klorida untuk proses oksidasi senyawa amina. Proses oksidasi dilangsungkan dengan adanya molekul oksigen.

2.4 Sintesis Zeolit X

Proses pembuatan zeolit secara komersial terbagi menjadi tiga kelompok yaitu pembuatan zeolit dari gel reaktif aluminosilika atau hidrogel, konversi dari mineral tanah liat menjadi zeolit, dan proses berdasarkan pada penggunaan material mentah zeolit yang sudah ada di alam. Proses hidrogel didasarkan pada proses konversi hidrogel dengan tanah liat. Bentuk hidrogel diperoleh dari reaksi alumina dengan silika. Material yang digunakan adalah natrium silikat, tanah aluminat, dan natrium hidroksida. (Yvonne dan Thompson, 2002).

Penemuan sebelumnya mengungkapkan berbagai metode untuk mensintesis jenis zeolit X, seperti metode sol-gel, metode hidrotermal, dan metode presipitasi. Namun dari beberapa metode yang ada, metode yang lebih maksimal untuk menghasilkan zeolit X adalah metode sol-gel. Masoudian, dkk. (2013) telah mensintesis zeolit X menggunakan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : 1 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, kemudian campuran tersebut *distirrer* selama 30 menit, lalu dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi pada suhu 75°C selama 4 jam dalam oven. Selanjutnya padatan yang terbentuk dikeringkan dalam

oven selama semalam pada suhu 120 °C. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio Si/Al sebesar 1,08.

Htun, dkk. (2012) telah mensintesis zeolit X, dimana parameter optimum yang digunakan adalah komposisi molar 3 SiO₂: Al₂O₃: 4,2 Na₂O: 180 H₂O, waktu pengadukan selama 1 jam pada suhu kamar, waktu pemeraman pada suhu kamar selama 24 jam, kristalisasi pada suhu 100 °C selama 6 jam dan waktu pengeringan untuk zeolit X sintesis pada suhu 100 °C selama 12 jam. Menurut hasil XRD zeolit yang terbentuk merupakan zeolit Na-X dan jenis *faujasite* yang lain. Menurut hasil penyelidikan, kondisi optimum produk zeolit Na-X dengan rasio molar SiO₂/Al₂O₃ 2,77.

Penelitian Kiti (2012) menunjukkan bahwa sintesis zeolit X dapat dilakukan menggunakan metode yang dipakai oleh Lechert dan Kacirek (1992), dengan komposisi molar 18 Na₂O: Al₂O₃: 4 SiO₂: 325 H₂O kemudian dikristalisasi selama 7 jam pada suhu konstan 95 °C dan padatan yang terbentuk dikeringkan pada suhu 77 °C selama 8 jam dalam oven. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio Si/Al 1,45.

Peneliti terdahulu banyak mensintesis zeolit X dengan bervariasi rasio molar Si/Al, hal ini disebabkan karena peningkatan rasio Si/Al sangat mempengaruhi sifat fisik zeolit (Georgiev, dkk., 2009). Das (2011) telah mensintesis zeolit X dengan variasi rasio molar Si/Al antara 1 – 1,5. Kondisi yang digunakan adalah waktu pemeraman selama 24 jam pada suhu kamar dan waktu kristalisasi selama 6 jam pada 363 °K. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini berupa zeolit X murni dengan rasio molar Si/Al sebesar 1,4. Berdasarkan kajian

rasio molar Si/Al tersebut, penelitian ini akan dilakukan dengan mengambil variasi rasio molar Si/Al sebesar 1; 1,5 dan 2 untuk mengetahui pengaruh variasi tersebut pada sintesis zeolit X.

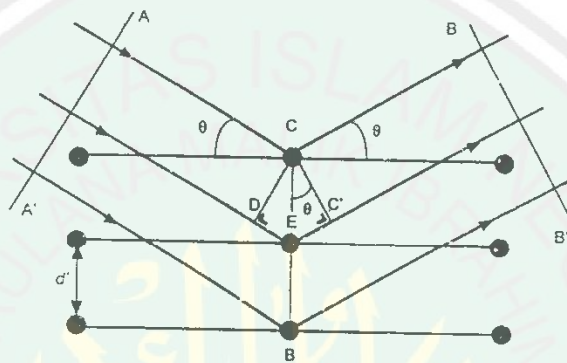
2.5 Karakterisasi Sintesis Zeolit X

2.5.1 X-Ray Diffraction (XRD)

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

Prinsip kerja dari XRD adalah suatu material jika dikenai sinar-X maka intensitas sinar yang ditransmisikan akan lebih rendah dari intensitas sinar datang, hal ini disebabkan adanya penyerapan oleh material dan juga penghamburan oleh atom-atom dalam material tersebut. Berkas sinar-X yang dihamburkan ada yang saling menghilangkan karena fasenya berbeda dan ada juga yang saling menguatkan karena fasenya yang sama. Berkas sinar-X yang menguatkan (interferensi konstruktif) dari gelombang yang terhambur merupakan peristiwa difraksi. Sinar-X yang mengenai bidang kristal akan terhambur ke segala arah,

agar terjadi interferensi konstruktif antara sinar yang terhambur dan beda jarak lintasannya maka harus memenuhi pola $n\lambda$ (Taqiyah, 2012). Interferensi konstruktif ini merupakan peristiwa difraksi seperti pada Gambar 2.5 (Grant dan Suryanayana, 1998).



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

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

$$\text{beda lintasan } (\delta) = n \lambda \quad (2.2)$$

$$\delta = DE + EC' \quad (2.3)$$

$$\delta = 2EC' \quad (2.4)$$

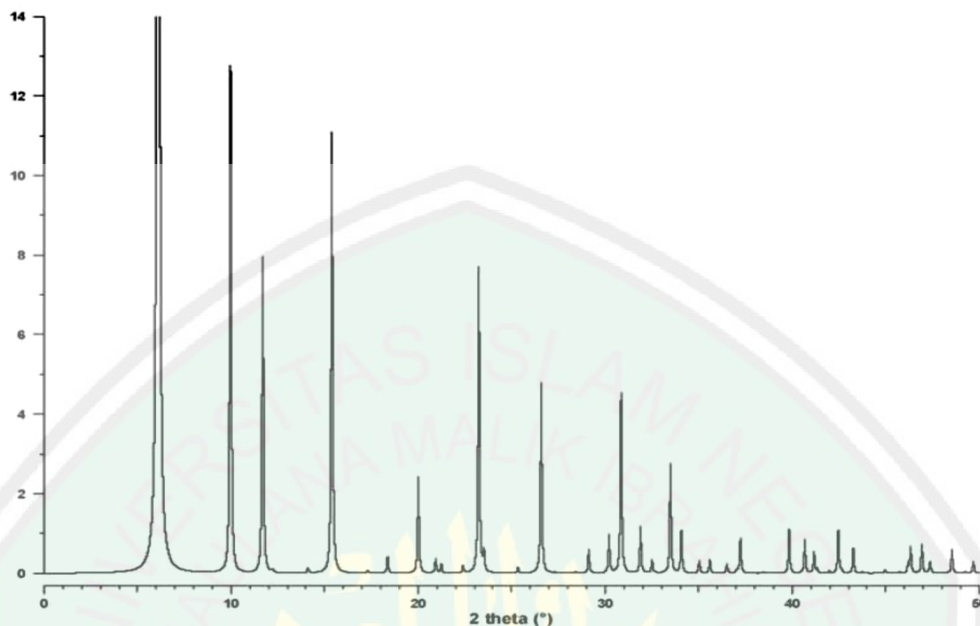
$$\delta = 2EC \sin \theta, \quad EC = d \quad (2.5)$$

$$\delta = 2 d \sin \theta \quad (2.6)$$

sehingga beda lintasannya

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad (2.7)$$

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



Gambar 2.6 Karakterisasi zeolit X dari literatur dengan analisa XRD (Treacy dan Higgins, 2001)

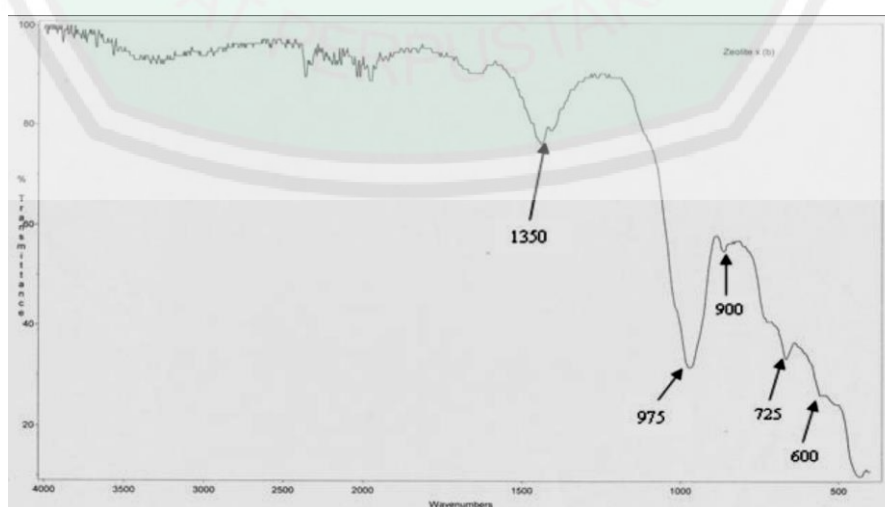
Berdasarkan hasil XRD zeolit X literatur pada Gambar 2.6, diketahui bahwa tiga puncak tertinggi terdapat pada sudut $2\theta = 6,1^\circ$, $10,7^\circ$, dan $15,4^\circ$. Bila puncak-puncak yang terdapat pada XRD dari literatur mirip dengan XRD zeolit hasil sintesis, berarti produk yang dihasilkan sama dengan hasil dari literatur. (Ulfah, dkk., 2006).

2.5.2 *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

FTIR adalah sebuah teknik yang digunakan untuk mengamati interaksi molekul dengan menggunakan radiasi elektromagnetik. FTIR dapat digunakan untuk menganalisa senyawa organik dan anorganik. Selain itu, alat ini juga dapat digunakan untuk analisa kualitatif meliputi analisa gugus fungsi (adanya *peak* (puncak) dari gugus fungsi spesifik) beserta polanya dan analisa

kuantitatif dengan melihat kekuatan adsorpsi senyawa pada panjang gelombang tertentu (Thermo, 2001).

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



Gambar 2.7 Spektra FTIR zeolit X (Kiti, 2012)

Gambar 2.7 merupakan gambar spektrum IR zeolit X yang menunjukkan adanya serapan IR yang kuat di daerah spektral bawah 1200 cm^{-1} . Puncak yang kuat diamati pada daerah 480 cm^{-1} yang bergeser ke 600 cm^{-1} . Puncak lainnya yang dapat diamati di daerah 975 dan 1600 cm^{-1} . Hal ini seperti yang disajikan oleh Kwakye (2008) dalam Tabel 2.1, dimana T merupakan Si atau Al:

Tabel 2.1 Ketentuan IR secara umum (Flanigen, dkk., 1991)

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

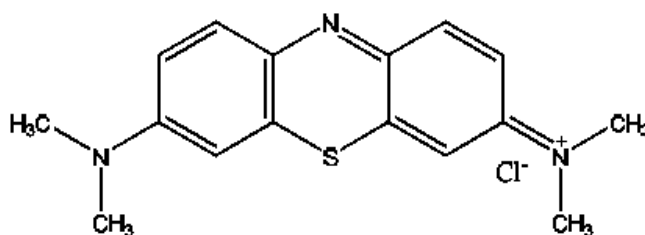
2.5.3 Luas Permukaan dengan *Methylene Blue*

Penentuan luas permukaan dilakukan dengan metode adsorpsi larutan *methylene blue* dalam sampel yang dilakukan pengocokan (*shaker*) dengan waktu dan kecepatan tertentu. Perlakuan diawali dengan penentuan panjang gelombang maksimum terhadap larutan metilen biru konsentrasi 8 ppm. Pengukuran absorbansi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis, hal ini dikarenakan metilen biru adalah senyawa berwarna. Menurut Yudi (2011), warna dari metilen biru disebabkan oleh perpanjangan sistem konjugasi, dimana hal ini dapat terjadi karena sistem konjugasi akan mengecilkan jarak antara tingkat energi dasar ke tingkat energi tereksitasi. Jarak yang kecil ini menyebabkan energi yang diperlukan untuk melakukan eksitasi elektron dari keadaan dasar ke keadaan yang lebih tinggi (keadaan eksitasi) akan berkurang, sehingga akan menyebabkan

panjang gelombang sinar Uv-Vis yang diperlukan dalam terjadinya serapan akan meningkat (Underwood, 2002).

Menurut Alberty (1983) adsorpsi akan bertambah besar sesuai dengan bertambahnya ukuran molekul serapan dari struktur yang sama. Makin besar pori-pori adsorben maka adsorpsi molekul dari larutan akan terjadi dengan baik, artinya semakin luas permukaan adsorben maka semakin banyak molekul yang terserap. *Methylene blue* bersifat polar, sehingga interaksi yang terjadi antara zeolit dan *methylene blue* adalah dipol-dipol. Dimana muatan positif amonium kuarterner pada *methylene blue* mengalami gaya elektrostatik dengan muatan negatif pada zeolit. Hasil adsorpsi zeolit terhadap larutan *methylene blue* dianalisis dengan mengukur berat *methylene blue* teradsorpsi oleh zeolit (mg/g) dengan mencari selisih konsentrasi larutan *methylene blue* sebelum diadsorpsi oleh adsorbat dan konsentrasi *methylene blue* setelah diadsorpsi oleh adsorbat.

Berdasarkan hasil penelitian Iqbal dan Ashiq (2007) diperoleh panjang gelombang maksimum pada $\lambda = 665$ nm. Penyerapan maksimum pada panjang gelombang tersebut menunjukkan bahwa *methylene blue* terletak pada daerah sinar tampak dengan warna komplementer atau warna yang tampak oleh mata yaitu warna biru, sedangkan warna serapan yang dihasilkan adalah warna merah (Underwood, 2002).



Gambar 2.8 Struktur *Methylene Blue* (Palupi, 2006)

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Januari 2014 sampai bulan Mei 2014 di Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Instrumentasi, Laboratorium Bioteknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang, dan Laboratorium Teknik Material dan Metalurgi ITS Surabaya.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, neraca analitik, botol hidrotermal, pengaduk magnet, spatula, *hot plate*, corong *buchner*, oven (*Thermo Scientific*), cawan porselen, botol akuades, *sentrifuge*, *stopwatch*, pH universal, spektroskopi UV-Vis, blender, *shaker*, FTIR, dan XRD.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ampas tebu sebagai sumber silika, akuades, natrium hidroksida (NaOH 99,5 %), aluminat (Al_2O_3) sebagai sumber alumina, *methylene blue* dan kertas saring.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan adalah untuk mensintesis zeolit X dan mengetahui karakter zeolit X hasil sintesis dari abu ampas tebu menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al. Sintesis zeolit X ini menggunakan metode dari Masoudian, dkk. (2013) yang menggunakan komposisi molar $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, nilai x merupakan variasi rasio molar Si/Al sebesar 1; 1,5 dan 2. Kemudian distirrer selama 30 menit, lalu dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang dan dikristalisasi pada suhu 75°C selama 4 jam dalam oven. Selanjutnya padatan yang terbentuk dikeringkan dalam oven selama semalam pada suhu 120°C . Zeolit X hasil sintesis akan dianalisis kristalinitasnya menggunakan XRD, kemudian dianalisis dengan FTIR lalu dianalisis luas permukaannya menggunakan metode adsorpsi *methylene blue*.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sintesis zeolit X kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan XRD, FTIR dan analisis luas permukaan menggunakan metode adsorpsi *methylene blue*.

3.5 Prosedur Penelitian

3.5.1 Sintesis Zeolit X dari Abu Ampas Tebu (Masoudian, dkk., 2013)

Bahan dengan komposisi molar yaitu: $4,5 \text{ Na}_2\text{O} : x \text{ Al}_2\text{O}_3 : 3 \text{ SiO}_2 : 315 \text{ H}_2\text{O}$, dimana nilai x dapat diperoleh dari hasil perhitungan pada Lampiran 2. Prekursor awal dibuat dengan mencampur 8,083 gram SiO_2 , 7,2362 gram NaOH,

6,12 gram Al_2O_3 (1), 4,08 gram Al_2O_3 (1,5), 3,06 gram Al_2O_3 (2) dan 107,266 gram H_2O . Selanjutnya *distirrer* selama 30 menit sampai campuran homogen. Campuran dengan perbandingan molar tersebut dieramkan selama 1 jam pada suhu ruang. Selanjutnya campuran tersebut dipindahkan ke dalam botol hidrotermal dan dikristalisasi dalam oven selama 4 jam pada suhu 75 °C. Kristal zeolit yang terbentuk disaring menggunakan corong *buchner* dan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat < 10, kemudian padatan zeolit dikeringkan pada suhu 120 °C selama semalam dalam oven. Selanjutnya produk sintesis dilakukan karakterisasi.

3.5.2 Karakterisasi

3.5.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi dengan XRD dilakukan terhadap abu ampas tebu dan zeolit X hasil sintesis variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2. 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 menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$ pada λ sebesar 1,541 Å, voltase 40 kV, arus 30 mA dengan sudut 2θ sebesar 5 – 50° dan kecepatan scan 0,02°/detik (Treacy dan Higgins, 2001; Cheng, dkk., 2005).

3.5.2.2 Analisis *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

Karakterisasi dengan FTIR dilakukan terhadap zeolit X hasil sintesis variasi rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2. Mula-mula cuplikan dihaluskan hingga

menjadi serbuk yang halus menggunakan mortal dari batu *agate* dengan dicampurkan padatan KBr, kemudian ditempatkan pada preparat dan dipress dengan alat pengepres untuk membentuk pellet. Selanjutnya ditempatkan pada *sample holder* dan dianalisa menggunakan FTIR.

3.5.2.3 Analisis Luas Permukaan Menggunakan Metode Adsorpsi *Methylene Blue* (Hidayah, 2004)

Adapun langkah-langkah yang dilakukan adalah:

a. Penentuan panjang gelombang maksimum *methylene blue* (MB)

Larutan *methylene blue* 5 ppm diukur pada panjang gelombang 600-800 nm dengan interval panjang gelombang 10 nm. Panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum merupakan panjang gelombang maksimum.

b. Penentuan waktu kestabilan *methylene blue*

Larutan *methylene blue* 5 ppm sebanyak 20 ml dishaker dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 dan 90 menit. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum untuk setiap waktu tersebut dengan spektroskopi UV-Vis. Ditentukan waktu kestabilan *methylene blue* yaitu waktu penyerapan *methylene blue* cenderung stabil.

c. Pembuatan kurva baku

Dibuat seri larutan baku *methylene blue* dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm, kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi.

d. Penentuan luas permukaan

Sampel zeolit X sesuai variasi rasio molar Si/Al ditimbang 0,05 gram, ditambahkan 20 mL larutan *methylene blue* 16 ppm, selanjutnya dikocok dengan *shaker* selama waktu kestabilan pada 150 rpm. Campuran disentrifuge dan filtrat diukur absorbansinya dengan spektroskopi UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Luas permukaan dihitung dengan rumus berikut:

$$S = \frac{X_m \times N \times A}{M} \dots\dots\dots (3.1)$$

Keterangan:

S = Luas permukaan (m^2/g)

X_m = *Methylene blue* yang terserap oleh 1 g adsorben (mg/g)

A = Luas permukaan 1 molekul *methylene blue* ($197,2 \times 10^{-20} \text{ m}^2$)

N = Bilangan Avogadro ($6,02 \times 10^{23}$ molekul/mol)

M = Massa molekul *methylene blue* (320,5 g/mol)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Sintesis Zeolit X

Bahan utama yang digunakan dalam sintesis zeolit ini merupakan ampas tebu dari PG. Kebon Agung Malang, dimana ampas tebu tersebut memiliki kandungan silika sebesar 44,3 % dan setelah dilakukan pencucian menggunakan HCl 1 M persentase kandungan silikanya sebesar 44,6 %, seperti pada Tabel 4.1. Hasil tersebut mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Amalia (2014).

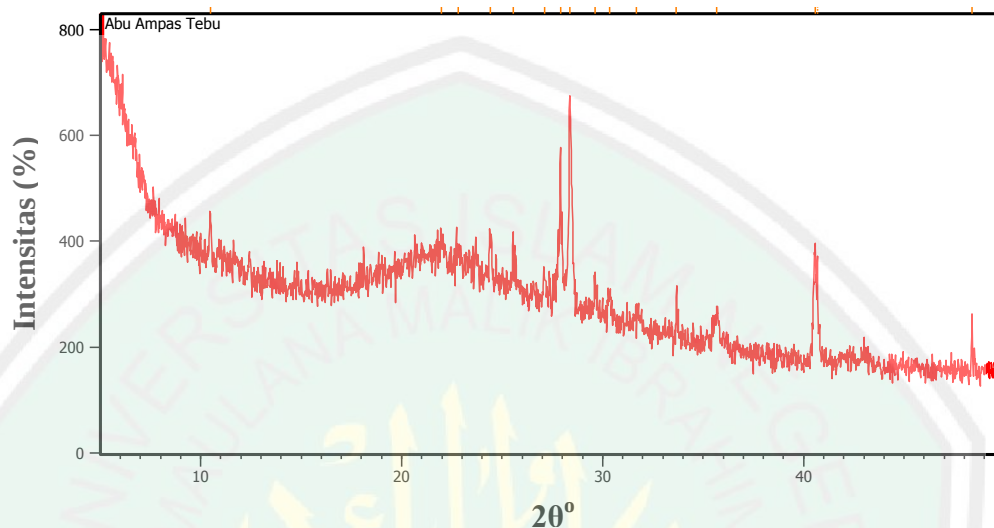
Tabel 4.1 Komposisi kimia abu ampas tebu

Komponen Kimia	Konsentrasi Unsur (%)	
	Sebelum pencucian	Setelah pencucian dengan HCl 1M
Si	44,3	44,6
S	0,3	-
P	1,6	1,9
K	16,0	11,8
Ca	10,0	9,48
Ti	1,23	1,4
V	0,07	0,08
Cr	0,12	0,27
Mn	0,71	-
Fe	22,4	25,0
Ni	1,06	2,80
Cu	0,26	0,47
Zn	0,23	0,98
Mo	1,7	0,05
Eu	0,3	0,3
Re	0,2	0,3

Sumber: (Amalia, 2014)

Abu ampas tebu tersebut memiliki karakter amorf, hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.1, dimana hasil difraktogram tersebut menunjukkan bahwa puncak-

puncak yang intensitasnya tajam (kristalin) berjumlah sangat kecil, sehingga kandungan silika dalam abu ampas tebu sebagian besar bersifat amorf.

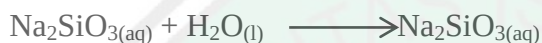


Gambar 4.1 Hasil difraktogram abu ampas tebu pada suhu 600 °C (Amalia, 2014)

Sintesis zeolit X dilakukan menggunakan metode sol-gel. Metode ini 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). Proses ini dilakukan dengan mencampurkan bahan dengan komposisi molar 4,5 Na_2O : x Al_2O_3 : 3 SiO_2 : 315 H_2O , dimana nilai x merupakan variasi rasio molar Si/Al yakni 1; 1,5 dan 2. Komposisi bahan tersebut mengacu pada penelitian Cekova, dkk. (2004) yang menyatakan bahwa untuk mensintesis zeolit X murni tanpa adanya campuran dengan zeolit A, dibutuhkan $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 \geq 2,5$; $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 \leq 1,8$ dan $\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O} \geq 70$.

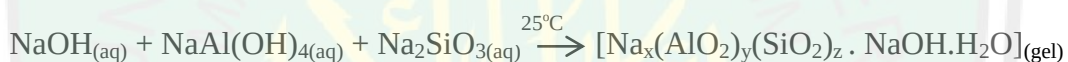
Prekursor awal dibuat dengan mencampur 8,083 gram SiO_2 , 7,2362 gram NaOH, 6,12 gram Al_2O_3 (1), 4,08 gram Al_2O_3 (1,5), 3,06 gram Al_2O_3 (2) dan

107,266 gram H_2O . Selanjutnya *distirrer* selama 30 menit sampai campuran homogen. Pada proses pencampuran bahan-bahan tersebut terjadi reaksi sebagai berikut (Zhely dan Widiastuti, 2012):

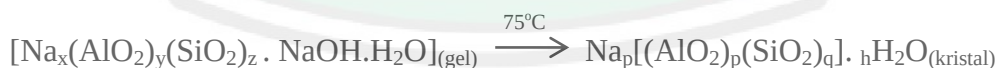


Sintesis ini dilakukan pada pH basa karena kondisi ini berhubungan dengan keberadaan spesies $\text{Si}(\text{OH})_4$ dan $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Spesies-spesies tersebut yang berinteraksi membentuk polimer silika alumina, jadi akan mempengaruhi laju nukleisasi dan pertumbuhan kristal (Hamdan, 1992 dan Arryanto, 2001). Hal ini dikarenakan pada tingkat kebasaaan yang berbeda akan ditemukan spesies yang berbeda, sehingga dapat disimpulkan bahwa jenis anion yang ada pada sintesis zeolit dikendalikan oleh pH larutan. Apabila sintesis zeolit dilakukan pada larutan asam dengan pH 1 – 4, maka kation alumunium oktahedral $[\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ yang dominan dan pada rentang pH 2 – 6 kation oksialuminium juga ada. Spesies-spesies tersebut tidak berkaitan dengan pembentukan polimer silika alumina, karena spesies aluminat yang berkaitan adalah $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, dimana konsentrasi maksimalnya dapat ditemukan pada pH = 9 atau di atasnya. Konsentrasi optimum spesies Si^{4+} berada pada pH > 12. Dengan mempertimbangkan kedua keadaan tersebut, maka proses sintesis dilakukan pada pH > 12, sehingga diharapkan reaksi yang terjadi adalah optimum.

Pada penelitian ini dilakukan pemeraman campuran bahan sintesis, dimana proses tersebut sangat penting dalam sintesis zeolit. Hal ini disebabkan sumber silika yang digunakan pada penelitian ini berbentuk amorf, sehingga dilakukan pemeraman untuk melarutkan bahan Si dan Al supaya siap mengalami proses pembentukan zeolit. Pemeraman merupakan proses dimana gel yang telah dipersiapkan disimpan pada suhu di bawah suhu kristalisasi selama beberapa waktu (Weitkamp dan Puppe, 1999). Pada proses pemeraman tersebut hasil yang diperoleh berupa suspensi berwarna coklat. Reaksi yang terjadi pada proses tersebut adalah (Zhely dan Widiastuti, 2012):



Setelah pemeraman, dilakukan proses hidrotermal yang bertujuan untuk menyeragamkan kristal yang dibentuk dan menyempurnakan pertumbuhan kristal. Kristalisasi pada pembentukan zeolit dicapai dari fase larutan menjadi fase gel kemudian menjadi fase padatan. Proses tersebut terjadi secara kontinyu diawali dengan reaksi kondensasi dan diikuti oleh polimerisasi larutan jenuh membentuk ikatan Si-O-Al (Hamdan, 1992). Adapun reaksi yang terjadi pada proses hidrotermal adalah (Zhely dan Widiastuti, 2012):

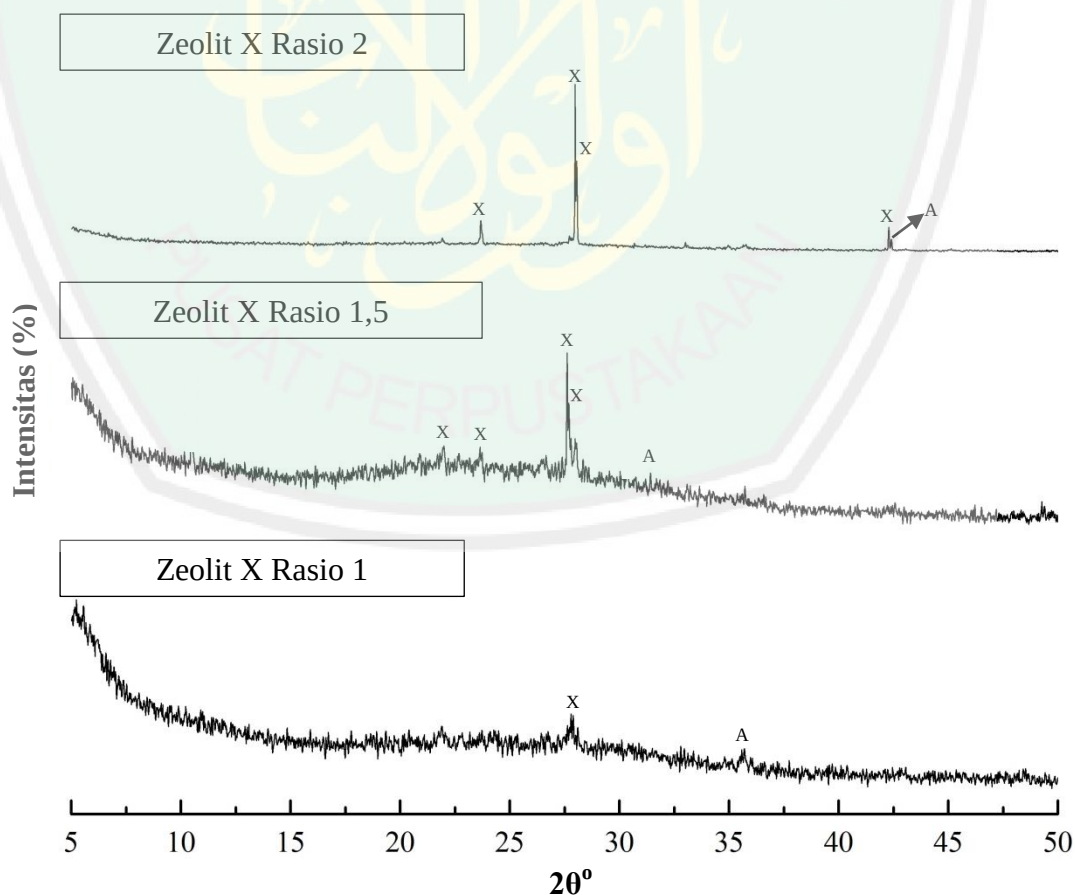


Selanjutnya kristal zeolit dicuci dengan akuades untuk menghilangkan material yang tidak diperlukan pada pembentukan zeolit yang mungkin ada di permukaan zeolit. Padatan yang terbentuk dikeringkan untuk menguapkan air yang terperangkap dalam pori-pori kristal zeolit. Hasil zeolit yang terbentuk berupa padatan berwarna coklat.

4.3 Karakterisasi

4.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi menggunakan XRD berperan penting dalam proses analisis padatan kristalin. Analisis kualitatif ini dilakukan pada kondisi operasi radiasi $\text{CuK}\alpha$ pada sudut 2θ sebesar $5 - 50^\circ$. Analisis sampel dengan XRD bertujuan untuk mengidentifikasi fase kristal dan mengetahui jenis mineral-mineral yang menyusun sampel, yang dilakukan dengan membandingkan puncak-puncak difraksi mineral-mineral tertentu dengan standar JCPDS (*Joint Committee Powder on Diffraction Standards*) yang dapat dilihat pada Lampiran 6. Difraktogram zeolit X tersebut dapat diamati pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Difraktogram zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2

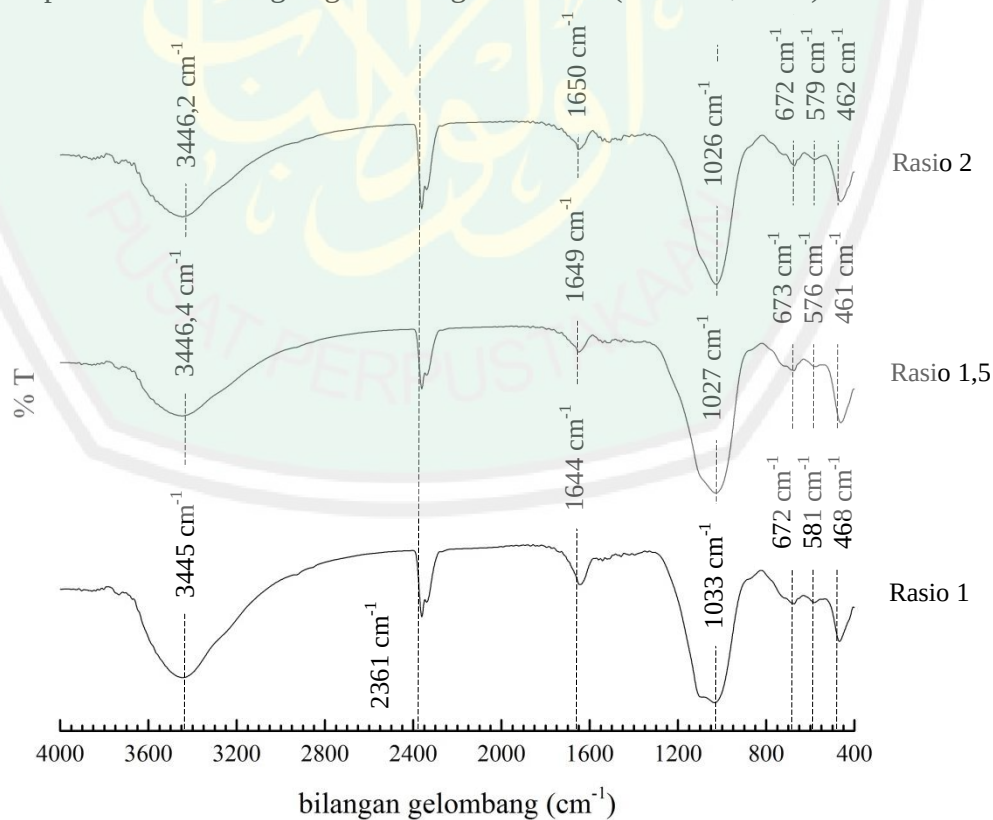
Berdasarkan hasil difraktogram pada Gambar 4.2, dapat diketahui bahwa kristalinitas zeolit X semakin tinggi dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Pada rasio 1 dihasilkan zeolit X dan zeolit A. Daerah puncak yang muncul pada zeolit X terjadi pada $2\theta = 27,83^\circ$, sedangkan zeolit A muncul pada daerah $2\theta = 35,71^\circ$. Pada rasio 1,5 juga dihasilkan zeolit X dan A. Daerah puncak yang muncul pada zeolit X terjadi pada $2\theta = 22,01^\circ$; $23,64^\circ$; $27,61^\circ$; dan $28,00^\circ$, sedangkan zeolit A muncul pada daerah $2\theta = 33,10^\circ$. Pada rasio 2 dihasilkan zeolit X dan zeolit A. Daerah puncak yang muncul pada $2\theta = 23,68^\circ$; $27,70^\circ$; $27,98^\circ$ dan $42,29^\circ$, sedangkan zeolit A muncul pada daerah $2\theta = 42,40^\circ$. Difraktogram tersebut disesuaikan dengan standar zeolit X (Treacy dan Higgins, 2001), yaitu pada $2\theta = 6,12^\circ$; $10,00^\circ$; $11,73^\circ$; $21,00^\circ$; $22,47^\circ$; $23,31^\circ$; $23,58^\circ$; $27,37^\circ$; $32,59^\circ$; $32,80^\circ$; $33,59^\circ$; $34,17^\circ$; $35,13^\circ$ dan $42,59^\circ$. Kemudian disesuaikan juga dengan standar zeolit A (Treacy dan Higgins, 2001), yaitu pada $2\theta = 7,18^\circ$; $10,17^\circ$; $21,67^\circ$; $22,85^\circ$; $23,99^\circ$; $27,11^\circ$; $33,37^\circ$; $35,75^\circ$ dan $42,19^\circ$. Komponen yang mendominasi zeolit sintesis tersebut adalah zeolit X. Akan tetapi tidak terbentuk zeolit X murni, melainkan terbentuk juga zeolit A. Hal ini disebabkan zeolit X bersifat metastabil dan sangat kompetitif dengan zeolit A. Puncak zeolit A pada hasil sintesis zeolit X semakin berkurang intensitasnya seiring dengan bertambahnya rasio molar Si/Al.

4.3.2 Analisis *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

Karakterisasi menggunakan FTIR dilakukan pada rentang bilangan gelombang $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. Adapun tujuan karakterisasi ini adalah untuk mengetahui keberadaan gugus fungsi dari kerangka zeolit. Analisis ini dilakukan

dengan cara membandingkan puncak spektrum produk sintesis dengan standar FTIR, dimana hasil dari analisis FTIR digunakan sebagai data penunjang hasil XRD. Setelah dilakukan pengujian didapatkan spektrum FTIR pada Gambar 4.3.

Puncak serapan yang khas pada daerah $1650 - 1644 \text{ cm}^{-1}$ merupakan vibrasi tekukan H-O-H dari molekul air yang terserap oleh zeolit (Tafarel dan Rubio, 2010). Vibrasi regangan dari gugus -OH ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang $3700 - 3400 \text{ cm}^{-1}$, hal ini diperkuat oleh Socrates (1994) yang menyatakan vibrasi regangan gugus -OH dari air berada pada daerah $3600 - 3100 \text{ cm}^{-1}$. Adanya gugus -OH pada kerangka zeolit menyebabkan terjadinya ikatan antara hidrogen dengan silika. Pita serapan yang menunjukkan absorpsi Si-H terjadi pada daerah bilangan gelombang 2361 cm^{-1} (Socrates, 1994).



Gambar 4.3 Hasil spektrum FTIR zeolit X rasio molar Si/Al 1; 1,5 dan 2

Frekuensi vibrasi pada daerah $1300 - 300 \text{ cm}^{-1}$ merupakan daerah yang memberikan informasi tentang komposisi dan kondisi tetrahedral SiO_4^{4-} atau AlO_4^{5-} pada zeolit hasil sintesis (Sriatun, 2004). Serapan yang kuat pada daerah bilangan gelombang 1100 cm^{-1} merupakan ciri khas zeolit (Byrappa dan Kumar, 2007). Puncak serapan pada daerah 574 cm^{-1} merupakan puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit (Mozgawa, dkk., 2011 dan Sriatun, 2004). Pita absorpsi sekitar $1100 - 700 \text{ cm}^{-1}$ dan $470 - 450 \text{ cm}^{-1}$ merupakan puncak yang tidak sensitif terhadap perubahan struktur (Goncalves, dkk, 2008).

Berdasarkan hasil spektra pada Gambar 4.3, dapat diketahui bahwa absorpsi yang kuat muncul pada daerah bilangan gelombang 1033, 1027, dan 1026 cm^{-1} . Puncak absorpsi ini merupakan puncak vibrasi rentangan asimetris internal T-O dari kerangka zeolit, dimana posisi T dapat ditempati oleh Si atau Al (Wang, dkk., 2003 dan Thammavong, 2003). Absorpsi yang terjadi pada puncak tersebut semakin menyempit dengan bertambahnya rasio molar Si/Al zeolit, hal ini dikarenakan bertambah homogenya jenis spesies Si dan Al setelah proses sintesis (Yulianto, 2000).

Puncak serapan yang menunjukkan vibrasi rentangan simetris internal T-O pada zeolit X rasio 1; 1,5 dan 2 secara berurutan muncul pada bilangan gelombang 672; 673 dan 672 cm^{-1} (Socrates, 1994). Vibrasi tekuk T-O pada zeolit X rasio 1; 1,5 dan 2 secara berurutan muncul pada bilangan gelombang 468; 461 dan 462 cm^{-1} . Dari hasil spektra yang didapat maka dapat diidentifikasi jenis-jenis ikatan seperti pada Tabel 4.2 di bawah ini:

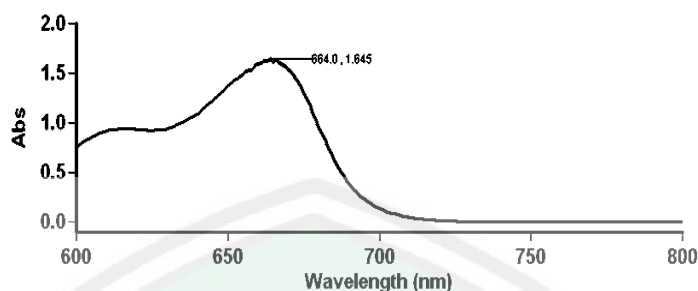
Tabel 4.2 Interpretasi spektra FTIR hasil sintesis zeolit X rasio 1; 1,5 dan 2

No	Bilangan gelombang (cm^{-1})			Bil. gelombang (cm^{-1}) Referensi*	Keterangan
	Zeolit X rasio 1	Zeolit X rasio 1,5	Zeolit X rasio 2		
1	468	461	462	540 – 440	Tekukan T-O (T= Si atau Al)
2	581	576	579	650 – 500**	Cincin ganda
3	672	673	672	750 – 650	Rentangan simetris T-O internal
4	1033	1027	1026	1120 – 1000	Rentangan asimetris T-O internal
5	1644	1649	1650	1650 – 1600	Tekukan H-O-H
6	2361	2361	2361	2400 – 2100	Si-H
7	3445	3446,4	3446,2	3600 – 3100	O-H

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

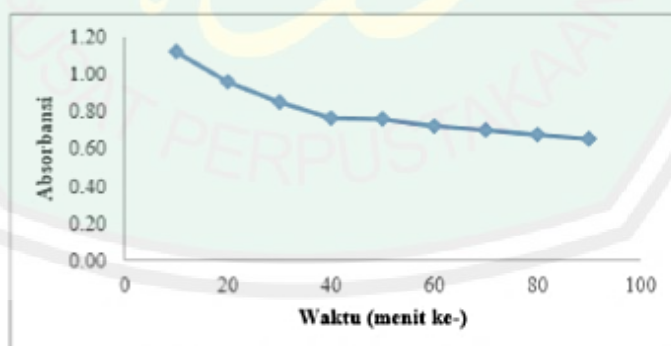
4.3.3 Analisis Luas Permukaan Zeolit X Menggunakan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

Pada analisis luas permukaan zeolit X dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum terlebih dahulu. Data panjang gelombang maksimum diperoleh melalui hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang seperti pada Gambar 4.4. Dari kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang *methylene blue*, diketahui bahwa panjang gelombang maksimum untuk *methylene blue* adalah 664 nm. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Widihati, dkk. (2011), dimana panjang gelombang maksimum *methylene blue* adalah 664,0 nm.



Gambar 4.4 Kurva hubungan antara absorbansi dengan panjang gelombang *methylene blue*

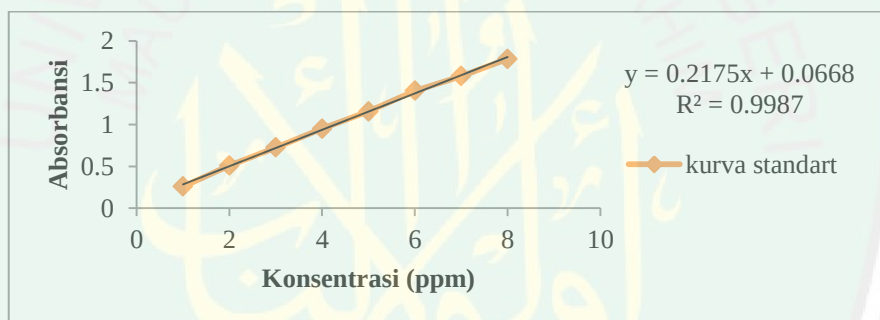
Penentuan waktu kestabilan *methylene blue* dilakukan untuk mengetahui rentang waktu yang dibutuhkan dalam menghasilkan nilai absorbansi yang relatif tetap. Data waktu kestabilan dapat ditentukan melalui hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi, seperti pada Gambar 4.5. Dari kurva waktu kestabilan *methylene blue*, dapat diketahui bahwa larutan *methylene blue* cenderung stabil dari menit ke-40 sampai menit ke-50, karena selisih waktu keduanya sangat kecil.



Gambar 4.5 Waktu kestabilan *methylene blue*

Penentuan kurva baku dari larutan *methylene blue* dengan variasi konsentrasi pada panjang gelombang maksimum 664 nm menghasilkan persamaan kurva baku linier seperti pada Gambar 4.6. Dalam hal ini hukum Lambert-Beer berlaku pada penentuan kurva baku. Hubungan antara konsentrasi

methylene blue dengan absorbansinya digambarkan dalam persamaan regresi linier $y = 0,2175x + 0,0668$, dimana y adalah nilai absorbansi dan x menyatakan konsentrasi dari *methylene blue*. Kurva baku yang diperoleh menghasilkan nilai regresi mendekati 1, yaitu 0,9987, sehingga hasil yang diperoleh pada penelitian ini bagus. Persamaan kurva baku ini dapat digunakan untuk menentukan besarnya konsentrasi larutan *methylene blue* yang diserap oleh zeolit, semakin besar konsentrasi larutan *methylene blue* maka nilai serapan yang dihasilkan akan semakin besar.



Gambar 4.6 Kurva baku *methylene blue* konsentrasi 1 – 8 ppm

Setelah penentuan kurva baku, dilakukan penentuan luas permukaan zeolit X sintesis. Luas permukaan merupakan salah satu karakter fisik yang penting dalam proses adsorpsi, karena luas permukaan mempengaruhi juga banyaknya adsorbat yang dapat teradsorpsi. Apabila zeolit X sintesis memiliki luas permukaan yang besar, maka akan memberikan bidang kontak yang lebih besar antara adsorben dan adsorbatnya sehingga adsorbat dapat terserap lebih banyak. Pada penelitian ini, luas permukaan ditentukan dengan metode adsorpsi *methylene blue*. Daya serap terhadap *methylene blue* sebanding dengan luas permukaan zeolit. Hasil perhitungan luas permukaan zeolit X sintesis ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Nilai luas permukaan zeolit X

Zeolit	Luas permukaan (m ² /g)	
	40 menit	50 menit
Zeolit X rasio 1	16,9967	16,9601
Zeolit X rasio 1,5	19,1037	18,7458
Zeolit X rasio 2	20,5449	20,2026

Berdasarkan Tabel 4.3 diketahui bahwa luas permukaan zeolit X sintesis semakin meningkat dengan bertambahnya rasio molar Si/Al zeolit. Dari nilai luas permukaan zeolit X tersebut, zeolit dengan rasio molar Si/Al 2 memiliki luas permukaan yang paling besar yaitu 20,5449 m²/g. Menurut Schmidt, dkk. (1994) menjelaskan bahwasannya luas permukaan zeolit berbanding lurus dengan rasio. Data tersebut ditunjang dengan hasil analisis XRD, dimana semakin besar rasio molar Si/Al maka kristalinitas zeolit akan semakin tinggi.

4.4 Pemanfaatan Limbah Tebu dalam Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian “sintesis dan karakterisasi zeolit X dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar Si/Al menggunakan metode sol-gel”, menunjukkan bahwa abu ampas tebu dari PG. Kebon Agung Malang dapat dijadikan sebagai bahan pembuatan zeolit. Hal ini dikarenakan dari hasil karakterisasi XRF menunjukkan bahwa kandungan silika pada abu ampas tebu sebesar 44,6 % dan dari hasil XRD menunjukkan silika tersebut bersifat amorf.

Tebu merupakan salah satu tanaman yang dapat tumbuh di daerah dataran rendah, dimana tanaman ini banyak mengandung manfaat bagi makhluk hidup. Hal ini seperti yang tercantum dalam surah an-Nahl ayat 11, yang menjelaskan bahwa Allah telah menumbuhkan beberapa tanaman yang bermanfaat bagi

makhluk hidup yang mau berfikir dan merenungkannya. Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mengembangkan ilmu pengetahuan tentang manfaat dari tebu, dimana sebagian besar pemanfaatan tebu dalam kehidupan sehari-hari hanya sebatas pada batang. Padahal selain batang, masih terdapat bagian lain dari tebu yang dapat dimanfaatkan, misalnya ampas tebu. Menurut penelitian yang dilakukan Anzilli (2012) menunjukkan bahwa silika dalam abu ampas tebu dapat digunakan sebagai sumber silika dalam sintesis zeolit. Namun, kebanyakan masyarakat masih belum menyadari tentang pemanfaatan ampas tebu, sehingga ampas tebu hanya dikenal sebagai limbah.

Ampas tebu merupakan limbah yang dihasilkan dari proses pemerahan atau ekstraksi batang tebu. Menurut Birowo (1992) satu kali proses ekstraksi dihasilkan ampas tebu sekitar 35 – 40 % dari berat tebu yang digiling secara keseluruhan. Sekian banyak ampas tebu yang dihasilkan, baru sekitar 50 % yang sudah dimanfaatkan. Namun selebihnya masih menjadi limbah yang perlu penanganan lebih serius untuk diolah kembali. Hal ini mencerminkan bahwa pemanfaatan limbah ampas tebu dalam sintesis zeolit membantu mengurangi pencemaran lingkungan, karena kurangnya pengetahuan masyarakat akan pemanfaatan limbah ampas tebu. Seperti yang kita ketahui, bahwasannya pencemaran lingkungan sebagian besar banyak dilakukan oleh ulah manusia. Seperti halnya firman Allah SWT. sebagai berikut:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan oleh perbuatan tangan manusia, supaya Allah menimpakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (QS. Ar Rum: 41).

Berdasarkan surah ar-Rum ayat 41, dijelaskan bahwa terdapat penegasan Allah tentang berbagai kerusakan yang terjadi di daratan dan di lautan adalah akibat perbuatan manusia. Hal tersebut hendaknya disadari oleh umat manusia dan karenanya manusia harus segera menghentikan perbuatan-perbuatan yang menyebabkan timbulnya kerusakan di daratan dan di lautan dan menggantinya dengan perbuatan baik dan bermanfaat untuk kelestarian alam (Syamsuri, 2004).

Menurut tafsir al-Mishbah (2002), pada surah ar-Rum ayat 41 menyebut darat dan laut sebagai tempat terjadinya *fasad* itu. Ini dapat berarti daratan dan lautan menjadi arena kerusakan, yang hasilnya keseimbangan lingkungan menjadi kacau. Inilah yang mengantar sementara ulama kontemporer memahami ayat ini sebagai isyarat tentang kerusakan lingkungan (Shihab, 2002). Oleh karena itu, penelitian ini merupakan salah satu upaya yang dilakukan untuk menanggulangi kerusakan lingkungan di bumi.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Zeolit X hasil sintesis menggunakan metode sol-gel dengan variasi rasio molar Si/Al memiliki karakter sebagai berikut: kristalinitas zeolit X semakin besar dengan bertambahnya rasio molar Si/Al $1 < 1,5 < 2$. Hasil XRD menunjukkan bahwa pada rasio 1; 1,5 dan 2 terbentuk zeolit X dan zeolit A, namun intensitas zeolit A semakin berkurang dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Analisis FTIR menunjukkan puncak khas dari zeolit tipe faujasit yang sensitif terhadap perubahan struktur dan komposisi kerangka zeolit terjadi pada daerah bilangan gelombang sekitar 574 cm^{-1} . Luas permukaan zeolit hasil sintesis semakin besar dengan bertambahnya rasio molar Si/Al. Luas permukaan pada rasio 1 = $16,9967 \text{ m}^2/\text{g}$, rasio 1,5 = $19,1037 \text{ m}^2/\text{g}$ dan rasio 2 = $20,5449 \text{ m}^2/\text{g}$.

5.2 Saran

1. Zeolit X hasil sintesis yang diperoleh pada penelitian ini masih berupa campuran dengan zeolit A, hal ini dimungkinkan karena kandungan silika yang digunakan dalam sintesis zeolit masih rendah, sehingga perlu dilakukan penelitian dengan penambahan bibit silika untuk menghasilkan zeolit X yang murni.

2. Perlu dilakukan penelitian menggunakan variasi yang lain (suhu hidrotermal, metode sintesis) agar dapat membandingkan hasil yang diperoleh.
3. Perlu penelitian lebih lanjut tentang aplikasi dari zeolit X sintesis dari abu ampas tebu dengan variasi rasio molar Si/Al menggunakan metode sol gel.



DAFTAR PUSTAKA

- Abubakar, L.C.B. 2008. *Tafsir Jalalain*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Al-Atsari, A.I. 2004. *Tafsir Ibnu Katsir*. Bogor: Pustaka Imam Asy-Syafi'i.
- Alberty, R.A. dan Daniels, F. 1983. *Kimia Fisika Jilid 1 Ed. 5*. Jakarta: Erlangga.
- Al-Qarni, A. 2007. *Tafsir Muyassar*. Jakarta: Tim Qisthi Press.
- Amalia, S. 2014. Aktivitas Zeolit X dari Abu Ampas Tebu sebagai Penukar Kation untuk Menurunkan Kesadahan Air. *Penelitian Penguatan Program Studi*. Malang: UIN Maliki Malang.
- Anzilli, Y. F. 2012. Pengaruh Variasi Konsentrasi Surfaktan CTABr (Cetyltrimetilammonium Bromide) Pada Sintesis Zeolit dari Ampas Tebu (546 ANZ p). *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia Fsm-Undip.
- Arryanto, Y. 2001. Fenomena dalam Proses Pertukaran Ion. *Seminar Kelompok Material Anorganik Jurusan Kimia*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Birowo, A.T. 1992. *Seri Manajemen Usaha Perkebunan Gula, Edisi Pertama*. Yogyakarta: LPP.
- Byrappa, K. dan Kumar, B.V.S. 2007. Characterization of Zeolites by Infrared Spectroscopy. *Asian Journal of Chemistry*. Vol. 19. No. 6, hal: 4933-4935. India: Mysore.
- Cekova, B., Kocev, D., dan Kolcakovska, E. 2004. *A Contribution To The Synthesis Of The Low-Silica X Zeolite*. Turki: Universitas Adnan Menderes.
- Cheng, Y., Wang, L., Li, J., Yang, Y., dan Sun, X. 2005. Preparation and Characterization of Nanosized ZSM-5 Zeolite in The Absence Of Organic Template. *Materials Letters*. Vol. 59, hal. 3427-3430.
- Das, S.N. 2011. Zeolite Synthesis and Its Application as Adsorbent. *Thesis*. Patiala: Department of Chemical Engineering Thapar University.
- Ebitani, K., Nagashima, K., Mizugaki, T., dan Kaneda, K. 2000. Preparation of a Zeolite X-Encapsulated Copper (II) Chloride Complex and Its Catalysis for Liquid-Phase Oxygenation of Amines in the Presence of Molecular Oxygen. *The Royal Society of Chemistry*. Vol 10. hal 869-870.
- Fathizadeh, M. dan Aroujalian, A. 2011. Synthesis and Characterization of Nano Particle Crystals of NaX Zeolite. *International Journal of Industrial Chemistry*. Vol. 2. No. 3. 2011. pp. 140-143. Iran: Islamic Azad University Quchan Branch.

- Fernandez, B.R. 2011. *Sintesis Nanopartikel*. Makalah Program Studi Kimia. Padang: Universitas Andalas.
- Flanigen, E.M. 1991. *Zeolite and Molecular Sieves An Historical Perspective*. New York: Elsevier Science Publishers B.V.
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Markovska, I., dan Hristov, Y. 2009. A Study On The Synthesis And Structure Of Zeolite NaX. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*. 48. 2. 168-17.
- Goncalves, M.L., Dimitrov, L.D., Jorda, M.H., Wallau, M., Ernesto, A., dan Gonzalez, U. 2008. Synthesis Of Mesopori Zsm-5 By Crystallisation Of Aged Gels In The Presence Of Cetyltrimethylammonium Cations. *Catalysis Today*. Vol. 133-135, hal: 69-79.
- Grant, N. M. dan Suryanayana, C. 1998. *X-Ray Diffraction : A Partical Approach*. New York: Plenum Press.
- Hadi, S.H. 1993. Pembuatan dan Karakterisasi Zeolit A dari Sekam Padi. *Skripsi*. Yogyakarta: UGM.
- Hamdan, H., Muhid, M. N., Endud, S., Listiorini E., dan Ramli, Z. 1997. Si MAS NMR, XRD and FESEM Studies of Rice Husk Silica for The Synthesis of Zeolites. *Journal of Non Crystalline Solids*. Vol. 211. hal. 126-131.
- Hamid, A. 2011. *Tafsir al-Jaelani*. Jakarta: Tim Sahara.
- Hanafi, S. dan Nandang, R. 2010. Studi Pengaruh Bentuk Silika dari Abu Ampas Tebu terhadap Kekuatan Produk Keramik. *Jurnal Kimia Indonesia* Vol. 5(1).
- Harjanto, S. 1987. Lempung, Zeolit, Dolomit, dan Magnesit: Jenis, Sifat Fisik, Cara Terjadi dan Penggunaanya. *Publikasi Khusus Direktorat Sumberdaya Mineral, Dirjen Geologi dan Sumberdaya Mineral, Departemen Pertambangan dan Energi Republik Indonesia*. Jakarta, h. 108-166.
- Haryono, S. dan Sudjarmiko, A. 2011. Kajian Kandungan Pozzolan Pada Limbah Abu Ampas Tebu (*Baggase Ash*) Dengan Suhu Pembakaran Secara Terkontrol. *Simposium Nasional RAPI X FT UMS – 2011*. ISSN : 1412-9612. *Jurnal Kimia Indonesia*. Vol. 5 (1), 2010, h.35-38.
- Hidayah, C.N. 2004. Sintesis Katalis Co/Faah, Ni/Faah, Dan Cu/Faah: Hubungan Pola Pengembangan Dengan Urutan Nomor Atom Logam Katalis Dalam Sistem Periodik Unsur. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Htun, M.M.H., Htay, M.M., dan Lwin, M.Z. 2012. *Preparation of Zeolite (NaX,Faujasite) from Pure Silica and Alumina Sources*. Singapore:

International Conference on Chemical Processes and Environmental issues (ICCEEI'2012).

- Iqbal, M.J. dan Ashiq, M.N. 2007. Thermodynamics of Adsorption of Dyes from Aqueous Media On Activated Charcoal. *Journal of Research (Science)*, *Baharuddin Zakariya University*. Vol. 18, No. 2, pp. 91 – 99.
- Kacirek, H., and Lechert, H. 1976. Rate of Crystallization and a Model for The Growth of Zeolite Na-Y Zeolite. *J. Phys Chem*. 80: 1291-1296.
- 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. *Skripsi Tidak Diterbitkan*. Semarang: Universitas Negeri Semarang.
- Kenneth dan Kieu. 1991. The Preparation and Characterization of an X-Type Zeolite. *An Experiment in Solid-state Chemistry*. University of Texas at Dallas.
- Kim, S.D., Noh, S.H., Park, J.W., dan Kim, W.J. 2004. Organic-Free Synthesis of ZSM-5 With Narrow Crystal Size Distribution Using Two-Step Temperature Process. *Microporous Mesoporous Matter*. 181 – 188.
- Kiti, E.V. 2012. Synthesis Of Zeolites and Their Application To The Desalination Of Seawater. *Tesis*. Ghana: University of Science and Technology Kumasi.
- Kwakye-Awuah, B. 2008. Production of Silver-Loaded Zeolites and Investigation of Their Antimicrobial Activity. *Thesis*. U.K: University of Wolverhampton.
- Masoudian, S.K., Sadighi, S., dan Abbasi, A. 2013. Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X from Technical Grade Materials. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. 8 (1). 54 – 60. Iran: RIPI.
- Mozgawa, W., Krol, M., dan Barczyk, K. 2011. Ft-Ir Studies Of Zeolites From Different Structural Groups. *CHEMIK*. Vol. 65. No. 7, hal: 667-674.
- Mulyadi. 2002. *Raw Material and Body Preparation, Ceramic Development Technology*. Japan: Chukyo Junior College.
- Palupi, E. 2006. Degradasi Methylene Blue Dengan Metode Fotokatalisis Dan Fotoelektrokatalisis Menggunakan Film TiO₂. *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Paturau, J.M. 1982. *By Product of The Cane Sugar Industry*. Amsterdam: Elsevier.
- Rawtani, A.V. dan Rao, M.S. 1989. Synthesis of ZSM-5 Zeolite Using Silica from Rice Husk Ash. *India Engineering Chemistry Resources*. 28:1411–1414.

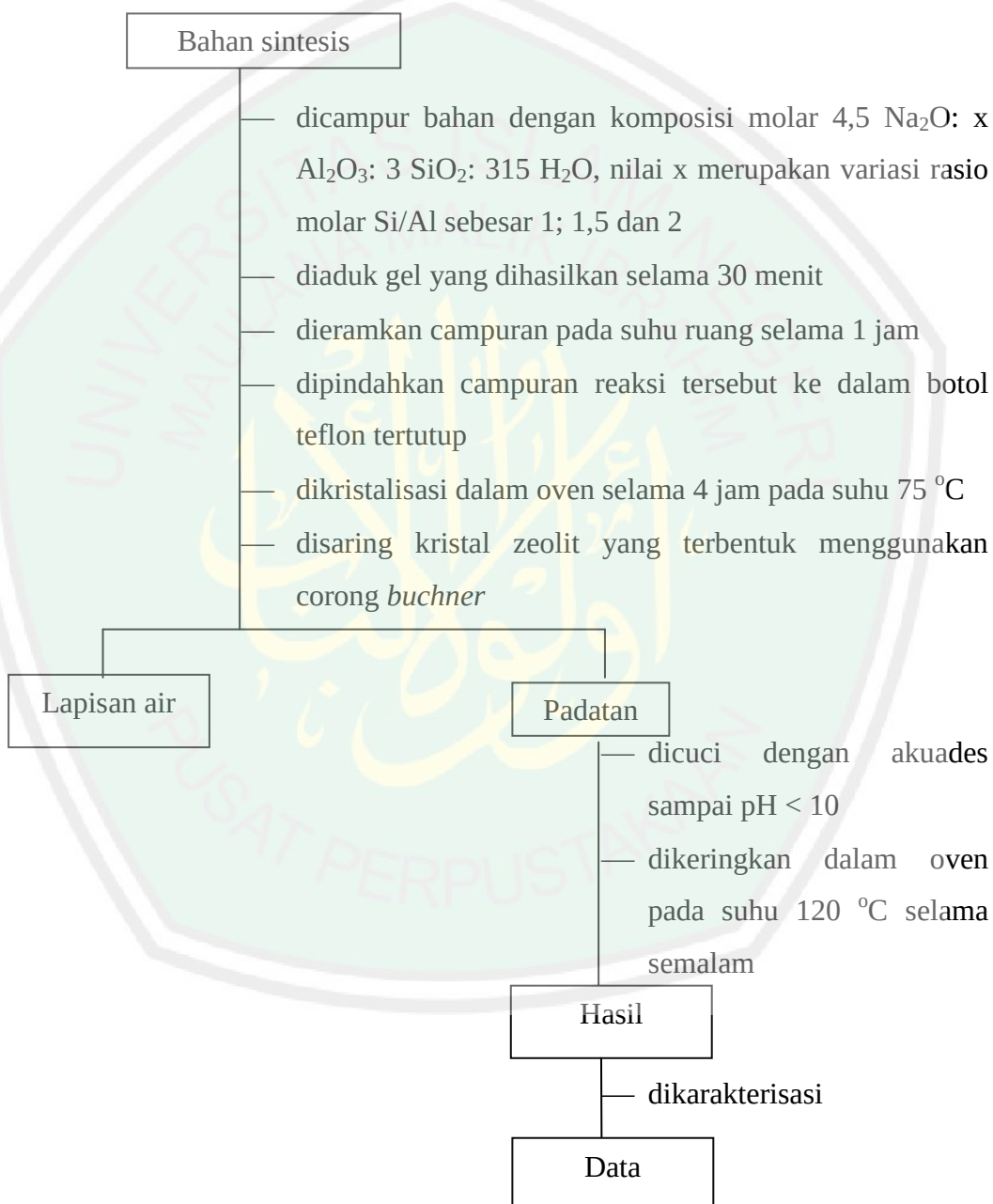
- Riang, A.J. 2012. Sintesis Zeolit Dari Limbah Ampas Tebu Variasi Waktu Kristalisasi dan Rasio Si/Al (546 Ria a). *Skripsi*. Semarang: Jurusan Kimia FSM-UNDIP.
- Sastrohamidjojo, H. 1992. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Shihab, M.Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah: Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Smallman, R.E. 2000. *Metalurgi Fisik Modern*, edisi keempat Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Socrates, G. 1994. *Infrared Spectroscopy*. Chicester: John Wiley & Sons Ltd.
- Sriatun. 2004. *Sintesis Zeolit A Dan Kemungkinan Penggunaannya Sebagai Penukar Kation*. Semarang: FMIPA UNDIP.
- Sun, L. dan Gong, K. 2001. Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications. *India Engineering Chemical Resource*. 40:5861–5877.
- Sutarno, Arryanto, Y., dan Budyantoro, A. 2009. Kajian Pengaruh Rasio Berat NaOH/Abu Layang Batubara Terhadap Kristalinitas Dalam Sintesis Faujasit. *Jurnal Ilmu Dasar*. Vol. 10 No. 1. 2009 : 1 – 5.
- Taffarel, S.R. dan Rubio, J. 2010. Adsorption of Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate from Aqueous Solution Using a Modified Natural Zeolite with CTAB. *Journal Minerals Engineering*. Departamento de Engenharia de Minas, PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS).
- Taqiyah, R. 2012. Perbandingan Struktur Kristal dan Morfologi Lapisan Tipis Barium Titanat (BT) dan Barium Zirkonium Titanat (BZT) yang ditumbuhkan dengan Metode Sol-Gel. *Skripsi*. Surakarta: Fisika FMIPA Universitas Sebelas Maret.
- Thammavong, S. 2003. Studies of Synthesis, Kinetics and Particle Size of Zeolite X from Narathiwat Kaolin. *Thesis*. Laos: Suranaree University of Technology.
- Thermo, N. 2001. *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry*. Madison – USA: Thermo Nicolet Corporation.
- Treacy, M.M.J. dan Higgins, J.B. 2001. *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, 4th ed. New York: Elsevier Science Publishers B.V.
- Ulfah, E.M., Yasnuar, F.A., dan Istadi. 2006. Optimasi Pembuatan Katalis Zeolit X dari Tawas, NaOH dan Water Glass dengan Response Surface Methodology. *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*. Vol. 1. No. 3, hal: 26-32. Semarang: Universitas Diponegoro.

- Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Wang, C., Zhou, J., Wang, Y., Yang, M., Li, Y., dan Meng, C. 2013. Synthesis of Zeolite X From Low-Grade Bauxite. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*. 88: 1350–1357.
- Warsito, S., Sriatun, dan Taslimah. 2008. Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (n-CTMABr) Pada Sintesis Zeolit-Y. *Seminar Tugas Akhir S1 Tidak Diterbitkan*. Semarang: Jurusan Kimia UNDIP.
- Weitkamp, J. dan Puppe, L. 1999. *Catalysis and Zeolites*. Berlin: Springer-Verlag.
- 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.
- Widayat, Sadikky, A., dan Anggraeni, H. 2012. Proses Produksi Katalis Zeolit X Dan Uji Aktifitas Dalam Proses Penukaran Ion Kalsium. *Teknik*. Vol. 33 No.1, ISSN 0852-169.
- Widihati, I.A.G., Ratnayani, O., dan Angelina, Y. 2010. Karakterisasi Keasaman Dan Luas Permukaan Tempurung Kelapa Hijau (*Cocos Nucifera*) Dan Pemanfaatannya Sebagai Biosorben Ion Cd^{2+} . *Jurnal Kimia*. Vol. 4. No. 1, hal: 7-14. Bukit Jimbaran: Universitas Udayana.
- Yeom, Y.H., Jang, S.B., dan Kim, Y. 1997. Three Crystal Structures Of Vacuum-Dehydrated Zeolite X, $\text{M}_{46}\text{Si}_{100}\text{Al}_{92}\text{O}_{384}$, $\text{M}=\text{Mg}^{2+}$, Ca^{2+} , And Ba^{2+} . *J. Phys. Chem. B*. American: American Chemical Society.
- Yulianto, I. 2000. Pengaruh Peleburan dengan Natrium Hidroksida pada Sintesis Faujasit dari Abu Layang. *Skripsi*. Yogyakarta: FMIPA UGM.
- Yvonne, T. dan Thompson. 2002. Controlled Co-Crystallization of Zeolites A and X. *Journal of Material Chemistry*. Vol 12. Hal 496-499.
- Zhely, M. dan Widiastuti, N. 2012. Sintesis Zeolit X-karbon dari Abu Dasar Batubara dan Karakterisasinya sebagai Material Penyimpan Hidrogen. *Prosiding Semester Genap Jurusan Kimia Fakultas MIPA*. Surabaya: ITS.

Lampiran 1

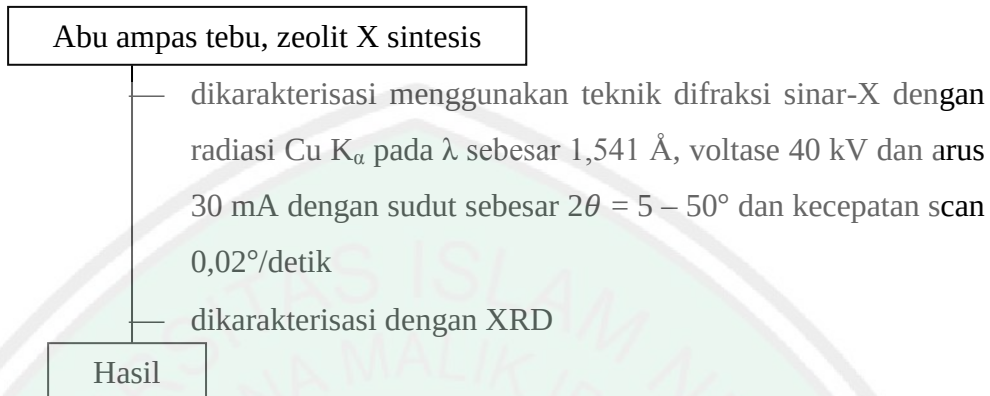
SKEMA KERJA

1. Sintesis Zeolit X (Masoudian, dkk., 2013)

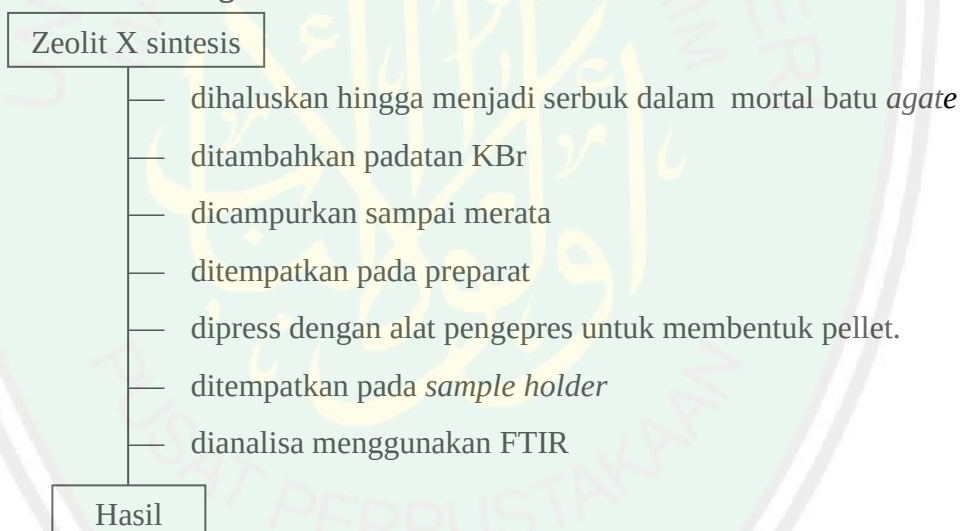


2. Karakterisasi

2.1 Karakterisasi dengan XRD

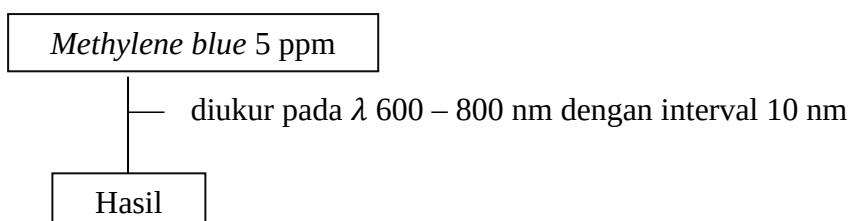


2.2 Karakterisasi dengan FTIR



2.3 Karakterisasi Luas Permukaan dengan Analisis Adsorpsi *Methylene Blue* (Hidayah, 2004)

a) Penentuan panjang gelombang



b) Penentuan waktu kestabilan *methylene blue*

Methylene blue 5 ppm

- dishaker sebanyak 20 ml dengan variasi waktu 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, dan 90 menit
- diukur absorbansinya dengan panjang gelombang maksimum untuk setiap waktu tersebut
- ditentukan waktu kestabilan *methylene blue*

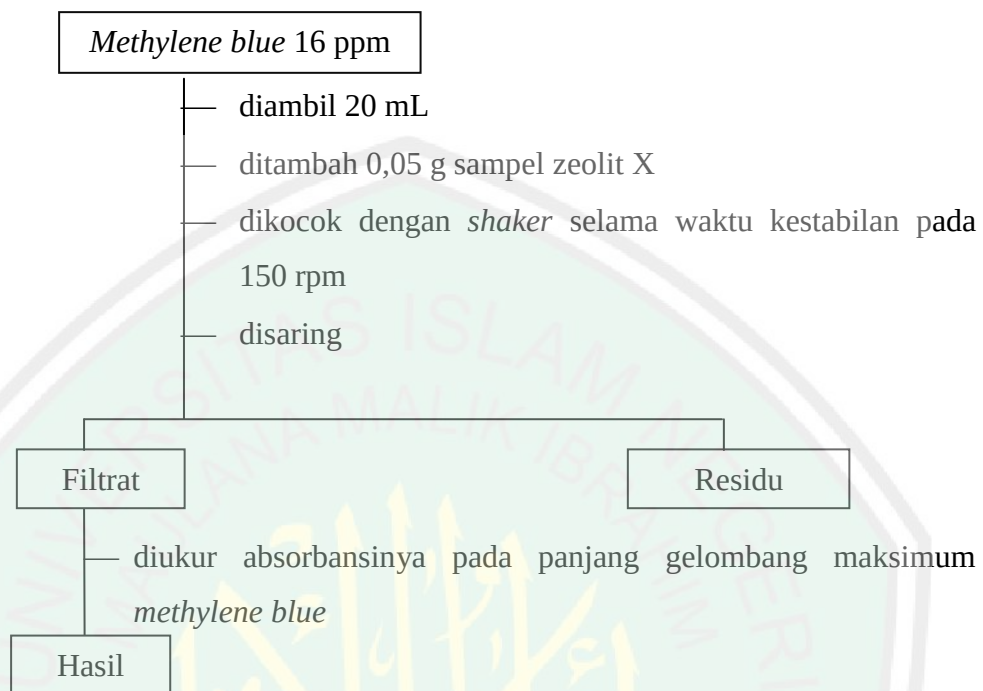
Hasil

c) Pembuatan kurva baku

Methylene blue

- dibuat dengan konsentrasi masing-masing 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, dan 8 ppm
- diukur absorbansinya dengan panjang gelombang maksimum *methylene blue*
- dibuat kurva baku

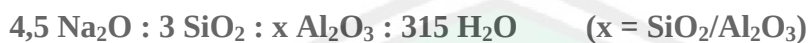
Hasil

d) Penentuan luas permukaan zeolit X hasil sintesis

Lampiran 2

Perhitungan

Komposisi reaktan



Contoh :



1. Na₂O

4,5 mol Na₂O → dari 2 NaOH

$$\begin{aligned} 4,5 \text{ mol} &= \frac{\text{gr}}{\text{Mr}} \\ \text{gr} &= 4,5 \text{ mol} \times 40 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 180 \text{ gr} \times 2 \\ &= 360 \text{ gr} \end{aligned}$$

2. NaOH

Misal: 99,5 %

$$\frac{100}{99,5} \times 360 \text{ gr} = 361,81 \text{ gr}$$

3. Abu Ampas Tebu (SiO₂)

$$3 \text{ mol SiO}_2 = \frac{\text{gr}}{\text{Mr}}$$

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 3 \text{ mol} \times 60,084 \\ &= 180,252 \text{ gr} \end{aligned}$$

Misal: SiO₂ 44,6 %

$$\frac{100}{44,6} \times 180,252 \text{ gr} = 404,15 \text{ gr}$$

4. Alumina (Al₂O₃)

- $$\begin{aligned} \text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1) &\rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{1} \text{ SiO}_2 = 3 \text{ mol} \\ \text{gr} &= 3 \text{ mol} \times 102 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \\ &= 306 \text{ gr} \end{aligned}$$
- $$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 (1,5) \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{1,5} \text{ SiO}_2 = 2 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned} gr &= 2 \text{ mol} \times 102 \frac{gr}{mol} \\ &= 204 \text{ gr} \end{aligned}$$

- $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 \text{ (2)} \rightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 = \frac{3}{2} \text{SiO}_2 = 1,5 \text{ mol}$
 $gr = 1,5 \text{ mol} \times 102 \frac{gr}{mol} = 153 \text{ gr}$

5. H_2O

$$\begin{aligned} 4,5 \text{ mol } \text{H}_2\text{O} &= \frac{gr}{Mr} \\ gr &= 4,5 \text{ mol} \times 18 \frac{gr}{mol} \\ &= 81 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$315 \text{ mol } \text{H}_2\text{O} = \frac{gr}{Mr}$$

$$\begin{aligned} gr &= 315 \text{ mol} \times 18 \frac{gr}{mol} \\ &= 5670 \text{ gr} \end{aligned}$$

❖ Yang ada dalam campuran (55,4 % SiO_2 ; 1 % NaOH ; 4,5 mol H_2O)

$$\text{➤ } \text{SiO}_2 = \frac{55,4}{100} \times 404,15 = 223,89 \text{ gr}$$

$$\text{➤ } \text{NaOH} = \frac{0,5}{100} \times 361,81 = 1,81 \text{ gr}$$

$$\text{➤ } 4,5 \text{ mol } \text{H}_2\text{O} = 81 \text{ gr}$$

$$\text{➤ } \text{Jadi, } \text{H}_2\text{O total} = 223,89 \text{ gr} + 1,81 \text{ gr} + 81 \text{ gr} = 306,7 \text{ gr}$$

Jadi massa reaktan yang ditambahkan :

1. **Abu Ampas Tebu (SiO_2)** = 404,15 gram
2. **Al_2O_3 (1)** = 306 gram
3. **Al_2O_3 (1,5)** = 204 gram
4. **Al_2O_3 (2)** = 153 gram
5. **NaOH** = 361,81 gram
6. **H_2O** = $5670 - 306,7 = 5363,3 \text{ gram} = 5363,3 \text{ mL}$

❖ Perhitungan 1/50 resep

Massa reaktan yang ditambahkan menjadi :

1. **Abu Ampas Tebu (SiO_2)** = 8,083 gram
2. **Al_2O_3 (1)** = 6,12 gram
3. **Al_2O_3 (1,5)** = 4,08 gram

4. Al_2O_3 (2) = 3,06 gram
5. NaOH = 7,2362 gram
6. H_2O = 107,266 gram = 107,266 mL



Lampiran 3

Peparasi Reagen

1. Membuat Larutan *Methylene Blue* (MB)

- Larutan Stok MB 20 ppm

$$\text{ppm} = \frac{m}{V}$$

$$m = \text{ppm} \times L$$

$$m = 20 \text{ ppm} \times 1 \text{ L}$$

$$m = 20 \text{ mg} = 0,02 \text{ gr}$$

Keterangan :

ppm = konsentrasi MB

mg = berat MB yang diperlukan (mg)

L = volume yang digunakan untuk melarutkan *methylene blue* (L)

Jadi ditimbang sebanyak 0,02 gr MB dilarutkan dalam *beaker glass* yang berisi akuades dan diaduk hingga larut. Dipindahkan larutan dalam labu ukur 1 L dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Dikocok-kocok sampai larutan bercampur sempurna.

- Membuat 100 mL larutan MB 1 ppm dari larutan 20 ppm

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

$$20 \text{ ppm} \times V_1 = 1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL}}{20 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

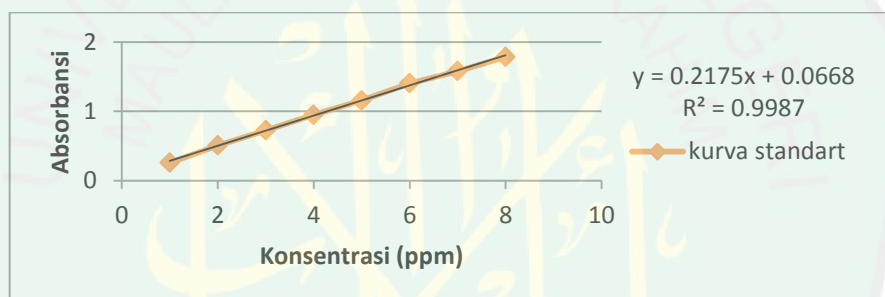
Jadi diambil 5 mL larutan stok *methylene blue* 20 ppm, diambil dengan pipet ukur 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Ditambahkan akuades hingga tanda batas, dilakukan pengocokan hingga didapatkan larutan homogen. Pembuatan larutan MB 2, 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 ppm dilakukan perhitungan seperti pengenceran pembuatan larutan MB 1 ppm. Volume yang diambil masing-masing berturut adalah 10,15, 20, 25, 30, 35 dan 40 mL.



Lampiran 4. Data dan Perhitungan

1. Pembuatan kurva baku *methylene blue*

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0,2583
2	0,5087
3	0,7253
4	0,9496
5	1,1558
6	1,4035
7	1,5784
8	1,7839



2. Luas Permukaan Zeolit X Rasio 1

Waktu	Berat Zeolit yg Dipakai (gr)	Absorbansi <i>Methylene Blue</i> Sisa	Xm (mg/gr)	Luas Permukaan (m ² /gr)
40	0,0500	0,9721	4,5887	16,9967
50	0,0501	0,9725	4,5788	16,9601

3. Luas Permukaan Zeolit X Rasio 1,5

Waktu	Berat Zeolit yg dipakai (gr)	Absorbansi <i>Methylene Blue</i> Sisa	Xm (mg/gr)	Luas Permukaan (m ² /gr)
40	0,0501	0,6572	5,1575	19,1037
50	0,0501	0,7098	5,0609	18,7458

4. Luas Permukaan Zeolit X Rasio 2

Waktu	Berat Zeolit yg dipakai (gr)	Absorbansi <i>Methylene Blue</i> Sisa	Xm (mg/gr)	Luas permukaan (m ² /gr)
40	0,0501	0,4452	5,5466	20,5449
50	0,0502	0,4896	5,4542	20,2026

Hasil Perhitungan Penentuan Konsentrasi *Methylene Blue* Sebelum Diadsorp

Hasil absorbansi : 0,9169

Persamaan kurva baku yang didapat :

$$\begin{aligned}y &= 0,2175x + 0,0668 \\0,9169 &= 0,2175x + 0,0668 \\x &= (0,9169 - 0,0668) / 0,2175 \\x &= 3,9085 \text{ ppm} \times 4 \\&= 15,634 \text{ ppm}\end{aligned}$$

Hasil Perhitungan Penentuan Luas Permukaan Zeolit X Rasio 1

1. Waktu 40 menit

a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit X

Hasil absorbansi : 0,9721

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$\begin{aligned}y &= 0,2175x + 0,0668 \\0,9721 &= 0,2175x + 0,0668 \\x &= (0,9721 - 0,0668) / 0,2175 \\x &= 4,1622 \text{ ppm}\end{aligned}$$

b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi

$$\begin{aligned}[\text{Methylene blue yang diserap zeolit}] &= [\text{MB 16 ppm}] - [\text{MB sisa}] \\&= 15,634 \text{ ppm} - 4,1622 \text{ ppm} \\&= 11,4718 \text{ ppm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{ppm} &= \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\&= 11,4718 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2294 \text{ mg}\end{aligned}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2294 \text{ mg}}{0,0500 \text{ gram}}$$

$$X_m = 4,5887 \text{ mg/gram}$$

c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$\begin{aligned}S &= \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})} \\S &= \frac{4,5887 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500} \\&= 16,9967 \text{ m}^2/\text{gram}\end{aligned}$$

Keterangan:

S = luas permukaan adsorben (m^2/g)

N = bilangan avogadro (mol^{-1})

X_m = berat adsorbat teradsorpsi (mg/g)

A = luas penutupan oleh 1 molekul *methylene blue* (m^2)

M_r = massa molekul relatif *methylene blue* (mg/mol)

Dimana :

$$\begin{aligned}
 \text{bilangan avogadro (N)} &= 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1} \\
 \text{berat adsorbat teradsorpsi (Xm)} &= 18,9082 \text{ mg/g} \\
 \text{luas penutupan oleh 1 molekul methylene blue (A)} &= 197 \cdot 10^{-20} \text{ m}^2 \\
 \text{massa molekul relatif methylene blue (Mr)} &= 320,5 \text{ g/mol} \\
 &= 320500 \text{ mg/mol}
 \end{aligned}$$

2. Waktu 50 menit

- a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit X

Hasil absorbansi : 0,9725

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,2175x + 0,0668$$

$$0,9725 = 0,2175x + 0,0668$$

$$x = (0,9725 - 0,0668) / 0,2175$$

$$x = 4,1641 \text{ ppm}$$

- b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi

$$\begin{aligned}
 [\text{Methylene blue yang diserap zeolit}] &= [\text{MB 16 ppm}] - [\text{MB sisa}] \\
 &= 15,634 \text{ ppm} - 4,1641 \text{ ppm} \\
 &= 11,4699 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{ppm} &= \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\
 &= 11,4699 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2293 \text{ mg}
 \end{aligned}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2293 \text{ mg}}{0,0501 \text{ gram}}$$

$$X_m = 4,5788 \text{ mg/gram}$$

- c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$S = \frac{X_m \cdot N_A}{Mr (\text{MB})}$$

$$\begin{aligned}
 S &= \frac{4,5788 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500} \\
 &= 16,9601 \text{ m}^2/\text{gram}
 \end{aligned}$$

Hasil Perhitungan Penentuan Luas Permukaan Zeolit X Rasio 1,5

1. Waktu 40 menit

- a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit X

Hasil absorbansi : 0,6572

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,2175x + 0,0668$$

$$0,6572 = 0,2175x + 0,0668$$

$$x = (0,6572 - 0,0668) / 0,2175$$

$$x = 2,7144 \text{ ppm}$$

- b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi
 [Methylene blue yang diserap zeolit] = [MB 16 ppm] – [MB sisa]
 = 15,634 ppm – 2,7144 ppm
 = 12,9196 ppm

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= 12,9196 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2583 \text{ mg}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2583 \text{ mg}}{0,0501 \text{ gram}}$$

$$X_m = 5,1575 \text{ mg/gram}$$

- c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$S = \frac{X_m \cdot N_A}{M_r (\text{MB})}$$

$$S = \frac{5,1575 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500}$$

$$= 19,1037 \text{ m}^2/\text{gram}$$

2. Waktu 50 menit

- a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit
 X

Hasil absorbansi : 0,7098

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,2175x + 0,0668$$

$$0,7098 = 0,2175x + 0,0668$$

$$x = (0,7098 - 0,0668) / 0,2175$$

$$x = 2,9563 \text{ ppm}$$

- b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi
 [Methylene blue yang diserap zeolit] = [MB 16 ppm] – [MB sisa]
 = 15,634 ppm – 2,9563 ppm
 = 12,6777 ppm

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= 12,6777 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2535 \text{ mg}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2535 \text{ mg}}{0,0501 \text{ gram}}$$

$$X_m = 5,0609 \text{ mg/gram}$$

c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$S = \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})}$$

$$S = \frac{5,0609 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500}$$

$$= 18,7458 \text{ m}^2/\text{gram}$$

Hasil Perhitungan Penentuan Luas Permukaan Zeolit X Rasio 2

1. Waktu 40 menit

a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit X

Hasil absorbansi : 0,4452

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,2175x + 0,0668$$

$$0,4452 = 0,2175x + 0,0668$$

$$x = (0,4452 - 0,0668) / 0,2175$$

$$x = 1,7397 \text{ ppm}$$

b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi

$$[\text{Methylene blue yang diserap zeolit}] = [\text{MB 16 ppm}] - [\text{MB sisa}]$$

$$= 15,634 \text{ ppm} - 1,7397 \text{ ppm}$$

$$= 13,8943 \text{ ppm}$$

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

$$= 13,8943 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2778 \text{ mg}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2778 \text{ mg}}{0,0501 \text{ gram}}$$

$$X_m = 5,5466 \text{ mg/gram}$$

c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$S = \frac{X_m \cdot N \cdot A}{M_r (\text{MB})}$$

$$S = \frac{5,5466 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500}$$

$$= 20,5449 \text{ m}^2/\text{gram}$$

2. Waktu 50 menit

a. Menentukan konsentrasi sisa *methylene blue* setelah diadsorpsi zeolit X

Hasil absorbansi : 0,4896

Persamaan Kurva Baku yang didapat :

$$y = 0,2175x + 0,0668$$

$$0,4896 = 0,2175x + 0,0668$$

$$x = (0,4896 - 0,0668) / 0,2175$$

$$x = 1,9439 \text{ ppm}$$

- b. Menentukan konsentrasi *methylene blue* teradsorpsi

$$\begin{aligned} [\text{Methylene blue yang diserap zeolit}] &= [\text{MB 16 ppm}] - [\text{MB sisa}] \\ &= 15,634 \text{ ppm} - 1,9439 \text{ ppm} \\ &= 13,6901 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{ppm} &= \frac{\text{mg}}{\text{L}} \\ &= 13,6901 \text{ ppm} \times 0,02 \text{ L} = 0,2738 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$X_m = \frac{\text{berat methylene blue yang terserap}}{\text{berat zeolit yang dipakai}}$$

$$X_m = \frac{0,2738 \text{ mg}}{0,0502 \text{ gram}}$$

$$X_m = 5,4542 \text{ mg/gram}$$

- c. Menentukan Luas permukaan Spesifik

$$\begin{aligned} S &= \frac{X_m \cdot N_A}{M_r (\text{MB})} \\ S &= \frac{5,4542 \times 6,02 \times 10^{23} \times 197,2 \times 10^{-20}}{320500} \\ &= 20,2026 \text{ m}^2/\text{gram} \end{aligned}$$

Lampiran 5.

Data Mentah Karakterisasi

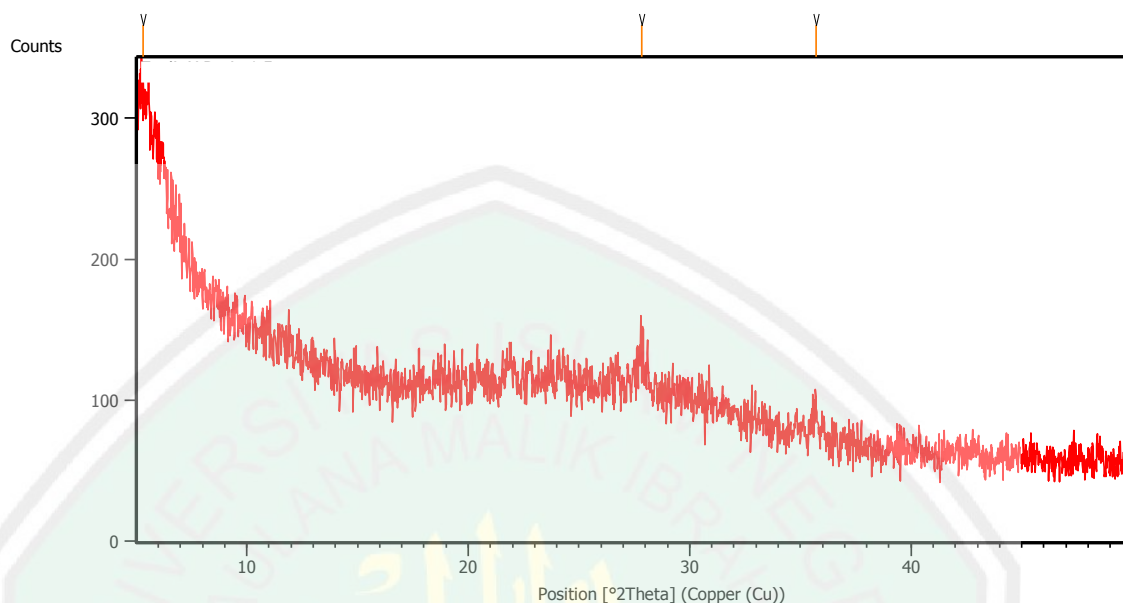
1. Karakterisasi XRD

a. Zeolit X Rasio 1

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	Zeolit X Rasio 1
File name	G:\Kirim Email\Soifi Ali\Zeolit X Rasio 1\Zeolit X Rasio 1.rd
Measurement Date / Time	4/4/2014 9:27:00 AM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	49.9904
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
27.8355	29.37	0.4015	3.20518	29.08
35.7143	16.15	0.4015	2.51410	15.99

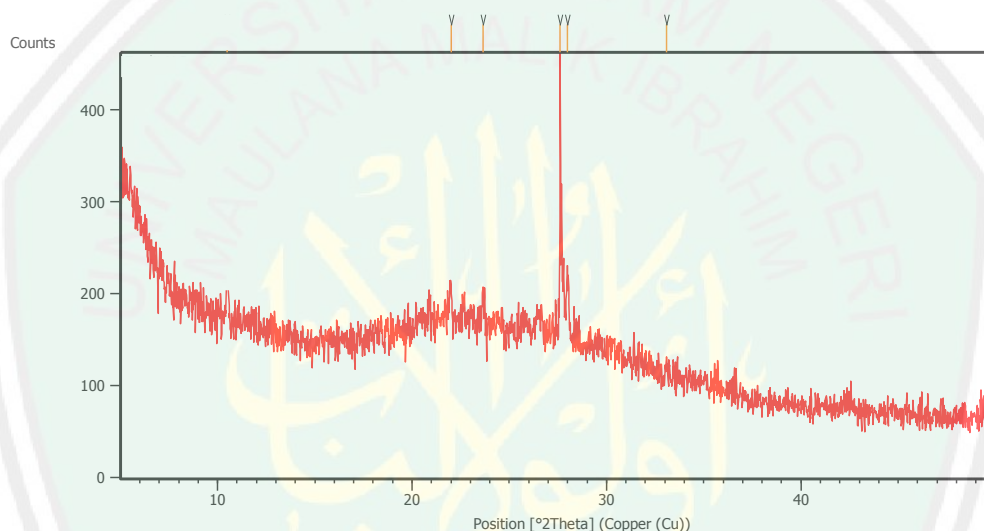
b. Zeolit X Rasio 1,5

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name	Zeolit X Rasio 1,5
File name	E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn 2014\Mei\Soifi Ali\Zeolit X Rasio 1,5\Zeolit X Rasio 1,5.rd
Measurement Date / Time	5/22/2014 3:01:00 PM
Raw Data Origin	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Scan Axis	Gonio
Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	49.9904
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443

K-Beta [Å] 1.39225
 K-A2 / K-A1 Ratio 0.50000
 Generator Settings 30 mA, 40 kV
 Diffractometer Type XPert MPD
 Diffractometer Number 1
 Goniometer Radius [mm] 200.00
 Dist. Focus-Diverg. Slit [mm] 91.00
 Incident Beam Monochromator No
 Spinning No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
22.0180	37.08	0.1338	4.03710	12.15
23.6423	31.35	0.2007	3.76328	10.27
27.6170	305.33	0.0335	3.23004	100.00
28.0072	65.33	0.1004	3.18591	21.40
33.1007	16.85	0.1171	2.70639	5.52

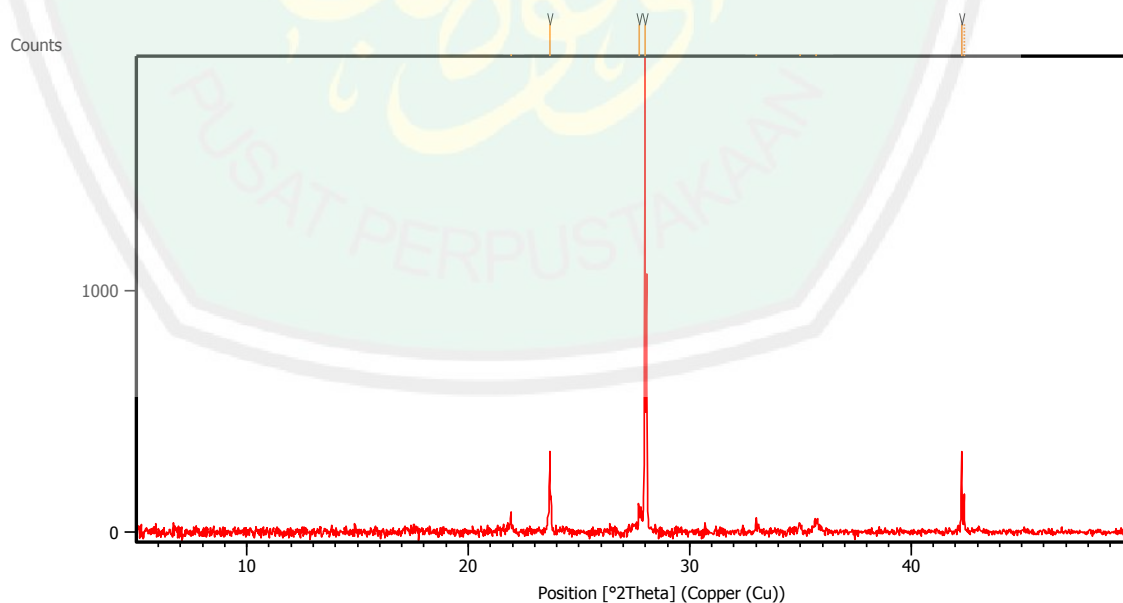
c. Zeolit X Rasio 2

Measurement Conditions: (Bookmark 1)

Dataset Name Zeolit X Rasio 2
 File name E:\DATA PENGUJIAN\Pengujian thn
 2014\Mei\Soifi Ali\Zeolit X Rasio 2\Zeolit X
 Rasio 2.rd
 Measurement Date / Time 5/22/2014 3:15:00 PM
 Raw Data Origin PHILIPS-binary (scan) (.RD)
 Scan Axis Gonio

Start Position [°2Th.]	5.0084
End Position [°2Th.]	49.9904
Step Size [°2Th.]	0.0170
Scan Step Time [s]	10.1500
Scan Type	Continuous
Offset [°2Th.]	0.0000
Divergence Slit Type	Fixed
Divergence Slit Size [°]	0.2500
Specimen Length [mm]	10.00
Receiving Slit Size [mm]	12.7500
Measurement Temperature [°C]	-273.15
Anode Material	Cu
K-Alpha1 [Å]	1.54060
K-Alpha2 [Å]	1.54443
K-Beta [Å]	1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	0.50000
Generator Settings	30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	XPert MPD
Diffractometer Number	1
Goniometer Radius [mm]	200.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	91.00
Incident Beam Monochromator	No
Spinning	No

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



Peak List: (Bookmark 3)

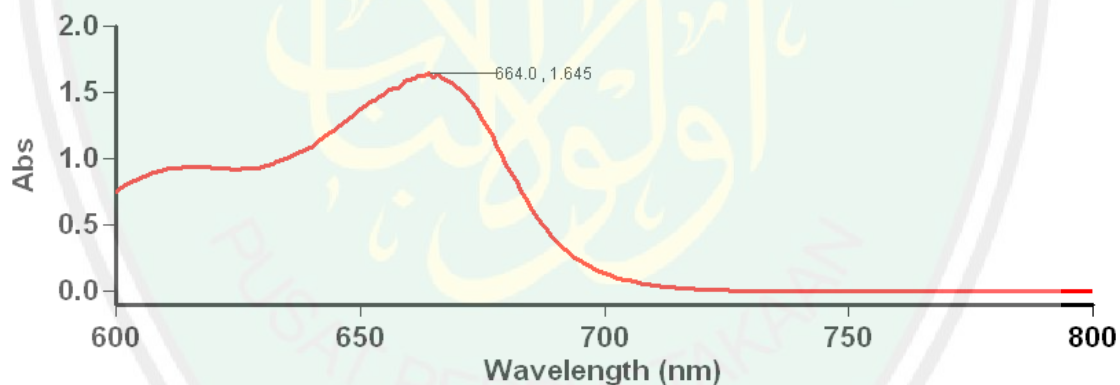
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
23.6813	293.15	0.0669	3.75718	15.80
27.7097	123.85	0.0502	3.21944	6.68
27.9801	1855.04	0.0502	3.18894	100.00
42.2903	336.05	0.0408	2.13538	18.12
42.4018	167.22	0.0612	2.13531	9.01

2. Karakterisasi Luas Permukaan adsorpsi *Methylene blue* dengan UV-Vis

a) Penentuan Panjang Gelombang Maksimum ($\lambda_{\max}$)

Lamda Maksimum Methylene Blue

Tanggal Analisa : 29 April 2014



Scan Analysis Report

Report Time : Tue 29 April 08:44:28 PM 2014

Method:

Batch: D:\Soifi Ali\Lamdha Maksimum Methylene Blue (29-04-2014).DSW

Software version: 3.00(339)

Operator: Rika

Sample Name: Methylene Blue

Collection Time 4/29/2014 8:44:28 PM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

800.0nm to 600.0nm

Wavelength (nm)

Abs

665.9	1.633
664.0	1.645
614.0	0.937

b) Penentuan Waktu Kestabilan (Waktu Operasional)

Absorbansi Waktu Kestabilan Methylene Blue

Tanggal Analisa : 2 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/2/2014 8:52:03 PM
 Method
 Batch name D:\Soifi Ali\Absorbansi Waktu Kestabilan
 Methylene Blue 8 ppm (2-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0899)	664.0

Analysis

Collection time 5/2/2014 8:52:03 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
10 menit					3.1566 2.6476 2.7905
		2.8649	0.2625	9.16	
20 menit					2.7716 2.7748 2.5877
		2.7114	0.1071	3.95	
30 menit					2.8217 2.4739 2.6830
		2.6596	0.1751	6.58	
40 menit					2.1268 2.0943 2.1311
		2.1174	0.0201	0.95	
50 menit					2.3526 2.4166 2.7405
		2.5032	0.2080	8.31	
60 menit					2.5195 2.6277 2.5855
		2.5776	0.0546	2.12	

70 menit				3.1643
				2.4219
	2.7415	0.3818	13.93	2.6382
80 menit				2.7580
				2.7388
	2.7286	0.0356	1.31	2.6889
90 menit				2.4418
				2.5401
	2.5290	0.0822	3.25	2.6051

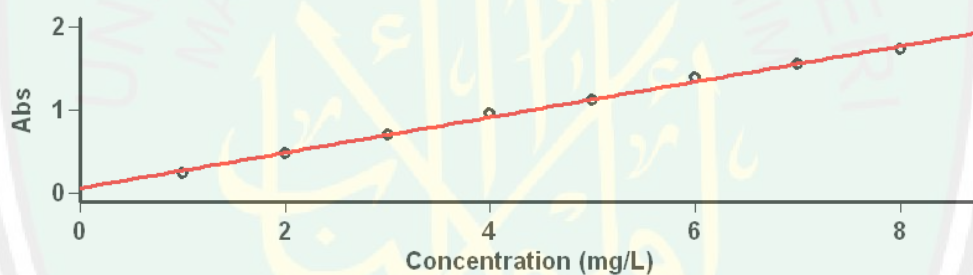
Results Flags Legend

R = Repeat reading

c) Penentuan Kurva Baku

Kurva Standar Methylene Blue

Tanggal Analisa : 5 Mei 2014



Concentration Analysis Report

Report time	5/5/2014 10:46:06 PM
Method	
Batch name	D:\Soifi Ali\Kurva Standar Methylene Blue (6-05-2014).BCN
Application	Concentration 3.00(339)
Operator	Rika

Instrument Settings

Instrument	Cary 50
Instrument version no.	3.00
Wavelength (nm)	664.0
Ordinate Mode	Abs
Ave Time (sec)	0.1000
Replicates	3
Standard/Sample averaging	OFF
Weight and volume corrections	OFF
Fit type	Linear
Min R ²	0.95000
Concentration units	mg/L

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0863)	664.0

Calibration

Collection time

5/6/2014 2:34:54 AM

Standard	Concentration mg/L	F	Mean	SD	%RSD	Readings
Std 1						0.2464 0.2445 0.2447
	1.0		0.2452	0.0010	0.43	
Std 2						0.4808 0.4795 0.4776
	2.0		0.4793	0.0016	0.34	
Std 3						0.7093 0.7078 0.7096
	3.0		0.7089	0.0010	0.14	
Std 4						0.9487 0.9516 0.9624
	4.0		0.9542	0.0072	0.75	
Std 5						1.1149 1.1186 1.1216
	5.0		1.1184	0.0033	0.30	
Std 6						1.3734 1.3712 1.4039
	6.0		1.3828	0.0183	1.32	
Std 7						1.5474 1.5596 1.5519
	7.0		1.5530	0.0062	0.40	
Std 8						1.7291 1.7354 1.7313
	8.0		1.7320	0.0032	0.18	
Calibration eqn	Abs = 0.21383*Conc +0.05948					
Correlation Coefficient	0.99705					
Calibration time	1/29/2014 2:40:21 AM					

Results Flags Legend

U = Uncalibrated

O = Overrange

N = Not used in calibration

R = Repeat reading

d) Penentuan Luas Permukaan**Absorbansi MB Pada Zeolit X Rasio 1**

Tanggal Analisa : 12 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time

5/12/2014 8:04:48 PM

Method

Batch name

D:\Soifi Ali\Absorbansi MB Pada Zeolit X Rasio
1 (13-05-2014).BAB

Application

Advanced Reads 3.00 (339)

Operator

Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0891)	664.0

Analysis

Collection time 5/12/2014 8:04:48 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
40 menit					0.9730 0.9682 0.9752
		0.9721	0.0036	0.37	
50 menit					0.9767 0.9639 0.9769
		0.9725	0.0074	0.76	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB Pada Zeolit X Rasio 1,5

Tanggal Analisa : 18 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/18/2014 8:10:12 AM
 Method
 Batch name D:\Soifi Ali\Absorbansi MB Pada Zeolit X Rasio 1,5(19-05-2014).BAB
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0949)	664.0

Analysis

Collection time

5/18/2014 8:10:12 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
40 menit					0.6556 0.6577 0.6584
		0.6572	0.0015	0.22	
50 menit					0.7109 0.7094 0.7089
		0.7098	0.0011	0.15	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB Pada Zeolit X Rasio 2

Tanggal Analisa : 21 Mei 2014

Advanced Reads Report

Report time 5/21/2014 8:42:34 PM
 Method
 Batch name D:\Soifi Ali\Absorbansi MB Pada Zeolit X Rasio 2 (22-05-2014)
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.0961)	664.0

Analysis

Collection time

5/21/2014 8:42:34 PM

Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
40 menit					0.4450 0.4458 0.4449
		0.4452	0.0005	0.10	
50 menit					0.4897 0.4887 0.4903
		0.4896	0.0008	0.16	

Results Flags Legend

R = Repeat reading

Absorbansi MB 16 ppm

Tanggal Analisa : 2 September 2014

Advanced Reads Report

Report time 9/2/2014 2:20:01 PM
 Method
 Batch name
 Application Advanced Reads 3.00 (339)
 Operator Rika

Instrument Settings

Instrument Cary 50
 Instrument version no. 3.00
 Wavelength (nm) 664.0
 Ordinate Mode Abs
 Ave Time (sec) 0.1000
 Replicates 3
 Sample averaging OFF

Comments:

Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1292)	664.0

Analysis

Collection time 9/2/2014 2:20:02 PM

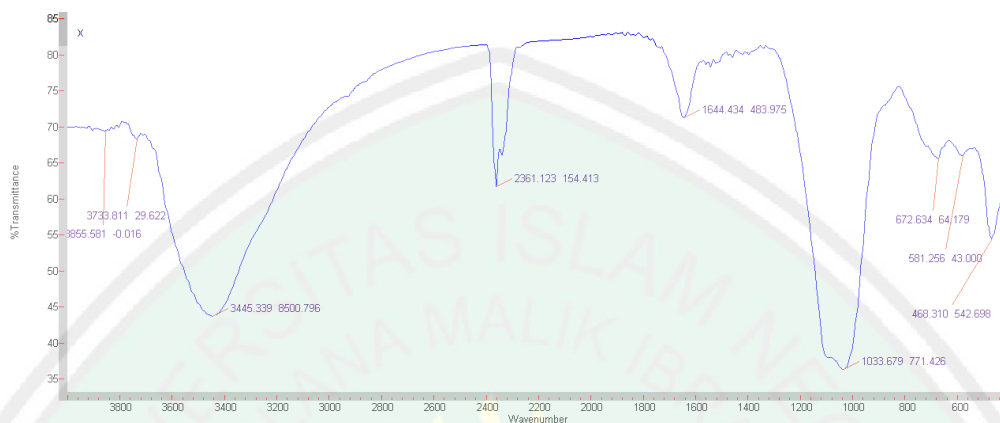
Sample	F	Mean	SD	%RSD	Readings
A0	R				0.9241
	R				0.9268
	R	0.9248	0.0018	0.20	0.9234
A40	R				0.9215
	R				0.9159
	R	0.9169	0.0042	0.45	0.9133

Results Flags Legend

R = Repeat reading

3. Karakterisasi FTIR

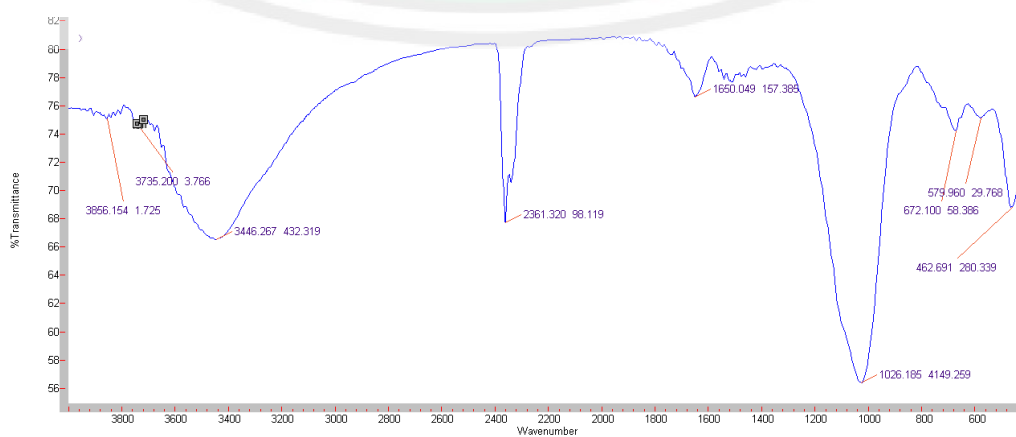
a. Zeolit X Rasio 1



b. Zeolit X Rasio 1,5



c. Zeolit X Rasio 2



Lampiran 6.

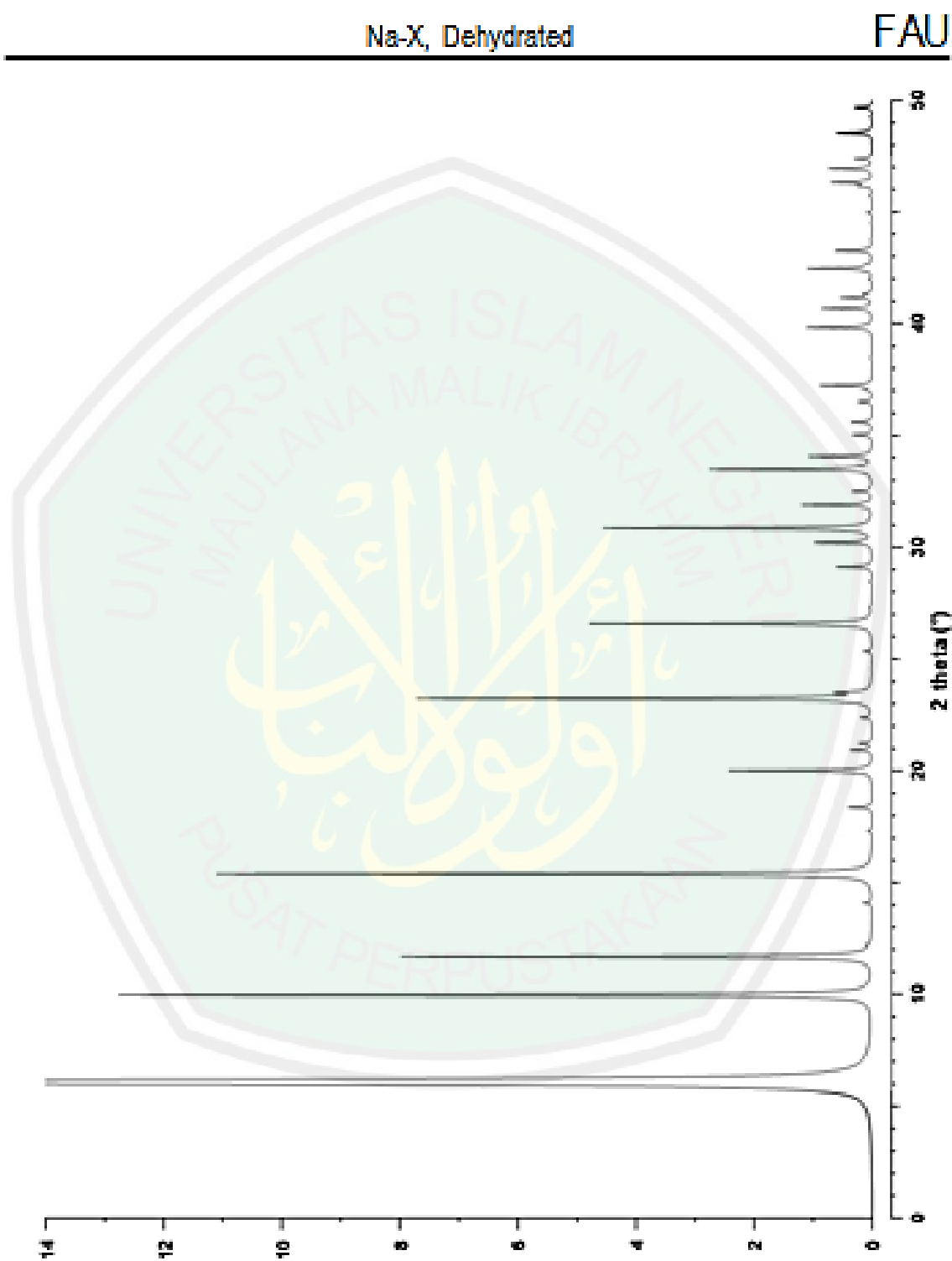
Data Standard XRD

FAU

Na-X, Hydrated

CHEMICAL COMPOSITION: $[\text{Na}_{88}(\text{H}_2\text{O})_{220}] [\text{Si}_{104}\text{Al}_{88}\text{O}_{384}]$ REFINED COMPOSITION: $[\text{Na}_{40.32}(\text{H}_2\text{O})_{171.84}] [\text{Si}_{103.68}\text{Al}_{88.32}\text{O}_{384}]$ CRYSTAL DATA: $Fd\bar{3}$ (No. 203) origin at centre ($\bar{3}$) $a = 25.028 \text{ \AA}$ $b = 25.028 \text{ \AA}$ $c = 25.028 \text{ \AA}$ $\alpha = 90^\circ$ $\beta = 90^\circ$ $\gamma = 90^\circ$ X-ray single crystal refinement, $R = 0.09$ REFERENCE: D. H. Olson,
J. Phys. Chem. **74** 2758–2764 (1970).

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

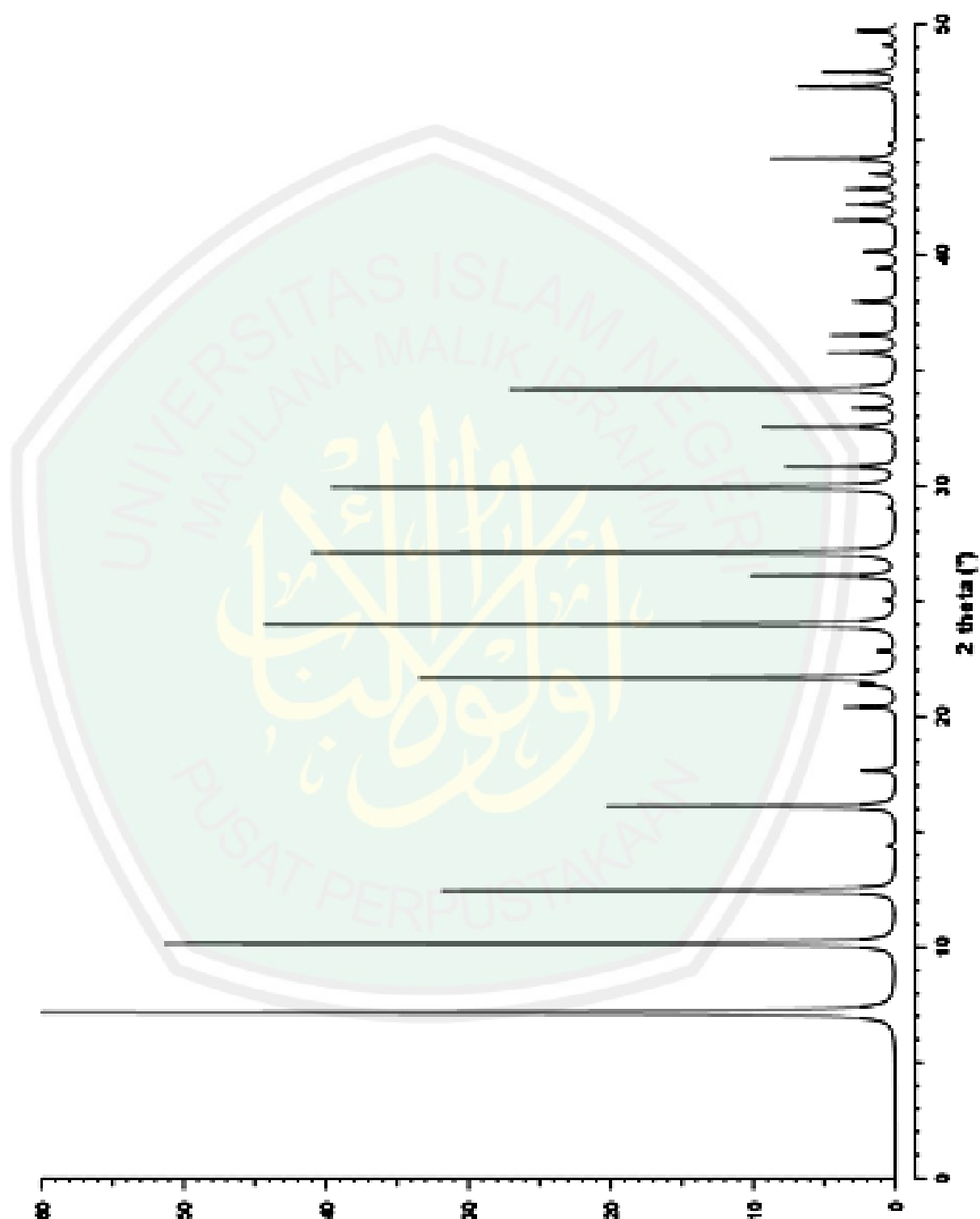


LTA

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



Lampiran 7.**Dokumentasi Penelitian****Sintesis Zeolit X**

Gambar 1. Pemeraman



Gambar 2. Hasil penyaringan zeolit



Gambar 3. Filtrat hasil penyaringan zeolit



Gambar 4. Pengukuran filtrat pH 8 dengan pH universal



Gambar 5. Padatan zeolit setelah pengeringan 120 °C selama 12 jam