



SKRIPSI

**PENGARUH PENAMBAHAN KCl PADA SINTESIS
ZEOLIT K-F SECARA LANGSUNG DARI KAOLIN
BLITAR**

ADDIN FITRIANI
NRP. 1409 100 705

Pembimbing
Dra, Ratna Ediati, MS., Ph.D.

Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2014



FINAL PROJECT - SK091304

**EFFECT OF KCl ADDITION IN DIRECT
SYNTHESIS OF K-F ZEOLITE FROM KAOLIN
BLITAR**

ADDIN FITRIANI
NRP. 1409 100 705

Supervisor
Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D.

Departement of Chemistry
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2014

LEMBAR PENGESAHAN

**PENGARUH PENAMBAHAN KCl PADA SINTESIS
ZEOLIT K-F SECARA LANGSUNG DARI KAOLIN
BLITAR**

SKRIPSI

Disusun Oleh:

ADDIN FITRIANI
NRP.1409 100 705

Surabaya, 23 Juli 2014

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



Dra. Ratna Ediati, MS., Ph.D.
NIP.19600622 198603 2 002

Mengetahui:
Ketua Jurusan Kimia,



Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D.
NIP.196917/199412 1 001

PENGARUH PENAMBAHAN KCl PADA SINTESIS ZEOLIT K-F SECARA LANGSUNG DARI KAOLIN BLITAR

Nama : Addin Fitriani
NRP : 1409100705
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Dra. Ratna Ediaty, M.S., Ph.D.

Abstrak

Zeolit K-F telah berhasil disintesis secara langsung dari kaolin Blitar menggunakan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 48 jam dengan penambahan larutan KCl pada variasi konsentrasi (1,7; 2,5 dan 3,4 M). Padatan hasil sintesis yang dianalisis menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR) menunjukkan bahwa zeolit K-F mulai terbentuk pada sampel dengan penambahan KCl dan waktu kristalisasi 48 jam, sedangkan tanpa penambahan KCl zeolit K-F tidak terbentuk. Sementara itu, berdasarkan analisis SEM pada sampel zeolit K-F dengan penambahan KCl sebesar 2,5 M dengan waktu kristalisasi 48 jam memiliki morfologi kristal berupa kubus yang bertumpuk.

Kata kunci: Sintesis zeolit K-F, kaolin Blitar, penambahan KCl, waktu kristalisasi.

EFFECT OF KCl ADDITION IN DIRECT SYNTHESIS OF K-F ZEOLITE FROM KAOLIN BLITAR

Name : Addin Fitriani
Nrp : 1409100705
Major : Kimia, FMIPA ITS
Supervisor : Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D.

Abstract

Zeolite K-F has been synthesized directly from kaolin of Blitar with addition variation of concentration KCl was 1,7, 2,5 and 3,4 M and variation of crystallization time in 24 and 48 hours. Zeolite K-F synthesized using hydrothermal method in 150 °C temperature. The result of zeolite K-F was analyzed using X-ray diffraction (XRD) and infrared spectroscopy showed that zeolite K-F began to form on the sample at the time 48 hours of crystallization with KCl addition, while the synthesis without the addition of KCl showed the synthesis of zeolite K-F failed. Meanwhile, based on SEM analysis on zeolite K-F sample with addition of KCl 2,5M with 48 hours of crystallization time has a crystal morphology formed cubes.

Keywords: Synthesis of zeolite K-F, kaolin of Blitar, addition of KCl, crystallization of time.

KATA PENGANTAR

Ahamdulillahirobbil`alamin. Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan nikmat dan karuniaNya sehingga penulis dapat menyelesaikan dengan baik tugas akhir yang berjudul “**Pengaruh penambahan KCl pada sintesis zeolit K-F secara langsung dari kaolin Blitar**”. Tulisan ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, do`a serta dorongan semangat dari semia pihak. Untuk itu penulis sangat berterimakasih kepada:

1. Dra. Ratna Ediati, M.S., Ph.D. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan serta bimbingan selama proses penyusunan naskah Skripsi ini.
2. Dr. Fahimah Martak, M.Si. selaku dosen wali atas bimbingannya selama proses belajar.
3. Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D. selaku Ketua Jurusan Kimia.
4. Lukman Atmaja, Ph.D. selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah membantu.
5. Mesiyat dan Siti Zaenab, kedua orang tua dan semua anggota keluarga yang selalu memberikan dukungan do`a, serta semangat yang tiada henti.
6. Heny Cahyati Utami, S.Farm. kakak yang selalu menemani dalam senang maupun duka.
7. Dosen beserta karyawan Jurusan Kimia FMIPA ITS yang telah membantu selama proses perkuliahan.
8. Teman-teman Liqoat, D`09, C27, KAMMI, LDJ dan ROHIS atas do`a, dukungan dan bantuannya selama proses perkuliahan.
9. Wiwin Sulistyowati dan Qoirul Nur Hidayati, S.si, Itsna Yunirosyidah atas segala bantuannya.
10. Abi Samali atas bantuan kaolin serta nasehat-nasehatnya.

11. Teman-teman seperjuangan di Laboratorium Material dan Energi atas semua bantuan dan selalu memberikan semangat, doa dan dukungannya.
12. Teman-teman kos Quran, kos Baiti janati atas segala bantuannya.
13. Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin saya sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah Skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh sebab itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga tugas akhir ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 3 Juni 2014

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	5
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Kaolin	7
2.2 Metakolin	11
2.4 Zeolit	14
2.2.1 Zeolit Secara Umum	14
2.4.2 Sifat-sifat Zeolit	15
2.4.3 Struktur Zeolit	18
2.4.4 Asal Zeolit	20
2.4.5 Aktifasi Zeolit	23
2.4.6 Sintesis Zeolit	24
2.4.7 Kadar Air Pada Zeolit	25
2.5 Zeolit K-F	26
2.4 Hidrotermal	31
2.5 Karakterisasi	33
2.5.1 XRD	33
2.5.2 FTIR	36
2.7.3SEM	39

BAB III	METODOLOGI	43
	3.1 Alat dan Bahan	43
	3.1.1 Alat	43
	3.1.2 Bahan	43
	3.2 Prosedur Penelitian	44
	3.2.1 Pemurnian Kaolin	44
	3.2.2 Sintesis zeolit K-F	45
	3.3 Karakterisasi	46
	3.3.1 XRD	46
	3.3.2 FTIR	46
	3.3.3 SEM	47
BAB IV	HASIL DAN PEMBAHASAN	49
	4.1 Pemurnian Kaolin	50
	4.2 Sintesis Zeolit K-F	55
	4.3 karakterisasi XRD	59
	4.4 Karakterisasi FTIR	69
	4.5 Karakterisasi SEM	72
BAB V	KESIMPULAN	77
	5.1 Kesimpulan	77
	5.2 Saran	77
	DAFTAR PUSTAKA	79
	LAMPIRAN	87

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Judul Gambar	Halaman
2.1	Gunung kaolin	8
2.2	Analisa XRD kandungan kaolin	9
2.3	Struktur kaolinit	10
2.4	Perbedaan fisik kaolin alam, hasil pemurnian dan metakaolin	11
2.5	Pola difraktogram kaolin dan metakaolin	12
2.6	Pola FTIR kaolin dan metakaolin	13
2.7	Struktur zeolit	19
2.8	Pembangun unit skunder	19
2.9	Pembangun unit tersier	20
2.10	Struktur zeolit K-F	27
2.11	Pola difraktogram zeolit K-F dengan variasi suhu	28
2.12	Pola difraktogram zeolit K-F dengan penambahan KOH dengan variasi konsentrasi	29
2.13	Pola difraktogram dengan penambahan KX pada sintesis zeolit K-F	30
2.14	Sudut difraksi sinar-X	34
2.15	Prinsip kerja difraksi sinar-X	35
2.16	Pola difraktogram kaolin, metakaolin dan zeolit K-F	36
2.17	Prinsip kerja FTIR	37
2.18	Spektra FTIR kaolin, metakaolin dan Zeolit K-F	38
2.19	Alat SEM	40
2.20	Bagan SEM	41
2.21	Analisa morfologi kaolin, metakaolin dan SEM	42
4.1	Kaolin alam Blitar	51
4.2	Proses pelarutan kaolin	52

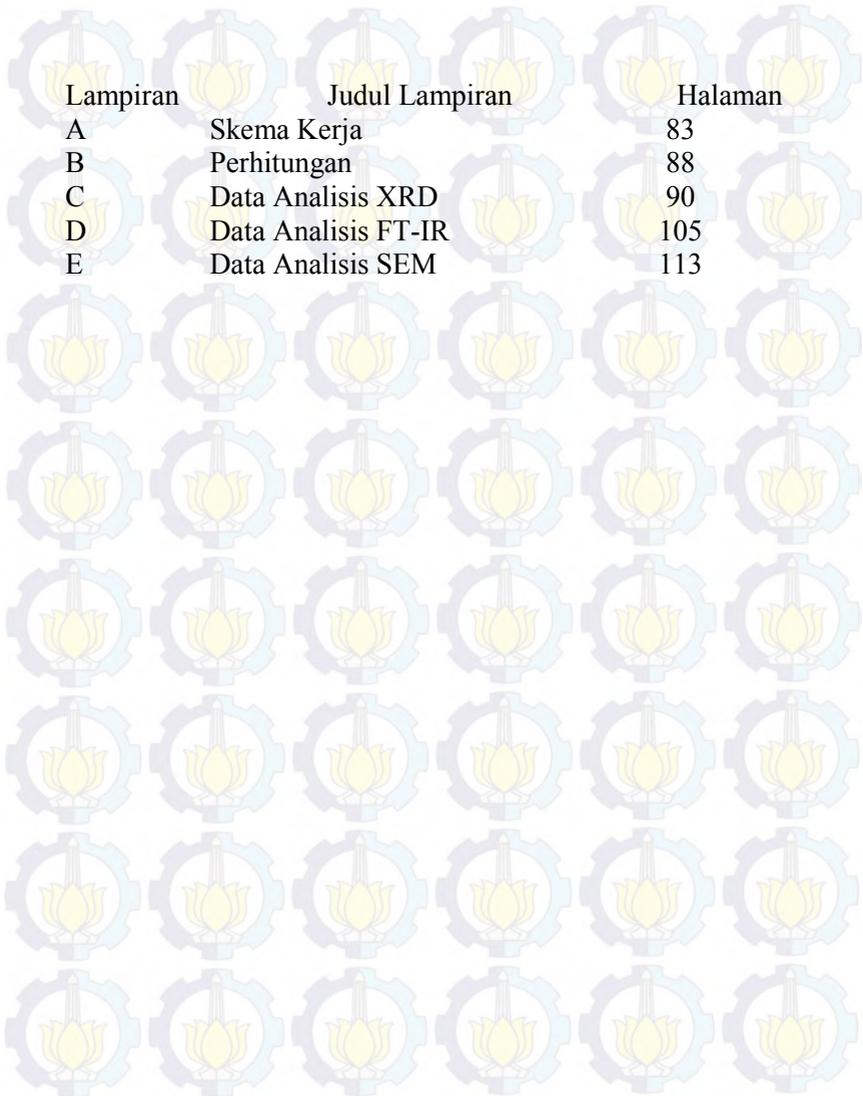
4.3	Magnetik <i>stirrer</i> dengan besi yang menempel	52
4.4	Proses <i>aging</i> kaolin	53
4.5	Kaolin alam setelah dimurnikan	54
4.6	<i>Autoklaf</i> yang digunakan dalam proses hidrotermal	57
4.7	pH zeolit K-F sebelum dinetralkan	58
4.8	pH zeolit setelah dinetralkan	59
4.9	Pola difraktogram kaolin	61
4.10	Pola difraktogram pemurnian kaolin	64
4.11	Pola difraktogram zeolit K-F selama 24 jam	66
4.12	Pola difraktogram zeolit K-F selama 48 jam	68
4.13	Spektra inframerah kaolin	70
4.14	Spektra inframerah zeolit K-F	72
4.15	Morfologi kaolin Wonotirto	74
4.16	Morfologi kaolin pembanding	74
4.17	Morfologi zeolit K-F dari kaolin Wonotirto	75
4.18	Morfologi zeolit K-F dari kaolin Jerman	75

DAFTAR TABEL

Tabel	Judul Tabel	Halaman
2.1	Kandungan kaolin alam	9
2.2	Komposisi zeolit alam	21
2.3	Zeolit sintesis dan kegunaannya	25
2.4	Parameter Penambahan KCl dengan variasi konsentrasi pada pembentukan zeolit K-F	31
2.5	Data-data respon sepektra inframerah untuk zeolit K-F	38
2.6	Parameter puncak khas kaolin	38
4.1	Parameter kaolin alam Blitar	60
4.2	Parameter pemurnian kaolin	65
4.3	Parameter sintesis zeolit K-F selama 24 jam	67
4.4	Parameter sintesis zeolit K-F selama 48 jam	69

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Judul Lampiran	Halaman
A	Skema Kerja	83
B	Perhitungan	88
C	Data Analisis XRD	90
D	Data Analisis FT-IR	105
E	Data Analisis SEM	113



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kaolin atau “*Kaolinite*” termasuk salah satu jenis mineral *clay*. Nama kaolin berasal dari bahasa Cina “Kau-Ling” yaitu nama suatu daerah di Cina yang banyak mengandung mineral tersebut. Kaolin merupakan bahan tambang yang melimpah di alam dan mempunyai rumus senyawa $[Al_2Si_2O_5(OH)_4]$ (Bakri, 2008). Di Indonesia, kaolin banyak ditemukan di daerah Jawa, Sumatra, Kalimantan, Sulawesi dan Pulau Bangka. Berdasarkan Pusat Data dan Informasi Energi dan Sumber Daya Alam (KESDM), cadangan kaolin di Indonesia pada tahun 2010 mencapai 1.036.857.260 ton. Di daerah Jawa, kaolin dapat ditemukan di daerah Blitar. Blitar merupakan kabupaten yang dekat dengan gunung berapi Kelud dan pantai selatan. Daerah yang terkenal dengan melimpahnya kaolin terletak disekitar Wonotirto, Bakung dan Kademangan. Menurut data BKBM di daerah Blitar terdapat cadangan sebanyak 1.495.000 m³.

Kaolin di alam ditemukan dalam bentuk kaolinit murni maupun mineral kaolin lain seperti haloisit, nakrit, maupun dikrit (Murray, 2000). Kaolin juga mempunyai sifat inert yang menunjukkan strukturnya sangat stabil sehingga cukup sulit untuk dimodifikasi. Hasil analisis kandungan mineral kaolin menunjukkan bahwa kaolin memiliki komponen utama silika (SiO_2) 48.03%, alumina (Al_2O_3) 35.50%, dan oksida-oksida logam dalam jumlah kecil yang menyebabkan kaolin memiliki warna yang agak cerah diantaranya putih, putih abu-abu, kuning, jingga, atau kemerah-merahan (Mignoni, dkk., 2008). Untuk mendapatkan kaolin murni yang berupa kaolinit, kaolin alam harus dicuci terlebih dahulu agar terpisah dari pengotor dan oksida-oksida besinya (Umah, 2010). Kaolinit yang mempunyai rumus

struktur $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ merupakan unsur utama penyusun kaolin dalam pembentukan zeolit.

Nama zeolit diambil dari bahasa Yunani dari kata “*zein*” artinya mendidih dan “*lithos*” artinya batuan, yang berarti batuan yang mendidih (Weitkamp dan Puppe, 2010). Zeolit merupakan kelompok mineral yang dihasilkan dari proses hidrotermal pada batuan beku basa (Breck, 1974 dan Saputra, 2006). Komposisi kimianya tergantung pada kondisi hidrotermal lingkungan lokal seperti suhu, tekanan uap setempat, dan komposisi air tanah.

Zeolit dapat ditemukan dalam bentuk zeolit alam maupun zeolit sintesis. Pada umumnya zeolit alam masih mengandung beberapa struktur dan mengandung pengotor. Pembentukan zeolit alam ini tergantung pada komposisi dari batuan induk, temperatur, tekanan, tekanan parsial dari air, pH, dan aktifitas dari ion-ion tertentu (Breck, 1987). Pada zeolit alam, terdapat molekul air dalam pori dan oksida logam pada permukaan seperti Al_2O_3 , Si_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O_3 , K_2O yang dapat menutupi pori atau situs aktif dari zeolit sehingga dapat menurunkan kapasitas adsorpsi maupun sifat katalis dari zeolit tersebut. Oleh karena itu, zeolit alam perlu diperlakukan aktifasi terlebih dahulu sebelum digunakan (Lefond, 1983).

Zeolit mempunyai sifat yang unik sehingga dapat digunakan antara lain untuk dehidrasi, adsorpsi, katalisator, penukar ion. Zeolit dapat berfungsi sebagai penukar ion karena zeolit mempunyai ion yang terdapat di dalam inti kristalin yang dapat diganti dengan kation lain dari larutan. Zeolit sebagai katalisator yang baik karena mempunyai pori-pori yang besar dengan permukaan yang luas dan juga memiliki sisi aktif. Sedangkan, zeolit dapat digunakan sebagai adsorben karena kristal zeolit jika dipanaskan pada suhu sekitar 300-400 °C, air di dalam zeolit akan keluar sehingga zeolit dapat berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan (Rohatin, 2011). Kemampuan zeolit sebagai katalis, penyerap dan penukar ion sangat bergantung pada kandungan Si dan Al.

Rasio Si/Al pada suatu material akan mempengaruhi sifat zeolit (Lestari, 2010).

Struktur kerangka zeolit memiliki bentuk umum tetrahedral $(\text{SiO}_4)_4^-$ dan $(\text{AlO}_4)_5^-$ yang saling berhubungan dengan atom oksigen (Bekkum, dkk., 1991). Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Hay, 1966). Unsur Al yang memberikan muatan negatif pada kerangka zeolit, dan muatannya selalu dinetralkan dengan kation (Na^+ dan K^+) atau alkali tanah (Ca^{2+} dan Ba^{2+}) sebagai penyeimbang kerangka zeolit (Breck, 1974; Bekkum, dkk., 1991).

Zeolit pertama kali disintesis pada tahun 60-an dengan metode hidrotermal, dibawah suhu dan tekanan tinggi menggunakan material yang berbeda, seperti aluminosilikat gel, kaolin atau metakaolin selama berhari-hari (Belver dan Vincent, 2006; Barrer, dkk., 1961). Menurut Lidyawati (2012) beberapa hal yang harus diperhatikan dalam proses sintesis zeolit, yaitu komposisi dan jenis reaktan, kondisi campuran, suhu dan lamanya waktu kristalisasi, pH pada gel, kehadiran kation organik maupun anorganik, dan wadah reaksi yang digunakan. Sintesis zeolit dilakukan menggunakan bahan baku kaolin sebagai sumber Si dan Al. Kaolin yang terdapat di alam mempunyai beberapa pengotor dan molekul air. Proses kalsinasi kaolin menjadi metakaolin dilakukan pada suhu 600-850 °C. Kalsinasi pada suhu 750 °C dimaksudkan untuk proses dehidroksilasi yaitu untuk menghilangkan pengotor dan air yang terdapat di dalam rongga kaolin dan proses kalsinasi yang kedua dilakukan pada suhu 850 °C bertujuan untuk membuka pori (Vasely, dkk., 2012).

Zeolit K-F atau dikenal dengan zeolit N mempunyai rumus molekul $\text{K}_{12}\text{Al}_{10}\text{Si}_{10}\text{O}_{40}\text{C}_{12}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Christensen dan Fjellvag, 1997). Aplikasi Zeolit K-F antara lain digunakan sebagai pertukaran ion, khususnya untuk pertukaran ion amonium dalam larutan air, untuk pengolahan tanah berpasir,

anti jamur serta bahan modifikasi pada pupuk N dan K pada tanaman (Mackinnon, dkk., 2003; Thornton, dkk., 2007; Zwingmann, dkk., 2009; Zwingmann, dkk., 2011). Zeolit K-F berhasil disintesis pada suhu rendah ≤ 100 °C berbahan kaolinit dan motmorilonit sebagai material awal (Mackinnon, dkk., 2010). Sintesis zeolit K-F dilakukan dalam reaktor tertutup yang diaduk secara terus-menerus pada suhu 60-100 °C dengan penambahan kalium, dan KX, dimana X adalah F, Cl, Br, I, NO₃ dan NO₂ atau K₂X, dimana X adalah CO₃ waktu reaksi antar 0,5-60 jam. Sintesis zeolit K-F bergantung pada jenis kaolin yang digunakan, suhu dan waktu hidrotermal, penambahan KCl dan pH lebih besar dari 13 (Mackinnon, dkk., 2012).

1.2 Perumusan Masalah

Permasalahan yang timbul dalam penelitian ini adalah apakah kaolin Blitar setelah dimurnikan secara langsung dapat digunakan sebagai sumber Si dan Al pada sintesis zeolit K-F dan bagaimana pengaruh penambahan KCl dengan variasi konsentrasi 0; 1,7; 2,5 dan 3,4 M terhadap pembentukan zeolit K-F secara hidrotermal pada 150 °C selama 24 dan 48 jam.

1.3 Batasan Penelitian

Batasan dalam penelitian ini yaitu;

1. Kaolin alam yang digunakan berasal dari salah satu kecamatan Kademangan, Bakung atau Wonotirto, kabupaten Blitar, Jawa Timur, Indonesia, yang didasarkan pada hasil analisis dengan difraksi sinar-X.
2. Sintesis zeolit K-F menggunakan kaolin Blitar, KOH dan penambahan KCl dengan variasi konsentrasi 0; 1,7; 2,5 dan 3,4 M.
3. Waktu kritisasi dalam sintesis zeolit K-F secara langsung dari kaolin tanpa kalsinasi yaitu selama 24 dan 48 jam.

4. Zeolit K-F disintesis dengan metode hidrotermal pada suhu 150 °C dalam reaktor yang tertutup.
5. Karakterisasi padatan hasil sintesis dilakukan dengan menggunakan XRD, FT-IR dan SEM.
6. Kaolin Jerman digunakan sebagai kaolin standar untuk membandingkan kaolin Blitar karena mempunyai kristalinitas kaolinit yang tinggi.

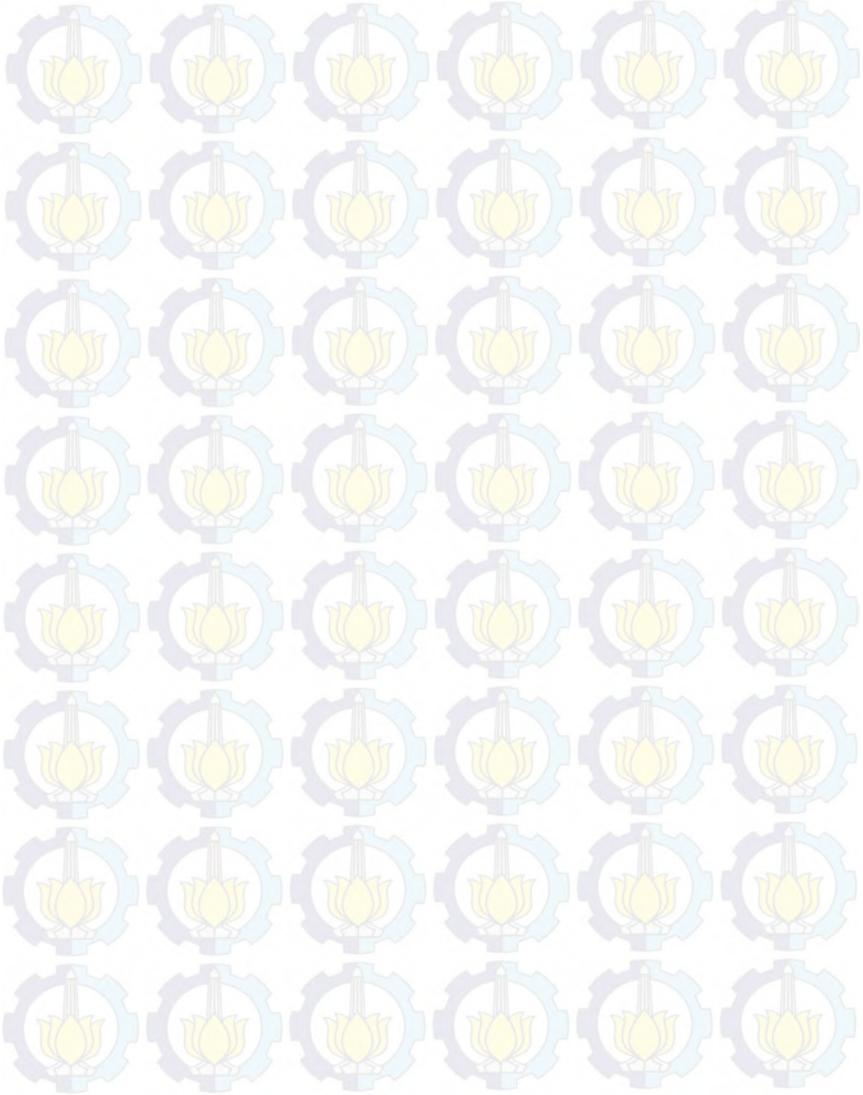
1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan zeolit K-F yang disintesis dari kaolin Blitar secara langsung menggunakan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 24 dan 48 jam dengan penambahan KCl pada variasi konsentrasi 1,7; 2,5; 3,4 M sehingga diketahui pengaruh penambahan KCl terhadap pembentukan zeolit K-F.

1.5 Manfaat Penelitian

Sintesis zeolit K-F diharapkan dapat memberikan manfaat dalam pembuatan katalis yang murah dan efisien. Penambahan KCl diharapkan dapat meningkatkan kelarutan silika sehingga didapatkan zeolit K-F yang lebih murni dari penelitian-penelitian yang ada sebelumnya. Manfaat lain dari penelitian ini adalah untuk mengembangkan ilmu pengetahuan dan teknologi khususnya dibidang kimia katalis. Selain itu juga untuk memberikan manfaat kepada warga sekitar Blitar sehingga dengan modifikasi kaolin ini akan meningkatkan nilai ekonomi warga Blitar.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin

Kaolin atau “*Kaolinite*” termasuk salah satu jenis mineral *clay*. Nama kaolin berasal dari bahasa Cina “Kau-Ling” yaitu suatu daerah di Cina yang banyak mengandung mineral kaolin (Scoot, dkk., 1993). Sebagai negara kepulauan, Indonesia memiliki sumber daya mineral yang tersebar di seluruh kepulauan yang jumlahnya sangat besar. Indonesia memiliki potensi sumber daya alam kaolin yang melimpah diantaranya banyak ditemukan di daerah Jawa, Sumatra, Kalimantan, Sulawesi dan Pulau Bangka. Berdasarkan Pusat Data dan Informasi Energi dan Sumber Daya Alam (KESDM) cadangan kaolin di Indonesia pada tahun 2010 mencapai 1.036.857.260 ton. Di daerah Jawa salah satunya bisa kita temukan di daerah Blitar, yang merupakan kabupaten yang dekat dengan gunung berapi kelud dan pantai selatan. Daerah yang terkenal dengan melimpahnya kaolin meliputi daerah sekitar Wonotirto, Bakung dan Kademangan. Menurut data BKBM di daerah Blitar terdapat cadangan sebanyak 1.495.000 m³.

Menurut Saryono (2006) kaolin merupakan salah satu jenis mineral tambang golongan C yang melimpah di alam terbentuk dari hasil pelapukan dan komposisi batuan feldspatik, dimana mineral-mineral kalium alumino silikat dan feldspar dirubah menjadi kaolin seperti pada Gambar 2.1. Reaksi terjadi dalam kurun waktu yang sangat lama dan pada akhirnya terbentuk kaolinit (Lidyawati, 2012).

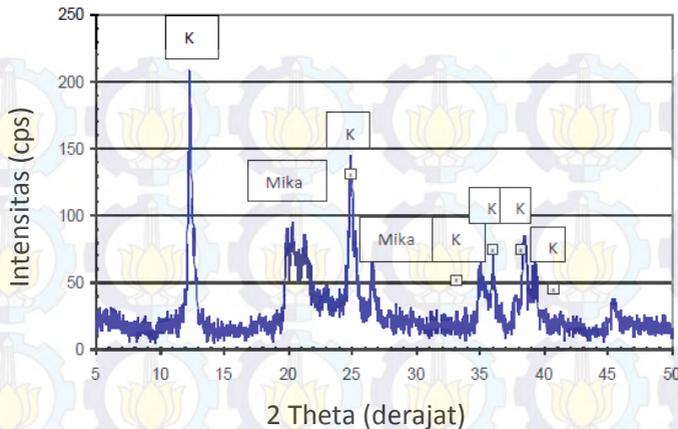
Kaolin merupakan salah satu jenis *clay* yang mempunyai formula $[Al_2Si_2O_5(OH)_4]$ (Bakri, dkk., 2008). Kaolin di alam ditemukan dalam bentuk kaolinit murni maupun mineral kaolin lain seperti haloisit, nakrit, maupun dikrit (Murray, 2000), serta mineral lempung lain, seperti smektit, ilit, dan mika serta *feldspar* dan kuarsa sebagai pengotor. Data XRD

dari kaolin ditunjukkan pada Gambar 2.2 (Rianto, 2007; Ekosse, 2005).



Gambar 2.1 Gunung kaolin Kademangan

Hasil analisis kandungan mineral, kaolin terdiri atas komponen utama silika (SiO_2) 48.03%, alumina (Al_2O_3) 35.50%, dan oksida-oksida logam dalam jumlah kecil (Tabel 2.1) yang menyebabkan kaolin memiliki warna agak cerah diantaranya putih, putih abu-abu, kuning, jingga, atau kemerah-merahan. Kaolin yang didapat secara langsung dari alam harus dicuci terlebih dahulu agar terpisah dari oksida logamnya sehingga didapatkan kaolin murni yang berupa kaolinit (Umah, 2010). Kaolinit merupakan unsur utama penyusun kaolin dalam pembentukan zeolit dengan rumus senyawa $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Kandungan silika dan alumina yang tinggi pada kaolin memungkinkan dapat dimanfaatkan sebagai material awal dalam pembentukan zeolit. Kaolin juga mempunyai sifat inert yang menunjukkan strukturnya sangat stabil sehingga cukup sulit untuk dimodifikasi.



Gambar 2.2 Analisis difraktogram sampel kaolin (Sumber: Rianto, 2007)

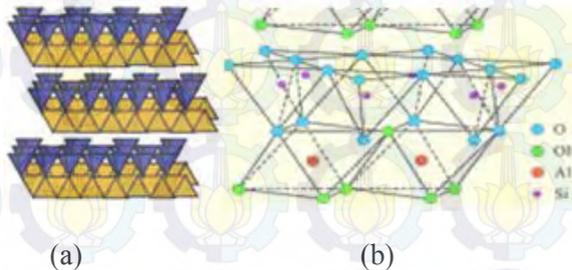
Tabel 2.1 Kandungan kaolin alam

Komponen	Kandungan (%)
SiO ₂	48,03
TiO ₂	0,78
Al ₂ O ₃	35,50
Fe ₂ O ₃	0,78
CaO	0,41
MgO	0,15
Na ₂ O	0,67
K ₂ O	0,43

(Sumber: Umah, 2010)

Struktur kaolinit terdiri dari beberapa lempengan dimana setiap lempengan terdiri dari dua lapisan. Kristal kaolin secara struktur tergolong pada tipe 1:1 yang mempunyai bentuk dua lapisan yaitu lembaran-lembaran oktahedral dengan alumina. Al³⁺ sebagai kation terkoordinasi

pada anion OH^- membentuk senyawa $\text{Al}(\text{OH})_6^{3-}$ dan lembaran-lembaran tetrahedral silika, Si^{4+} terkoordinasi pada anion O^{2-} membentuk senyawa SiO_2 . Struktur tiga dimensinya ditunjukkan pada Gambar 2.3(a) (Murray, 2000), sedangkan struktur dua dimensinya dapat dilihat pada Gambar 2.3(b).



Gambar 2.3 Struktur 3D kaolinit (biru) tetrahedral, (kuning) oktahedral (a), srktuktur 2D Oktahedal (b) (Sumber: Belver dan Vincent, 2006)

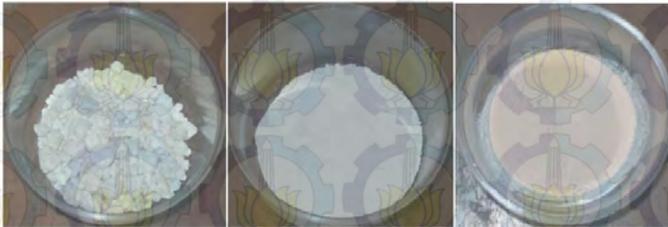
Satuan-satuan unsur berikatan kuat dengan sesamanya dengan ikatan hidrogen dan Van der Waals. Akibatnya kation atau anion dan molekul air tidak dapat masuk ke ruang antar misel sehingga efektifitasnya terbatas hanya di permukaan saja. Sifat penukar kation atau anion hanya berasal dari valensi tak penuh di bagian ujung partikel. Oleh karena itu mineral ini relatif jarang dipakai sebagai adsorben atau katalis, kecuali sebagai bahan dasar keramik. Kaolin banyak dimanfaatkan sebagai komponen utama dalam membuat campuran porselin, industri gerabah, keramik karena kandungan silikanya (Bakri, dkk., 2008).

2.2 Metakaolin

Metakaolin mempunyai rumus struktur $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Proses transformasi kaolin menjadi metakaolin perlu dilakukan sebelum reaksi hidrotermal (Chandrasekhar, 1998).

Pada proses menjadi metakaolin, antara AlO_3 dan SiO_2 putus menghasilkan senyawa amorphous (Belver, dkk., 2002).

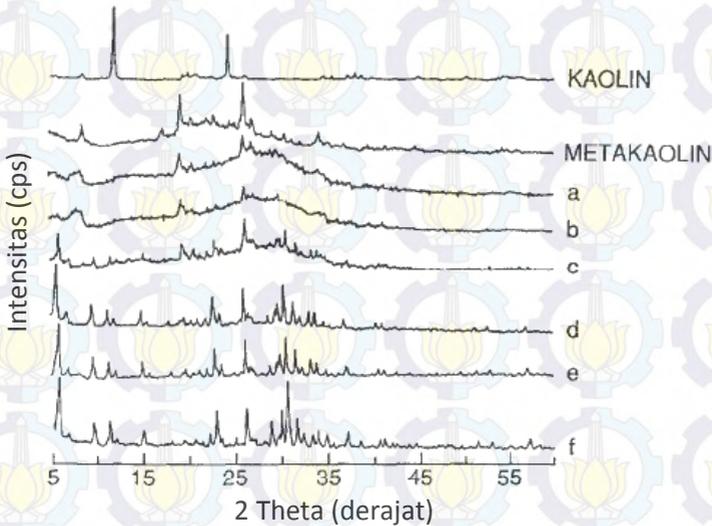
Proses transformasi dimulai dengan melakukan kalsinasi dalam dua tahap yaitu kalsinasi pada suhu $750\text{ }^\circ\text{C}$ selama 6 jam dan disertai dengan penambahan NaOH sebesar 50% dari berat kaolin. Kalsinasi pada suhu $750\text{ }^\circ\text{C}$ dimaksudkan untuk proses dehidroksilasi yaitu untuk menghilangkan pengotor dan air yang terdapat didalam rongga kaolin seperti pada Gambar 2.4. Proses dehidroksilasi terjadi pada suhu $600\text{--}750\text{ }^\circ\text{C}$. Proses kalsinasi yang kedua dilakukan pada suhu $850\text{ }^\circ\text{C}$ bertujuan untuk membuka pori. Kalsinasi pada suhu yang tinggi akan membentuk struktur mullit dan kristobalit (Akolekar, dkk., 1997; Belver, dkk 2002). Penambahan NaOH dimaksudkan untuk pengisian kationik yang akan mempengaruhi distribusi muatan di dalam rongga yang kemudian mempengaruhi sifat adsorptif dan aktivitas katalik zeolit.



Gambar 2.4 Perbedaan fisik: kaolin alam (a), kaolin hasil pemurnian (b), dan metakaolin (c) (Sumber: Lidyawati, 2012)

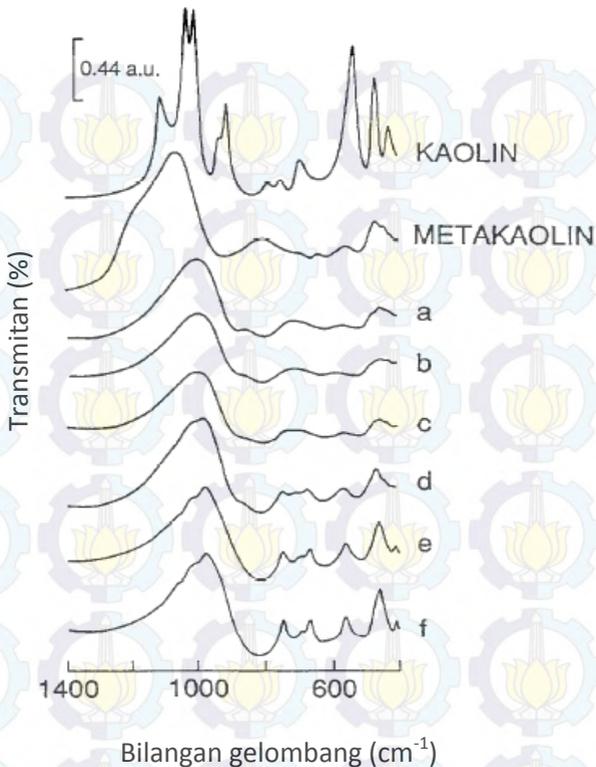
Menurut Akolekar (1997) pada dasarnya kaolin dan metakaolin mempunyai komposisi yang sama. Pada proses kalsinasi gugus hidroksil pada kaolin akan dihilangkan, kemudian strukturnya akan terdistorsi sehingga akan didapatkan sifat fisik warna kaolin yang berbeda akibat

kehilangannya molekul air. Data XRD pada Gambar 2.5 menunjukkan bahwa kaolin mempunyai komponen yang hampir sama dengan metakaolin akan tetapi pada kaolin masih terdapat beberapa puncak yang diindikasikan merupakan molekul air.



Gambar 2.5 Pola difraktogram kaolin dan metakaolin pada pemanasan 973 °K selama (a) 6 jam, (b) 24 jam, (c) 42 jam, (d) 72 jam, (e) 96 dan (f) 240 jam (Sumber: Akolekar, dkk., 1997)

Begitu juga dengan yang ditunjukkan pada Gambar 2.6, hasil analisis menggunakan FTIR menunjukkan bahwa setelah kaolin mengalami proses kalsinasi dengan variasi waktu, hilangnya puncak difraktogram pada molekul air dan komponen penyusun yang lain tidak menunjukkan perubahan yang signifikan terhadap puncak-puncak kaolin.



Gambar 2.6 Pola FTIR kaolin dan metakaolin pada pemanasan 973 °K selama (a) 6 jam, (b) 24 jam, (c) 42 jam, (d) 72 jam, (e) 96 dan (f) 240 jam (Sumber: Akolekar, dkk., 1997)

2.3. Zeolit

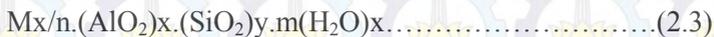
2.3.1 Zeolit Secara Umum

Nama zeolit diambil dari bahasa Yunani dari kata “*zein*” artinya mendidih dan “*lithos*” artinya batuan, yang berarti batuan yang mendidih (Breck, 1974; Lefond, 1983; Weitkamp, 2010). Oleh karena itu zeolit didefinisikan sebagai batuan yang mendidih karena dehidrasi molekul air yang

terkandung di dalamnya apabila zeolit dipanaskan (Murat, dkk., 2006). Oleh para ilmuwan, zeolit dikenal sebagai mineral serba guna yang banyak dimanfaatkan dalam bidang industri (Saputra, 2006). Zeolit umumnya didefinisikan sebagai kristal alumino silikat yang mempunyai pori-pori serta berongga berskala (3-12 Å atau 0,3-1.2 nm) (Niwa, 2010).

Komposisi kimia zeolit tergantung pada kondisi hidrotermal lingkungan lokal seperti suhu, tekanan uap setempat, dan komposisi air tanah. Hal tersebut menjadikan, zeolit dengan warna dan tekstur yang sama mempunyai komposisi yang berbeda (Febri, dkk., 2013). Selain itu, zeolit merupakan endapan dari aktivitas vulkanik yang banyak mengandung unsur silika (Saputra, 2006).

Mineral zeolit bukan merupakan kelompok mineral tunggal, melainkan sekelompok mineral yang terdiri dari beberapa jenis. Namun kebanyakan mineral zeolit yang terdapat dalam batuan sedimen terdiri dari satu jenis mineral. Secara empiris, rumus molekul zeolit adalah, sebagai berikut;



dimana:

n, x, y dan m merupakan bilangan bulat yang sangat bervariasi untuk setiap jenis zeolit, dan M adalah kation yang dapat digantikan oleh kation serupa (Duta, 2000; Mumpton, 1997).

$(AlO_2)_x(SiO_2)_y$ adalah kerangka zeolit yang bermuatan negatif dan H_2O adalah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolit (Parikesit dan Setiawan, 2004)

2.3.2 Sifat-sifat Zeolit

Menurut Rohatin (2011) sifat zeolit yang terpenting diantaranya adalah selektif, penukar ion, mempunyai sifat katalis yang tinggi. Perubahan sifat zeolit tergantung pada sifat-sifat dan ukuran kation, suhu, tekanan, konsentrasi larutan dan struktur zeolit. Karena sifat zeolit yang unik

tersebut maka zeolit dapat digunakan dalam berbagai aplikasi diantaranya, sebagai:

a). Katalisator

Zeolit merupakan katalisator yang baik karena mempunyai pori-pori yang besar dengan permukaan yang luas dan juga memiliki sisi aktif. Zeolit memiliki ciri yang khusus yaitu adanya rongga kosong yang akan membentuk saluran di dalam strukturnya. Sistem saluran ada tiga macam, yaitu: satu, dua dan tiga dimensi. Pada saluran satu dimensi hanya dapat bergerak ke satu arah, saluran dua dimensi berdifusi ke dua arah atau dalam satu bidang datar, sedangkan pada saluran tiga dimensi molekul yang berdifusi bisa bergerak kesemua arah atau sisi kristal (Murat, dkk., 2006).

Zeolit mempunyai 3 tipe katalis selektif, yaitu:

1). Katalis selektif reaktan

Katalis dimana hanya molekul (reaktan) dengan ukuran tertentu yang dapat masuk ke dalam pori dan akan beraksi didalam pori.

2). Katalis selektif produk

Katalis dimana hanya produk yang berukuran tertentu yang dapat meninggalkan situs aktif dan berdifusi melewati saluran (*channel*) dan keluar sebagai produk.

3). Katalis selektif keadaan transisi

Katalis dimana reaksi yang terjadi menimbulkan keadaan transisi dengan dimensi yang terbatas oleh ukuran pori.

Zeolit mempunyai peran sebagai katalis berdasarkan pada tiga sifatnya, yaitu;

1). Penyaring molekul.

Sifat sebagai penyaring molekul yang dimiliki oleh zeolit dapat dimanfaatkan untuk menyeleksi reaktan,

hasil antara dan produk akhir yang terlibat dalam proses katalitik oleh katalis zeolit.

2). Pusat asam

Adanya pusat asam pada zeolit dapat memberikan medium yang kondusif (lebih reaktif) untuk proses katalitik.

3). Rasio Si/Al

Semakin tinggi rasio Si/Al yang tinggi akan menyebabkan keasaman tinggi. Setiap jenis zeolit mempunyai batas rasio Si/Al yang berbeda-beda. (Chal, dkk., 2011)

b). Penyaring molekul

Zeolit mampu memisahkan berdasarkan perbedaan ukuran, bentuk dan polaritas dari molekul yang disaring. Zeolit dapat memisahkan molekul gas atau zat dari suatu campuran tertentu kerana mempunyai rongga yang cukup besar dengan garis tengah yang bermacam-macam (antara 2-3 Å). Volume dan ukuran garis tengah ruang kosong dalam kristal-kristal ini menjadi dasar kemampuan zeolit untuk bertindak sebagai penyaring molekul. Molekul yang berukuran lebih kecil dapat masuk ke dalam pori, sedangkan molekul yang berukuran lebih besar dari pori akan tertahan karenanya zeolit dapat digunakan sebagai penyaring molekul yang selektif (Rohatin, 2011).

c). Penukar Ion

Sifat penukar ion di dalam zeolit adalah proses dimana ion asli yang terdapat di dalam inti kristalin diganti dengan kation lain dari larutan. Sifat penukar ion pada zeolit berhubungan dengan ion-ion yang berada pada rongga. Ion-ion rongga atau kerangka elektrolit berguna untuk menjaga kenetralan zeolit. Ion-ion ini dapat bergerak bebas sehingga pertukaran ion yang terjadi tergantung dari ukuran, muatan dan jenis zeolitnya. Sifat penukar ion dari zeolit bergantung dari sifat kation, suhu, dan jenis anion. Penukaran kation dapat

menyebabkan perubahan beberapa sifat zeolit seperti stabilitas terhadap panas, sifat adsorpsi dan aktifitas katalis (Kuronen, dkk., 2006)

d). Dehidrasi

Dehidrasi adalah proses yang bertujuan untuk melepaskan molekul-molekul air dari kristal sehingga terbentuk suatu rongga dengan permukaan yang lebih besar dan tidak lagi terlindungi oleh suatu yang berpengaruh pada proses, proses dehidrasi mempunyai fungsi utama melepas molekul air dari kerangka zeolit sehingga mempertinggi keaktifan zeolit. Jumlah molekul air sesuai dengan jumlah pori-pori atau volume yang hampa yang akan terbentuk apabila unit sel Kristal zeolit tersebut dipanaskan. Dehidrasi molekul air dapat terjadi karena proses pemanasan zeolit sampai 350 °C sehingga memungkinkan adsorpsi *reversibel* molekul-molekul yang lebih kecil dari garis tegak saluran itu. Dehidrasi menyebabkan zeolit mempunyai struktur pori yang sangat terbuka, dan mempunyai luas permukaan internal yang luas sehingga mampu mengadsorpsi sejumlah besar substansi selain air dan mampu memisahkan molekul zat berdasarkan ukuran molekul dan kepolarannya (Salla, dkk., 2007).

e). Adsorpsi

Pada keadaan normal, ruang hampa dalam kristal zeolit terisi oleh molekul air bebas yang berada disekitar kation. Kristal zeolit mempunyai rongga yang terisi molekul air bebas yang berada disekitar kation. Bila Kristal zeolit dipanaskan pada suhu tinggi sekitar 300-400 °C, molekul air tersebut akan keluar, menyebabkan zeolit mempunyai kemampuan untuk penyerap gas atau cairan. Kapasitas adsorpsi zeolit dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu: suhu, lama adsorpsi dan ukuran partikel adsorben. Proses adsorpsi zeolit merupakan proses fisika yang disebabkan oleh gaya

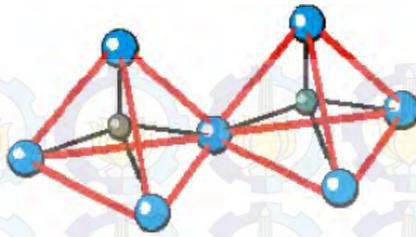
interaksi molekuler yang besarnya sama dengan gaya van der Waals (Sunartingtyas, 2008).

2.3.3 Struktur Kerangka Zeolit

Struktur zeolit dapat dibedakan dalam tiga komponen yaitu rangka aluminosilikat, ruang kosong saling berhubungan yang berisi kation logam, dan molekul air dalam fase *occluded* (Flanigen, 1981; Harben dan Kuzvart, 1996). Zeolit berbentuk kristal aluminosilikat terhidrasi yang mengandung muatan positif dari ion-ion logam alkali dan alkali tanah dalam kerangka tiga dimensi (Hay, 1966). Unsur Al yang memberikan muatan negatif pada kerangka zeolit, dan muatannya selalu dinetralkan dengan kation (Na^+ dan K^+) atau alkali tanah (Ca^{2+} dan Ba^{2+}) sebagai penyeimbang kerangka zeolit (Breck, 1974; Bekkum, dkk., 1991). Struktur kerangka zeolit memiliki bentuk umum tetrahedral $(\text{SiO}_4)_4^-$ dan $(\text{AlO}_4)_5^-$ yang saling berhubungan oleh atom oksigen (Bekkum, dkk., 1991) dimana ion-ion logam tersebut dapat digantikan oleh kation lain tanpa merusak struktur zeolit dan dapat menyerap air secara reversibel. Rongga zeolit bergabung membentuk saluran yang dapat diisi oleh molekul air dan kation yang dapat dipertukarkan (Xu, dkk., 2007). Zeolit mempunyai banyak variasi struktur di dunia ini. Komposisi dan strukturnya sangat bervariasi dipengaruhi oleh daerah asal zeolit tersebut (Parikesit dan Setiawan, 2004). Zeolit berdasarkan analisis struktur dibagi menjadi tiga macam, yaitu:

a. Unit pembangunan primer

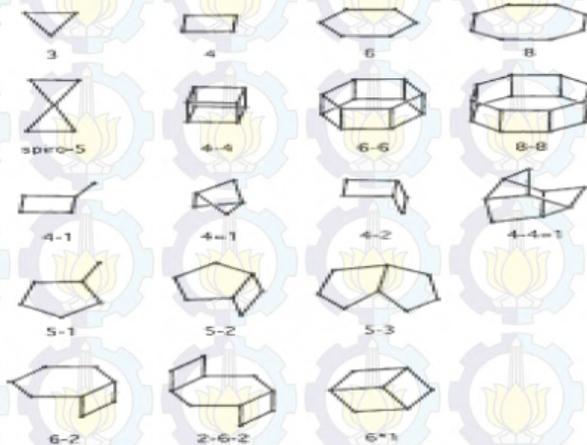
Unit pembangunan primer merupakan unit dasar dan terkecil penyusun zeolit yang terdiri dari SiO_4 dan AlO_4 , setiap atom Si dan Al dikoordinasikan dengan 4 atom oksigen seperti terlihat pada Gambar 2.7. Struktur zeolit dapat digambarkan sebagai koneksi 4:2 (Ghost, dkk 2002).



Gambar 2.7 Struktur zeolit tetrahedra alumina dan silika (Sumber: Arifin dan Harsodo, 1990; Rahmatullah, dkk., 2007).

b. Unit pembangun sekunder

Konsep unit pembangun sekunder diperkenalkan oleh Meier dan Smith. Unit primer saling berhubung membentuk unit pembangun sekunder, terdapat 18 macam unit pembangun sekunder penyusun kerangka zeolit seperti pada Gambar 2.8.

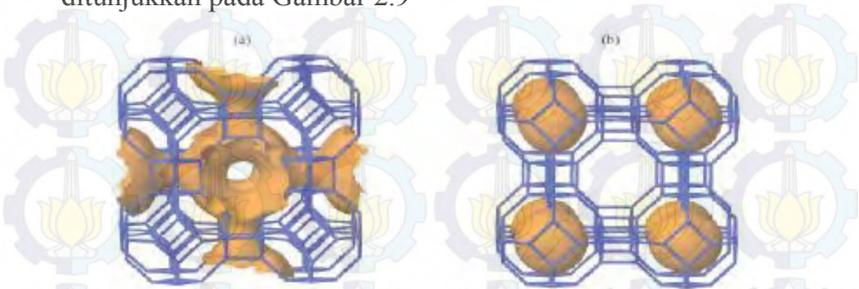


Gambar 2.8 Pembangun unit skunder (Sumber: <http://wikis.lib.ncsu.edu/index.php/Zeolit>)

c. Unit-unit tersier

Unit pembangun tersier merupakan gabungan dari beberapa unit sekunder yang saling berikatan membentuk

polihedral yang merupakan struktur kristal zeolit seperti ditunjukkan pada Gambar 2.9



Gambar 2.9 unit pembangun tersier (Sumber: Rakozy, 2004)

2.3.4 Asal Zeolit

Zeolit dapat ditemukan dalam bentuk zeolit alam maupun zeolit sintesis. Berdasarkan asalnya, zeolit dibagi menjadi 2 kelompok, yaitu;

a. Zeolit alam

Zeolit alam sering ditemukan dalam sedimen batu vulkanik (Mumpton, 1991). Menurut Erdem (2004) zeolit alam biasanya terbentuk dari perubahan batuan yang kaya akan gelas di danau atau air laut. Zeolit alam mempunyai perbandingan yang besar dari Mg^{2+} dan H^+ pada Na^+ , K^+ dan Ca^{2+} . Pembentukan zeolit alam ini tergantung pada komposisi dari batuan induk, temperatur, tekanan, tekanan parsial dari air, pH, dan aktifitas dari ion-ion tertentu (Breck, 1987).

Pada umumnya zeolit alam masih mengandung beberapa struktur dan mengandung *impurities*. Oleh sebab itu banyak peneliti yang melakukan sintesis zeolit untuk memiliki homogeneitas pori yang tinggi dan ukuran pori yang dapat dikendalikan sehingga zeolit alam perlu diaktivasi terlebih dahulu sebelum digunakan (Jana, dkk., 2004; Tuan, dkk., 1999; Flanigen, 2010).

Tabel 2.2 Komposisi zeolit alam

Komposisi	Berat (%)
SiO ₂	78,83
Al ₂ O ₃	12,50
Fe ₂ O ₃	1,50
K ₂ O ₃	2,27
Na ₂ O	1,07
MgO	1,95
CaO	2,14

(Sumber: Jana, dkk., 2004)

b. Zeolit sintetis

Mineral zeolit sintetis merupakan senyawa kimia yang mempunyai sifat fisik dan sifat kimia yang sama dengan zeolit alam, walaupun zeolit sintetis mempunyai sifat fisis yang jauh lebih baik. Beberapa ahli menamakan zeolit sintetis sama dengan nama mineral zeolit alam dengan menambahkan kata sintetis di belakangn, dalam dunia perdagangan muncul nama zeolit sintetis seperti zeolit A, zeolit K-C dll. Zeolit dibentuk dalam kondisi hidrothermal, bahan utama pembentuknya adalah aluminat silikat (gel) dan berbagai logam sebagai kation. Komposisi gel, sifat fisik dan kimia reaktan, serta jenis kation dan kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur yang diperoleh (Breck,1987).

Zeolit sintetis terbentuk ketika gel yang ada terkristalisasi pada temperatur kamar sampai dengan 200 °C pada tekanan *atmosferik* ataupun *autogenous*. Metode ini sangat baik diterapkan pada logam alkali untuk menyiapkan campuran gel yang reaktif dan homogen (Breck, 1974; Breck dan Flanigen, 1968; Lefond, 1983). Struktur gel terbentuk karena polimerisasi anion aluminat dan silikat. Komposisi dan struktur gel hidrat ini ditentukan oleh ukuran dan struktur dari jenis polimerisasi.

Kemampuan zeolit sebagai katalis, penyerap dan penukar ion sangat bergantung pada kandungan Si dan Al. Zeolit sintetis dibagi menjadi 4 jenis berdasarkan perbandingan kandungan Si/Al yaitu:

1. Zeolit kadar Si/Al rendah

Zeolit jenis ini mempunyai kandungan Al yang banyak, berpori, mempunyai nilai ekonomi tinggi karena efektif untuk pemisahan dengan kapasitas besar. Volume porinya dapat mencapai $0,5 \text{ cm}^3$ tiap cm^3 volume zeolit.

2. Zeolit kadar Si/Al sedang

Jenis zeolit ini mempunyai perbandingan Si/ Al 2 hingga 5. sekitar 2-5. Struktur zeolit dibentuk oleh 5 cincin zontoh: zeolit Y mordenit dengan pori besar, zeolit omega.

3. Zeolit kadar Si/Al tinggi

Zeolit jenis ini sangat higroskopis dan menyerap molekul non polar sehingga baik digunakan sebagai katalisator asam untuk hidrokarbon. Struktur zeolit sebgaiian besar membentuk cicin lima tetrahedral. Contoh ZSM-5, ZSM-11, ZSM-21, dan ZSM-24.

4. Zeolit Si (tanpa Al) Contoh: *silicalite*.

(Flanigen., 2010; Rini dan frendy, 2004)

Rasio Si/Al merupakan pembanding jumlah atom Si terhadap jumlah atom Al di dalam kerangka zeolit. Perubahan rasio Si/Al dari zeolit akan mengubah muatan zeolit sehingga pada akhirnya akan mengubah jumlah kation penyeimbang. Lebih sedikit atom Al artinya lebih sedikit muatan negatif pada zeolit sehingga lebih sedikit pula penyeimbang kation yang ada (Chal, dkk., 2011). Zeolit berkadar Si tinggi bersifat hidrofobik dan mempunyai afinitas terhadap hidrokarbon. Kerangka Si/Al-O pada zeolit bersifat rigid, akan tetapi kation bukan merupakan bagian dari kerangka ini. Kation yang ada di dalam rongga zeolit disebut *exchangeable cations* karena

bersifat mobil dan dapat digantikan oleh kation lainnya (Lestari, 2010).

Menurut Lefond (1983) karena sifat zeolit yang unik, dimana susunan atom maupun komposisinya dapat dimodifikasi maka banyak dilakukan pembuatan zeolit sintesis yang sesuai dengan kebutuhan. Zeolit sintesis memiliki sifat yang lebih baik dibanding dengan zeolit alam. Perbedaan terbesar antara zeolit sintesis dengan zeolit alam adalah:

- (1). Zeolit sintesis dibuat dari bahan kimia dan bahan-bahan alam yang kemudian diproses dari tubuh bijih alam.
- (2). Zeolit sintesis memiliki perbandingan silika dan alumina yaitu 1:1 dan sedangkan pada zeolit alam hingga 5:1.
- (3). Zeolit alam tidak terpisah dalam lingkungan asam seperti halnya zeolit sintesis.

2.3.5 Aktifasi Zeolit

Pada zeolit alam, terdapat molekul air dalam pori dan oksida bebas dalam permukaan seperti Al_2O_3 , Si_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O_3 , K_2O dapat menutupi pori atau situs aktif dari zeolit sehingga dapat menurunkan kapasitas adsorpsi maupun sifat katalis dari zeolit tersebut. Inilah alasan mengapa zeolit alam perlu dilakukan aktifasi terlebih dahulu sebelum digunakan (Febri dan Ardian, 2013). Cara umum yang digunakan dalam proses aktivasi zeolit yaitu:

a. Aktivasi secara kimia

Aktivasi zeolit secara kimia dilakukan dengan perendaman dan pengadukan zeolit dalam suatu larutan asam (H_2SO_4 atau HCl) ataupun dengan larutan basa (NaOH). Tujuannya adalah untuk menghilangkan pengotor yang terdapat didalam rongga zeolit. Pengotor yang bersifat asam akan larut dengan pencucian menggunakan larutan basa dan

pengotor yang bersifat basa akan larut dengan pencucian menggunakan larutan asam.

b. Aktivasi dengan pemanasan

Menurut Saputra (2006) aktivasi dengan pemanasan dilakukan untuk memperoleh zeolit dengan pori-pori yang terbuka karena pemanasan dapat menghilangkan air yang terikat secara fisika dan mengeluarkan senyawa-senyawa organik yang terdapat di dalam rongga atau pori-pori zeolit. Proses pemanasan ini dilakukan pada sekitar 100-400 °C selama 2-3 jam, tergantung besarnya kandungan pengotor yang ada serta stabilitas zeolit terhadap panas. Stabilitas ini dipengaruhi oleh jenis mineral zeolit yang terkandung, atau perbandingan Si dan Al.

2.3.6 Sintesis Zeolit

Tahap pertama dalam sintesis zeolit adalah reaksi bahan dasar seperti gel atau zat padat pada *amorf* hidroksida alkali dengan pH tinggi dan basa kuat dengan kondisi operasi pada suhu hidrotermal (Sutarti, 1994 dan Pasaribu 2011). Menurut Ruren Xu, dkk. (2007) Zeolit hidroksisodalit (HS) dapat disintesis dengan metode hidrotermal menggunakan kaolin. Kaolin digunakan sebagai sumber silika dan alumina. Kaolin dikalsinasi pada suhu 700 °C selama 3 jam dan dilakukan proses hidrotermal dengan mereaksikan NaOH selama 24 jam pada suhu 100 °C. Beberapa hal yang harus diperhatikan dalam proses sintesis zeolit, yaitu komposisi dan jenis reaktan, kondisi campuran, suhu dan lamanya waktu kristalisasi, pH pada gel, kehadiran kation organik maupun anorganik, dan wadah reaksi yang digunakan.

Hasil proses aktivasi membuat reaktan lebih reaktif untuk merubah menjadi zeolit secara langsung (Kazemimoghadam dan Mohammad, 2011). Reaktan utama yang digunakan dalam sintesis zeolit adalah sumber silika dan sumber alumina. Sumber silika yang sering digunakan yaitu

natrium silikat, silika gel; Ludoks-AS-40: SiO_2 40% w, NH_4^+ ; Ludoks-HS-40: Na_2SiO_2 40% *metyl ortosilicate* (TMOS): $\text{Si}(\text{OCH}_3)_4$. Sumber alumina yang sering digunakan aluminium nitrat, aluminium isoproskida, gibbsit $\text{Al}(\text{OH})_3$, natrium aluminat NaAlO_2 . Beberapa tambahan seperti ion logam, basa, mineralisasi dan air, senyawa organik sebagai pencetak atau garam anorganik yang akan menghasilkan zeolit tertentu (Ruren Xu, dkk., 2007).

Zeolit sintesis mempunyai kemurnian yang lebih tinggi dibandingkan dengan zeolit alam dan mempunyai rasio Si/Al yang dapat disusun sesuai kebutuhan. Seperti ditunjukkan pada Tabel 2.3 Perubahan rasio Si/Al pada suatu material akan mempengaruhi sifat dari materi zeolit. (Lestari, 2010).

Tabel 2.3 Zeolit sintesis dan kegunaanya

Jenis zeolit	Kegunaan
Zeolit X	<i>Catalytic cracking (FCC)</i> dan <i>hidroccking</i> , mereduksi NO , NO_2 dan CO_2
Zeolit Y	Removal, pemisah fruktosa-glukosa, pemisah N_2 diudara, bahan pendingin kering
Zeolit US-Y	Memisahkan monosakarida
Zeolit A	Pengkonsentrasi alcohol, pengering olin, bahan gas alam padat, pembersih CO_2 dari udara
Zeolit ZSM	<i>Dewaxing</i> , produksi <i>synfuel</i> , mensintesis <i>ethylenbenzene</i>

(Sumber: Saputra, 2006)

2.3.7 Kadar Air Pada Zeolit

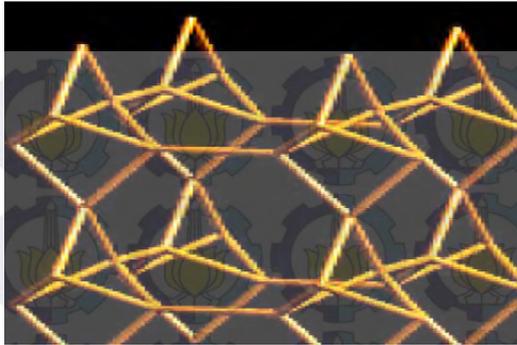
Kadar air zeolit umumnya cukup tinggi, berkisar antara 10-20 % berat. Air ini mengisi lubang kristal, ada yang terikat kuat dengan kerangka alumino silikat dan ada yang tidak. Air yang tidak terikat kuat dapat dibuang dengan mudah melalui pemanasan sampai 35 C membentuk rongga-rongga dalam zeolit yang memungkinkan terjadinya adsorpsi

reversibel. Affinitas layer ke kation *interlayer* zeolit sangat kuat, sehingga air tidak dapat masuk ke *interlayer*, menghidrasi kation *interlayer* dan mengikat bagian hidrofilik. Sifat kimia terpenting dari zeolit adalah kapasitas tukar kation yang tinggi, yaitu berkisar 100–300 meq/100 gram. Kapasitas tukar kation zeolit merupakan fungsi derajat substitusi Al dan Si dalam kerangka tetrahedral. Substitusi kation alkali dan alkali tanah menghasilkan muatan listrik yang netral (Hardjanto, 1987).

2.4 Zeolit K-F

Zeolit K-F atau yang dikenal dengan zeolit N mempunyai rumus molekul $K_{12}Al_{10}Si_{10}O_{40}C_{12} \cdot 5H_2O$ (Cristensen dan Fjellvag, 1997). Zeolit pertama kali disintesis tahun 60-an dengan metode hidrotermal, dibawah suhu dan tekanan tinggi menggunakan material yang berbeda, seperti aluminosilikat gel, kaolin atau metakaolin (Belver, dkk 1961). Menurut Howell (1961) zeolit K-F pertama kali disintesis menggunakan bahan baku zeolit 4A ditambahkan KCl menggunakan metode hidrotermal pada suhu 200-300 °C selama 7 hari. Sintesis menghasilkan zeolit K-F lebih dari 95% dalam waktu kurang dari 20 jam tergantung pada komposisi reaksi awal dan jenis mineral lempungnya. Zeolit K-F diproduksi menggunakan KOH dengan adanya KCl, NaCl, KCl+NaCl dan KCl+NaOH.

Struktur zeolit K-F dicirikan oleh dua jenis saluran, yang dibentuk oleh 4 atom T dan 8 atom T (T= Si, Al) lainnya seperti pada Gambar 2.10. Analisis menggunakan difraksi sinar-X menunjukkan zeolit N mempunyai struktur tetrahedral (Barrer, dkk., 1968; 1970; 1971). zeolit K-F menggunakan analisis sinar-X resolusi tinggi dan data difraksi neutron menunjukkan mempunyai bentuk autorombik (Cristensen dan Fjellvag, 1997; 1999).



Gambar 2.10 Struktur zeolit K-F (Sumber: Belver dan Vincent, 2006)

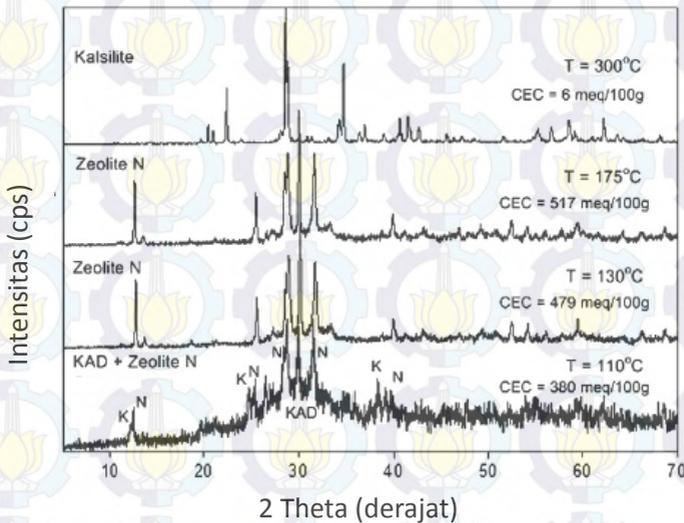
Aplikasi Zeolit K-F diantaranya digunakan sebagai pertukaran ion, khususnya untuk pertukaran ion ammonium dalam larutan air, untuk pengolahan tanah berpasir dan anti jamur dimodifikasi pada pupuk N dan K pada tanaman (Mackinnon, dkk., 2003; Thorton dkk., 2007, Zwingmann, dkk., 2009; 2011).

Menurut Mackinnon, dkk. (2010) zeolit K-F berhasil disintesis pada suhu rendah $t \leq 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ berbahan kaolinit dan motmorilit sebagai material awal Sintesis zeolit K-F dilakukan dalam reaktor tertutup yang diaduk secara terus-menerus pada suhu $60\text{-}100\text{ }^{\circ}\text{C}$ dengan penambahan kalium, dan KX, dimana X adalah F, Cl, Br, I, NO_3 dan NO_2 atau K_2X , dimana X adalah CO_3 waktu reaksi antar 0,5-60 jam. Zeolit K-F juga dibentuk dengan penambahan molaritas kalium tinggi tanpa adanya KCl. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



(Mackinoon, dkk., 2012)

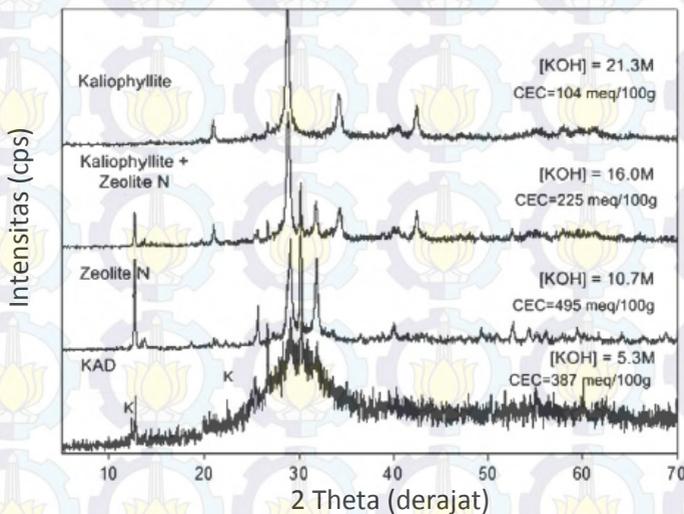
Sintesis zeolit K-F bergantung pada suhu yang digunakan. Pada suhu $t \geq 300$ °C tanpa penambahan KCl menunjukkan zeolit K-F tidak terbentuk tetapi menunjukkan terbentuknya kaliopilit seperti pada Gambar 2.11. Pada suhu $t \geq 100$ °C terbentuk fasa KAD dominan dan terbentuknya zeolit dengan kristal kecil. KAD kependekan dari *Amorf Kaloinite Derivatif* (Thomson, dkk., 1999). Sintesis zeolit K-F pada suhu $t \geq 200$ °C menunjukkan terbentuknya kalsilit. Sehingga suhu yang paling tepat untuk sintesis zeolit K-F adalah $100 \leq t \leq 300$ °C (Mackinon, dkk., 2010)



Gambar 2.11 Pola difraktogram zeolit K-F dengan variasi suhu (Sumber: Mackinon, dkk., 2012)

Gambar 2.12 menunjukkan difraktogram sintesis zeolit K-F dengan penambahan KOH pada variasi konsentrasi dimana $5,3 \leq p \leq 21$ M. Konsentrasi molaritas dinotasikan dengan lambang "p". Sintesis zeolit K-F dengan penambahan

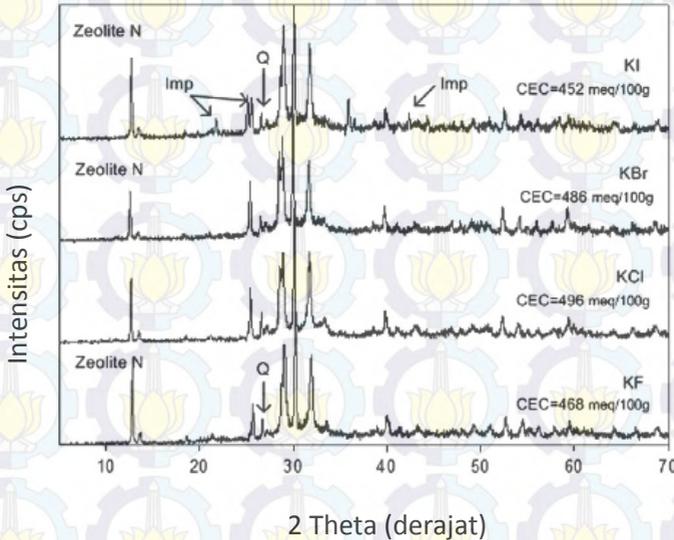
konsentrasi $p \leq 5,3$ M menunjukkan terbentuknya KAD dominan dan tidak terbentuk zeolit K-F. Sedangkan sintesis zeolit K-F dengan penambahan konsentrasi KOH dimana $p \geq 21$ M menunjukkan terbentuknya kalsilit dan tidak terbentuknya zeolit K-F yang diharapkan. Menurut Mackinnon, dkk. (2012) sintesis Zeolit K-F terjadi pada penambahan konsentrasi KOH, $5,3 \leq P \leq 18$ M seperti ditunjukkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.12 Pola difraktogram pembentukan zeolit K-F dengan penambahan KOH yang divariasi konsentrasinya (Sumber: Mackinnon, dkk., 2012)

Menurut Mackinnon, dkk, (2012) dengan penambahan variasi konsentrasi KX telah berhasil dilakukan seperti ditunjukkan pada Gambar 2.13. Dimana X merupakan golongan halogen. Gambar 2.13 menunjukkan Sintesis zeolit K-F dengan penambahan KCl telah berhasil dilakukan dan

memberikan nilai CEC yang paling besar dibandingkan dengan penambahan KX lainnya. Sintesis zeolit K-F dengan penambahan KX menunjukkan telah berhasil dilakukan.



Gambar 2.13 Pola difraktogram zeolit K-F dengan variasi konsentrasi KX (Sumber: Mackinnon, dkk., 2012)

Table 2.4 Parameter penambahan variasi konsentrasi KCl menunjukkan telah berhasil dilakukan sintesis zeolit K-F, sedangkan ketika tidak ditambahkan KCl pada sintesis zeolit K-F menunjukkan reaksi tidak berhasil dan cenderung terbentuk senyawa lain yaitu KAD dan kaliopilit. Sintesis zeolit K-F menunjukkan telah berhasil dilakukan dengan waktu kristalisasi selama $t \geq 2$ jam pada suhu $T \geq 130$ °C. ketika sintesis zeolit K-F dilakukan pada suhu $T \leq 130$ menunjukkan terbentuk senyawa lain yang dapat mengganggu yaitu KAD. Waktu dinotasikan sebagai “t” dan suhu “T”.

Tabel 2.4 Parameter sintesis zeolit K-F dengan penambahan KCl yang divariasi konsentrasinya

K_2O/Al_2O_3	KCl/Al_2O_3	H_2O/Al_2O_3	T (°C)	t (jam)	CEC (meq/100g)	Produk utama
2,3	3,5	48,5	175	2	517	Zeolit N
1,2	3,5	48,5	175	2	482	Zeolit N
2,3	1,7	48,5	130	2	462	Zeolit N
4,6	1,7	49,0	130	2	504	Zeolit N
6,9	1,7	49,5	130	2	410	Zeolit N
9,2	1,7	50,0	130	2	150	Kaliopillit
2,3	0,0	48,5	130	2	387	KAD
4,6	0,0	49,2	130	2	495	Zeolit N
6,9	0,0	49,5	130	2	225	ZN+kalioph
9,2	0,0	50,0	130	2	104	kaliopillit
4,6	6,9	97,0	130	2	508	Zeolit N
11,5	17,3	242,6	130	2	139	Zeolit N
11,5	1,7	49,5	130	2	509	Kaliopillit
2,3	3,5	48,5	150	63	139	Zeolit N
2,3	3,5	48,5	175	18	514	Zeolit N
2,3	3,5	48,5	150	2	13	Kalsilit
2,3	3,5	96,5	130	2	285	Kaolin+KAD
2,3	3,5	48,5	130	2	479	Zeolit N
2,3	3,5	24,3	130	2	321	KAD+Kaolin
2,3	3,5	48,5	110	2	380	KAD+ZN

(Mackinnon, dkk., 2012)

2.5 Hidrotermal

Kata hidrotermal berasal dari bahasa Yunani yaitu “hydros” yang berarti air dan termos yang berarti panas (Byrappa dan Yoshimura, 2007). Proses hidrotermal adalah proses sintesis yang terjadi pada suhu bervariasi antara suhu kamar-200 °C dalam pelarut air maupun organik dalam sistem tertutup. Pada kondisi hidrotermal sifat fisika dan kimia dari reaktan mengalami perubahan yang signifikan. Pelarut dari zat terlarut mengalami interaksi seperti gaya *coloumb*, gaya induksi, gaya dispersi, dan ikatan hidrogen (Ruren Yu, 2007). Teknik ini tidak hanya membantu pada proses monodispersi dan homogenitas nanopartikel yang tinggi, tetapi juga bertindak sebagai teknik yang paling menarik untuk

mengolah material nanohibrid dan nanokomposit (Byrappa dan Yosimura, 2007).

Sintesis secara hidrotermal yaitu transformasi dari campuran senyawa silika, alumina, kation ion logam, molekul organik dan air sebagai pelarut melalui larutan jenuh yang bersifat basa menjadi senyawa mikropori. Proses kimia yang sangat kompleks ini disebut zeolitisasi, dengan waktu dan suhu yang bervariasi tergantung jenis zeolit yang akan disintesis. Proses hidrotermal adalah kondisi paling efektif yang dapat meningkatkan kemampuan air dalam mensolvasi, meningkatkan kelarutan reaktan, dan mengaktivasi reaktivitas bahan baku, dapat mengarahkan terjadinya penataan ulang, disolusi pada gel primer yang terbentuk dan menghasilkan peningkatan laju nukleasi dan kristalisasi (Ruren Xu, 2007).

Transformasi hidrotermal selalu mempertimbangkan modifikasi dari presipat, pembentukan gel, atau flokulasi yang dipengaruhi oleh temperatur, pemeraman atau kematangan dari *mother liquor* (biasanya air). Transformasi hidrotermal selalu berada pada temperatur yang lebih rendah (100-300 °C). Beberapa faktor yang mempengaruhi proses hidrotermal pada padatan ini antara lain pH, temperatur, tekanan, waktu dan konsentrasi dimana transformasi pada proses hidrotermal berbeda dengan metode-metode lain. Perbedaannya yaitu pada proses hidrotermal seperti presipitasi, pencucian, penengrangan dan tekanan (Parego dan Villa, 1997).

Pada dasarnya, sintesis zeolit secara hidrotermal terdiri dari dua tahap yaitu pembentukan gel hidrasi aluminosilikat dan proses kristalisasi pada gel. Proses kristalisasi sangatlah kompleks. Proses kristalisasi terdiri dari 4 tahapan, yaitu kondensasi, pada polisilikat dan aluminium, nukleasi pada zeolit, pertumbuhan inti, pertumbuhan kristal zeolit yang terkadang berasal dari nukleasi sekunder. Mekanisme kristalisasi pada zeolit memang sulit dipahami karena semua proses kristalisasi melibatkan reaksi kimia yang sangat rumit, nukleasi dan pertumbuhan pada Kristal terjadi

di bawah kondisi heterogen, dan semua proses bergantung waktu (Ruren Xu, 2007).

2.6 Karakterisasi

2.6.1 XRD

Difraksi sinar-X merupakan salah satu metode karakterisasi material yang paling tua dan sering digunakan sampai sekarang. XRD merupakan satu-satunya metode analitik yang mampu memberikan informasi kualitatif dan kuantitatif yang bersifat kristal yang terdapat dalam suatu zat padat. Sebagai contoh, teknik ini dapat menganalisis berapa persen dari ZnO dan Al₂O₃ yang terdapat dalam satu campuran, sedangkan teknik analisis yang lain hanya bisa memberikan persentase dari Zn, Al, dan O yang terdapat dalam *mixture* (Ismunandar, 2012). Teknik ini digunakan untuk mengidentifikasi fasa kristalin dalam material dengan cara menentukan parameter struktur kisi serta untuk mendapatkan ukuran partikel (Ratnasari, 2009). Sinar-X merupakan radiasi elektromagnetik yang memiliki energi tinggi sekitar 200 eV-1 MeV. Sinar-X dihasilkan oleh interaksi antara berkas elektron eksternal dengan elektron pada kulit atom. Spektrum Sinar X memiliki panjang gelombang 105–10 nm, berfrekuensi 10¹⁷-10²⁰ Hz dan memiliki energi 103-106 eV. Panjang gelombang sinar-X memiliki orde yang sama dengan jarak antar atom sehingga dapat digunakan sebagai sumber difraksi kristal.

Dasar dari prinsip pendifraksian sinar-X yaitu difraksi sinar-X terjadi pada belokan elastis foton-foton sinar-X oleh atom dalam sebuah kisi periodik. Belokan monokromatis sinar-X dalam fasa tersebut memberikan interferensi yang konstruktif. Penguatan sinar yang terpancarkan menjadi kuantitatif jika memenuhi Hukum Bragg seperti pada Gambar 2.14.

Hukum Bragg didefinisikan sebagai berikut;

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

$$n = 1, 2, 3, \dots \dots \dots (2.2)$$

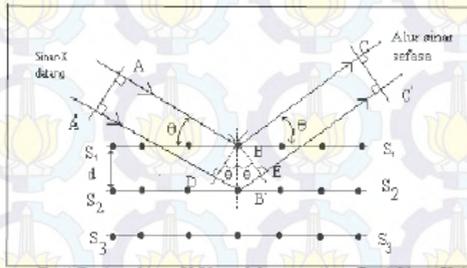
Keterangan :

λ adalah panjang gelombang sinar-X yang digunakan

d adalah jarak antara dua bidang kisi

θ adalah sudut antara sinar datang dengan bidang normal

n adalah bilangan bulat yang disebut sebagai orde pembiasan

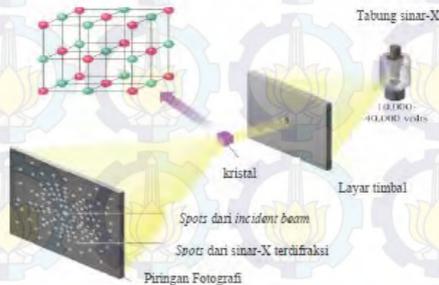


Gambar 2.14 Sudut difraksi sinar-X (Sumber: West, 1984).

Berdasarkan persamaan Bragg, jika seberkas sinar-X dijatuhkan pada sampel kristal, maka bidang kristal itu akan membiaskan sinar-X yang memiliki panjang gelombang sama dengan jarak antar kisi dalam kristal tersebut. Sinar yang dibiaskan akan ditangkap oleh detektor kemudian diterjemahkan sebagai sebuah puncak difraksi. Makin banyak bidang kristal yang terdapat dalam sampel, makin kuat intensitas pembiasan yang dihasilkannya. Tiap puncak yang muncul pada pola XRD mewakili satu bidang kristal yang memiliki orientasi tertentu dalam sumbu tiga dimensi seperti pada Gambar 2.15 (Ory, 2009).

Puncak yang melebar menunjukkan kristalinitas rendah (*amorf*), sedangkan puncak yang meruncing menunjukkan kristalinitas yang lebih baik (Park, N.G, dkk., 2002). Puncak yang didapatkan dari data pengukuran

kemudian dicocokkan dengan standar difraksi sinar-X untuk hampir semua jenis material. Standar ini disebut JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) (Ratnasari, 2009).



Gambar 2.15 Prinsip kerja difraksi sinar-X (Sumber: Lestari, 2010)

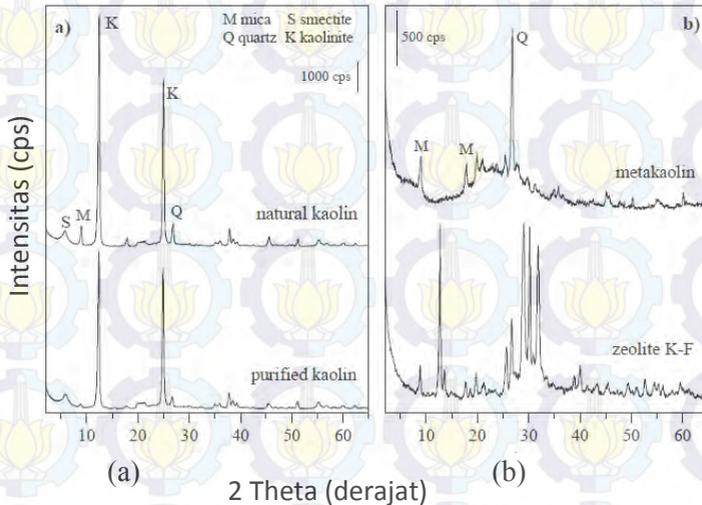
Beberapa informasi yang dapat diperoleh dari difraksi sinar X (*X-ray diffraction/XRD*) adalah sebagai berikut (Ginting dkk, 2005):

- Posisi puncak difraksi memberikan gambaran tentang parameter kisi (a), jarak antar bidang, struktur kristal dan orientasi dari sel satuan.
- Intensitas relatif puncak difraksi memberikan gambaran tentang posisi atom dalam sel satuan.
- Bentuk puncak difraksi memberikan gambaran tentang ukuran kristalit dan ketidaksempurnaan kisi.

XRD mempunyai batas deteksi yaitu 0.1 wt % - 1 wt %, jadi konsentrasi fasa yang muncul dibawah batas ini tidak dapat dideteksi oleh XRD (Ismunandar, 2012).

Difraksi sinar-X pada kaolin dan metakaolin mempunyai puncak yang dominan pada 2θ yaitu 12° dan 25° sedangkan pada zeolit K-F dengan ciri khas muncul pada

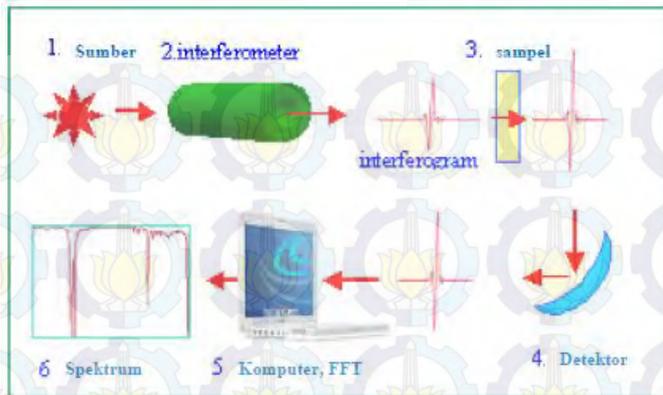
puncak 29, 30 dan 31° disertai pada 12 dan 25° seperti pada Gambar 2.16.



Gambar 2.16 Pola difraktogram: kaolin (a), metakaolin dan Zeolit K-F (b) (Sumber: Belver dan Vincent, 2006)

2.6.2 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Spektroskopi infra merah merupakan sebuah teknik analisis kimia yang dapat menghitung sebuah intensitas terhadap panjang gelombang atau bilangan gelombang. Spektroskopi inframerah mendeteksi vibrasi spesifik dari suatu gugus fungsi dalam suatu sampel. Ketika inframerah berinteraksi dengan materi, ikatan kimia akan mengalami vibrasi, stretching atau bending. Sebagai hasilnya, gugus fungsi akan mengadsorpsi sinar inframerah dalam rentang panjang gelombang yang spesifik untuk gugus fungsi.

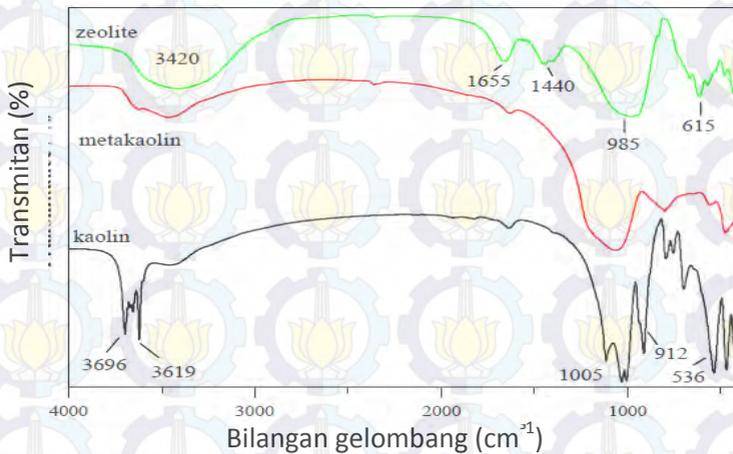


Gambar 2.17 Prinsip kerja FTIR (Sumber: Umah 2010)

FTIR spektrometer akan menghasilkan spektra inframerah seperti Gambar 2.17 dengan cara mengumpulkan interferogram sinyal dari sampel menggunakan interferometer, yang akan menghitung seluruh frekuensi infra merah secara simultan. Kemudian FTIR spektrometer akan menghasilkan output berupa spektrum. Spektrum inframerah dari zeolit akan memberikan respon pada bilangan gelombang $200\text{-}1300\text{ cm}^{-1}$ dan dapat digolongkan kedalam dua jenis ibrasi. Jenis pertama merupakan vibrasi internal tetrahedron yang terdiri dari dua puncak spektrum, masing-masing vibrasi kuat pada daerah $950\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$ dan vibrasi sedang pada $450\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi kuat pada daerah $950\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan *stretching* T-O yang gerakan pertamanya penggabugn dengan atom oksigen secara selang-seling merupakan *stretching* simetris O-T-O. Sedangkan vibrasi pada daerah $450\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gerakan-gerakan bending T-O seperti diunjukkan pada Tabel 2.5 dan 2.6 dan Gambar 2.18.

Tabel 2.5 Data-data respon untuk zeolit K-F

Respon dari	Bilangan gelombang (cm-1)	Gugus
<i>Stretching</i> asimetris	1090 1050 995	Kopling Si-O-Si Si-O-Al pita lebar
<i>Stretching</i> asimetris	660	vibrasi ulur Si-O-Si, Si-O-Al, vibrasi Al-O, deformasi Si-O dalam SiO ₄
Cicin ganda	550	Cincin ganda lingkaran 4, 6 dan 8
Bending T-O	464	Ikatan T-O dalam gugus SiO ₄ dan AlO ₄



Gambar 2.18 Spektra inframerah kaolin, metakaolin dan Zeolit K-F (Sumber: Belver dan Vincent, 2006)

Menurut Belver dan Vincent (2006) syarat terbentuknya kaolinit, metakaolin, dan Zeolit K-F yang baik harus memenuhi puncak-puncak bilangan gelombang yang ditunjukkan pada Gambar 2.18. Berdasarkan Tabel 2.6 spektra inframerah dari kaolin, metakaolin dan Zeolit K-F harus memenuhi puncak-puncak pada bilangan gelombang ini.

Tabel 2.6 Parameter puncak khas kaolin dan zeolit K-F menggunakan analisis FTIR

Kaolin		Zeolit	
Bilangan gelombang	Vibrasi	Bilangan gelombang	Vibrasi
3696	ν Al-OH		
3459	ν H ₂ O	3420	ν H ₂ O
1030, 1005	ν Si-O-Si	3655	H ₂ O
1630	H ₂ O	1440	ν CO ₃
912	Al-OH-Al	985	ν T-O(TO) ₄
936	Al-O-Si	615	TO ₄

(Sumber: Belver dan Vincent, 2006)

2.6.3 Mikroskopi Elektron (SEM)

Mikroskopi elektron (SEM) seperti pada Gambar 2.19 pertama kali ditemukan oleh Manfred von ardenne pada tahun 1973. Sedangkan penggunaan mikroskop elektron sebagai peneliti dimulai sejak 1940an. Kebanyakan alat SEM memiliki jangkauan magnifikasi yang bervariasi yaitu dari 20-100.000 kali.

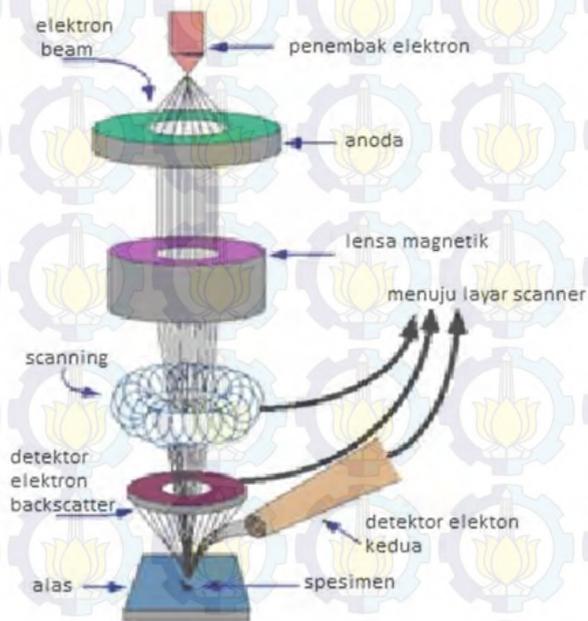


Gambar 2.19 Alat SEM (Sumber: Umah, 2010)

Reaksi penembakan berkas elektron terhadap sampel memberikan kemungkinan-kemungkinan lebih lanjut dalam teknik penelitian. Bila berkas elektron ditembakkan kedalam sampel maka akan terjadi berbagai interaksi. Salah satu interaksinya adalah terjadinya pantulan berkas sinar elektron oleh sampel. Dimana peristiwa ini merupakan dasar dari penggunaan mikroskop elektron. Berkas elektron yang dipantulkan akan membawa informasi mengenai keadaan permukaan sampel ke detektor. Oleh karena itu diubah menjadi suatu gambar atau morfologi permukaan sampel yang ditembakkan oleh berkas elektron seperti pada Gambar 2.20.

SEM bermanfaat untuk mengetahui mikrostruktur (termasuk porositas dan bentuk retakan) benda padat. Selain itu SEM juga dimanfaatkan sebagai alat untuk mengetahui struktur mikro suatu material meliputi tekstur, morfologi, komposisi dan informasi kristalografi permukaan partikel.

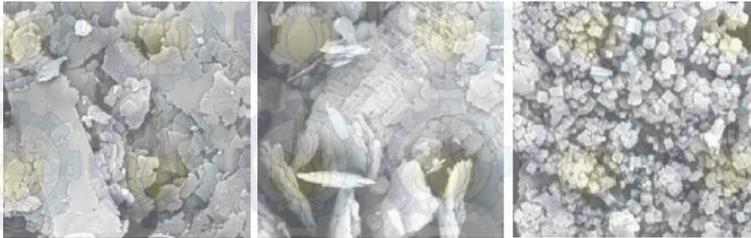
Morfologi yang diamati oleh SEM berupa bentuk, ukuran, dan susunan partikel (Ewing, 1985).



Gambar 2.20 Bagan SEM (Sumber: Umah, 2010)

Gambar-gambar hasil potretan dengan mikroskop elektron umumnya mudah diidentifikasi, karena beberapa mineral memiliki morfologi permukaan yang khas. Kaolin, metakaolin dan Zeolit K-F pada Gambar 2.21 mempunyai bentuk morfologi yang berbeda-beda untuk kaolin mempunyai struktur lembaran-lembaral yang bertumpuk dengan ukuran yang bervariasi begitu juga metakaolin, sedangkan Zeolit K-F mempunyai struktur berbentuk kubus yang saling bertumpuk dengan ukuran yang bervariasi seperti ditunjukkan pada Gambar 2.21. Namun mendapatkan analisis kualitatif harus

dibantu dengan analisis pembandingan, misalnya dengan difraksi sinar-X (XRD).



(a)

(b)

(c)

Gambar 2.21 Mikrograf SEM dari kaolin (a), metakaolin (b), dan Zeolit K-F (c) (Sumber: Belver dan Vincent, 2006)

BAB III METODOLOGI

Penelitian ini bertempat di Laboratorium Kimia Material dan Energi Jurusan Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember dengan menggunakan kaolin Kademangan, Bakung, dan Wonotirto sebagai sumber silika dan aluminium untuk sintesis Zeolit K-F dengan penambahan KOH dan variasi konsentrasi KCl. Padatan kemudian dikarakterisasi dengan *X-rays Diffraction (XRD)*, *Fourrier Transform Infrared (FTIR)*, *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya peralatan gelas beker, pipet volume, pipet tetes, neraca analitik, pengaduk magnetik, kertas pH universal, oven, krus porselen, *autoklaf stainless steel* berlapis teflon dan *sentrifuge*. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah JOEL JDX-3530 *X-rays Difraction (XRD)* untuk analisis *fase* kristal dan kristalinitas padatan, *Fourier Transform Infrared (FTIR) Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S* untuk mengetahui *framework* dalam zeolit dan *scanning Electron Microscopy (SEM) ZEISS EVO MA 10* untuk mengetahui morfologi dari permukaan padatan.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya adalah padatan KOH (*Merck*, 98%), kaolin Wonotirto, Bakung, Kademangan, padatan garam KCl, dan air demineralisasi.

3.2 Prosedur Penelitian

3.2.1 Pemurnian Kaolin

Kaolin yang digunakan berasal dari daerah Wonotirto, Bakung, dan Kademangan kabupaten Blitar Jawa Timur, Indonesia. Pemilihan material awal kaolin ini sebagai dasar pertimbangan melimpahnya mineral kaolin di daerah Blitar dan harganya yang relatif murah. Kaolin alam dari Blitar yang digunakan memiliki banyak pengotor hal tersebut dapat dilihat dari warna dan teskturnya.

Kaolin dimurnikan dengan proses yang sangat sederhana. Langkah pertama adalah kaolin alam dari Blitar yang berupa batuan maupun lempung di angin-anginkan pada suhu kamar selama 3 hari. Proses selanjutnya kaolin dihaluskan dengan mortar sampai halus dan diayak. Selanjutnya kaolin hasil ayakan dilarutkan pada air demineralisasi dalam 1000 ml gelas beker sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* sampai larut kurang lebih selama 12 jam. Selanjutnya dilakukan *aggin* pada larutan kaolin alam selama 7 hari sampai larutan terpisah berdasarkan masa jenisnya. Setelah 7 hari *diagin* kemudian larutan dipisahkan dari pelarut air menggunakan teknik dekantasi. Selanjutnya padatan hasil dekantasi yang diidentifikasi sebagai kaolinit dipisahkan dari lapisan padatan pengotornya. Lapisan yang paling atas (kaolinit) diambil dan dicuci menggunakan air demineralisasi. Untuk mendapatkan padatan kaolinit yang lebih murni dilakukan *sentrifuge* sampai larutan terpisah dari pengotornya selama kurang lebih 30 menit. Setelah itu padatan dipanaskan pada suhu 105 °C selama 24 jam di dalam oven.

Padatan hasil pemurnian kaolin alam kemudian dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X dan dianalisis menggunakan FTIR. Selanjutnya dilakukan analisis dan dibandingkan dengan padatan kaolin dari Jerman yang memiliki kristalitas kaolinit yang tinggi. Selanjutnya kaolin

hasil pemurnian dicari Hasil analisis yang menunjukkan memiliki kemiripan dengan kaolin pembanding untuk dijadikan sebagai material awal dalam sintesis Zeolit K-F. Setelah mendapatkan padatan yang memiliki jumlah kaolinit yang paling besar dan memiliki puncak yang paling mirip dengan kaolin pembanding proses selanjutnya dilakukan pemurnian ulang sampai sejumlah pengotornya berkurang. Kemudian hasil pemurnian dianalisis kembali menggunakan XRD untuk mengetahui rel.intensitas padatan kristal yang terbentuk, spektroskopi *Fourier Transform Infrared (FTIR)* untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi dan *Scening Electro Microscopy (SEM)* untuk mengetahui morfologi padatan dan dibandingkan dengan kaolin dari Jerman.

3.2.2 Sintesis Zeolit K-F

Dalam penelitian ini sintesis zeolit diawali dengan melarutkan padatan KOH 2,2 gram kedalam 100 ml gelas beker menggunakan air demineralisasi dan disiapkan variasi konsentrasi KCl 2,2 gram yang dilarutkan kedalam 100 ml beker gelas menggunakan air demineralisasi sesuai variasi konsentrasi molaritas 0 ; 1,7; 2,5; 3,4 M. Proses selanjutnya larutan KOH dan KCl dicampurkan pelan-pelan kedalam 400 ml gelas beker sambil diaduk sampai larut sempurna. Proses selanjutnya dimasukan kaolin Blitar secara pelan-pelan kedalam larutan campuran KOH dan KCl. Kaolin Blitar yang digunakan berasal dari daerah Wonotirto yang sudah dimurnikan sebanyak tiga kali. Kemudian larutan diaduk selama 12 jam untuk mendapatkan larutan berupa gel. Setelah itu *diagin* selama 12 jam dan ditambahkan 10 ml air demineralisasi. Proses selanjutnya larutan siap dimasukkan kedalam *autoklaf stainless* berlapis teflon. Namun, sebelumnya *autoklaf stainless* berlapis teflon dicuci menggunakan KCl. Kemudian larutan gel dimasukkan kedalam *autoklaf stainless* berlapis teflon dan selanjutnya dilakukan proses hidrotermal pada suhu 150 °C selama 24

dan 48 jam. Setelah dilakukan pemanasan di dalam *autoklaf* selama 24 dan 48 jam kemudian *autoklaf* didinginkan dengan dialirkan air kran sampai mencapai suhu kamar. Kemudian dilakukan pengecekan pH. Jika pH zeolit lebih 7 maka pH akan dinetralkan dengan cara dicuci menggunakan air demineralisasi sampai pH netral yaitu pH 7. Proses selanjutnya padatan hasil sintesis kemudian dipanaskan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 24 jam.

Padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X untuk mengetahui kristalinitas padatan, spektroskopi *Fourier Transform Infrared (FTIR)* untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi dan *Scening Electro Microscopy (SEM)* untuk mengetahui morfologi padatan. Hasil dari analisis dibandingkan dengan Zeolit K-F berbahan baku kaolin dari Jerman.

3.3 Karakterisasi

3.3.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Analisis XRD hasil pemurnian kaolin dari Blitar dan kaolin dari Jerman sebagai pembanding juga hasil sintesis Zeolit K-F menggunakan bahan baku kaolin Wonotirto dan kaolin Jerman dilakukan di Teknik Material dan Metalurgi, FTI-ITS. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah XRDJOEL JDX-3530 *X-rays Diffraction (XRD)*. Difraksi sinar-X digunakan untuk memperoleh informasi tentang struktur, komposisi, dan tingkat kristalisasi padatan Zeolit K-F dengan menggunakan radiasi $\text{CuK}\alpha$ pada gelombang $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$, voltase 40 Kv dan arus 30 Ma, dengan rentang sudut $2\theta = 5-50^\circ$ dengan kecepatan 0.040/detik.

Tingkat kristalisasi dinyatakan dalam prosentase dengan rumus:

$$\% \text{ Kristalisasi} = \frac{\text{tinggi puncak sampel}}{\text{tinggi puncak referensi}} \times 100\% \dots (3.1)$$

3.3.2 Spektroskopi Inframerah

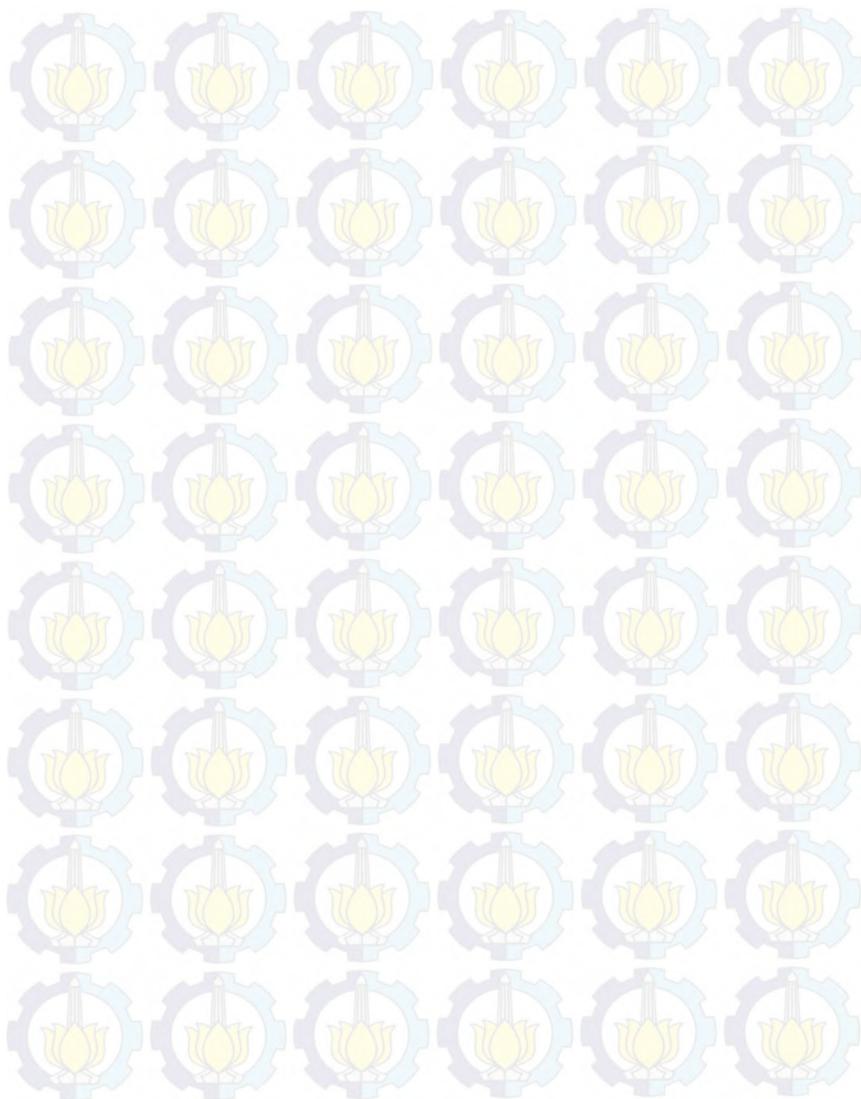
Analisis inframerah padatan hasil pemurnian kaolin Wonotirto dan sintesis Zeolit K-F dilakukan di Departemen Kimia FMIPA-ITS. Instrument yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Fourier Transform Infrared (FTIR) Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S*. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui ikatan dalam material, menentukan komposisi campuran, serta membantu memberi informasi dalam memperkirakan struktur molekul dan mengetahui *framework* dalam zeolit. Analisis ini dilakukan pada bilangan gelombang $0-4000\text{ cm}^{-1}$.

Pengerjaannya yaitu dengan mencampurkan sampel yang akan diukur terlebih dahulu dengan serbuk KBr. Sampel yang digunakan tidak terlalu banyak karena sampel yang terlalu banyak menyebabkan bentuk grafik yang tidak tajam ditandai dengan transmittan kecil yaitu kurang 30%, campuran kemudian dimasukkan kedalam wadah sampel untuk IR dan wadah tersebut dimasukkan ke dalam slot, tempat dibawah sinar infra merah.

3.3.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis SEM padatan hasil pemurnian kaolin Wonotirto dan sintesis Zeolit K-F dilakukan di laboratorium Energi. ITS. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Scanning Electron Microscopy (SEM) ZEISS EVO MA 10*. Padatan hasil pemurnian dan hasil sintesis dianalisis menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi dari permukaan padatan.

“Halaman ini sengaja dikosongkan“



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis zeolit K-F secara langsung dari kaolin Blitar dengan penambahan KOH dan KCl dengan variasi konsentrasi 0; 1,7; 2,5 dan 3,4 M, menggunakan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 24 dan 48 jam. Material awal yang digunakan pada penelitian ini adalah kaolin alam yang dipilih dari salah satu kecamatan Wonotirto, Bakung dan Kademangan kabupaten Blitar, Jawa Timur, Indonesia. Metode sintesis yang digunakan pada penelitian ini merupakan modifikasi dari metode hidrotermal yang telah dilaporkan oleh Mackinnon (2012) dimana sintesis zeolit K-F telah berhasil dilakukan pada kondisi suhu 100-200 °C berbahan baku kaolin yang ditambahkan KOH dan KX menggunakan metode hidrotermal selama waktu kristalisasi 0,5-64 jam, dimana X merupakan golongan halogen (Mackinnon, dkk., 2010; Mackinnon, dkk., 2012).

Zeolit K-F pada penelitian ini disintesis menggunakan kaolin dari Wonotirto. Kaolin hasil pemurnian yang digunakan untuk sintesis zeolit K-F tanpa dilakukan kalsinasi terlebih dahulu. Pada umumnya, sebelum digunakan untuk sintesis zeolit K-F, kaolin dikalsinasi pada suhu 600–850 °C yang dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor dan membuka pori-pori pada kaolin. Zeolit K-F hasil sintesis dari material awal kaolin Wonotirto dibandingkan dengan zeolit K-F yang disintesis dari material awal kaolin Jerman. Hasil karakterisasi menggunakan XRD dan FTIR menunjukkan bahwa zeolit K-F berbahan baku kaolin dari Jerman merupakan zeolit yang memiliki kristalinitas tinggi. Penambahan KOH berfungsi sebagai pemberi kondisi basa serta sebagai pengaruh struktur zeolit (Balsadella dan Tara, 1995). Penambahan KCl selain berfungsi untuk membantu melarutkan Si dan Al, ion kloridanya juga dapat berperan sebagai pengaruh struktur (Caullet, 2005). Padatan hasil

sintesis kemudian dikarakterisasi dengan difraksi sinar-X (XRD) untuk memperoleh informasi kristalinitas padatan, spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR) untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi, dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi dari padatan yang terbentuk.

4.1 Pemurnian Kaolin

Material awal kaolin yang digunakan pada sintesis ini berasal dari daerah kecamatan Wonotirto, Bakung dan Kademangan kabupaten Blitar Selatan, Jawa Timur, Indonesia. Pemilihan material kaolin ini didasarkan pada informasi melimpahnya kaolin di daerah kabupaten Blitar. Sejauh ini, penggunaan kaolin ini masih kurang optimum karena penggunaannya sebatas sebagai bahan baku pembuatan porselen kasar yang dikirim keluar daerah Blitar dengan harga yang sangat murah, sehingga diperlukan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan nilai tambah dari segi IPTEK dan nilai ekonomi.

Kaolin Blitar mempunyai variasi warna diantaranya coklat kehitaman, coklat muda, putih kecoklatan, putih tulang, dan putih seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1. Dalam pengambilan lempung maupun batuan kaolin harus memperhatikan uji pengamatan megaskopik. Hal tersebut dilakukan untuk membuktikan secara fisik bahwa kaolin mempunyai sifat kekerasan sedang, tidak terjadi belahan, dan bersifat getas. Lempung kaolin yang ditemukan di alam masih banyak mengandung pengotor seperti halnya kuarsa, feldspar, illites, dll. Komponen kaolin alam dapat diketahui kandungannya menggunakan karakterisasi dengan XRF, XRD dan FTIR. Pada penelitian ini, dilakukan pemurnian terhadap 5 jenis sampel kaolin yang berasal dari Blitar, kemudian dianalisis dengan XRD. Berdasarkan data XRD, dipilih satu jenis kaolin yang pola difraktogramnya paling sesuai dengan

difraktogram kaolin dari Jerman. Selanjutnya, dilakukan pemurnian lebih lanjut terhadap kaolin yang terpilih.



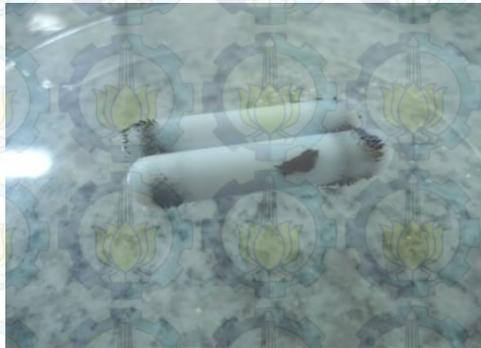
Gambar 4.1 Kaolin alam Blitar

Bahan-bahan yang digunakan untuk pemurnian meliputi kaolin alam dan air demineralisasi sebagai pelarut. Kaolin dimurnikan dengan proses yang sangat sederhana. Dimulai dari sampel kaolin yang berupa batuan dan lempung yang didapat dari alam diangin-anginkan pada suhu kamar selama ± 3 hari agar kandungan airnya berkurang. Proses selanjutnya kaolin alam dihaluskan dengan mortar untuk mendapatkan luasan area yang lebih besar dan mudah dipisahkan dari pengotornya dengan merubah padatan menjadi serbuk. Serbuk yang diperoleh selanjutnya dilakukan pengayakan untuk mendapatkan material yang homogen dan terpisah dengan pengotornya. Dalam penelitian ini tidak dilakukan proses kalsinasi kaolin terlebih dahulu. Selanjutnya, pada sampel serbuk yang homogen ditambahkan air demineralisasi sambil diaduk menggunakan pengaduk

magnetik, seperti Gambar 4.2, selama \pm 12 jam agar terjadi campuran yang merata.



Gambar 4.2 Proses pengadukan kaolin menggunakan pengaduk magnetik



Gambar 4.3 Pengaduk magnetik dengan pengotor besi yang menempel

Kaolin alam yang terdapat di daerah Blitar memiliki kandungan unsur besi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3. Serbuk besi yang menempel pada magnetik terjadi setelah proses pengadukan dilakukan beberapa jam kemudian.

Pengurangan sejumlah pengotor pada kaolin alam dilakukan dengan teknik pemeraman. Metode ini diharapkan mampu mengurangi pengotor pada kaolin alam dengan ditambahkan sejumlah tertentu pelarut air demineralisasi, dan berhasil mengendapkan pengotor setelah diperam selama ± 7 hari seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4. Proses *aging* mengakibatkan terjadinya lapisan-lapisan pada material kaolin dikarenakan adanya perbedaan ukuran partikel antara kaolinit dengan pengotornya. Kaolinit memiliki ukuran yang sangat kecil yaitu $\leq 2\mu\text{m}$ lebih kecil dibandingkan pengotornya. Perbedaan ukuran menyebabkan perbedaan masa jenis pada setiap masing-masing senyawa penyusun komponen kaolin. Oleh sebab itu kaolin diindikasikan terdapat pada lapisan paling atas di bawah lapisan air dan lapisan berikutnya pengotor misalnya kuarsa dan lain-lain. Proses *aging* dilakukan pada suhu ruang agar terjadi penataan ulang dari segi kimia dan struktural yang mempengaruhi fase padatan dan campuran (Weitkamp dan Puppe, 1999)



Gambar 4.4 Proses pemeraman kaolin

Proses selanjutnya, air dipisahkan dari padatnya melalui proses dekantasi maupun *sentrifuge*. Setelah proses dekantasi dilakukan, lapisan yang paling atas diambil dan dicuci kembali menggunakan air demineralisasi. Kemudian

dilakukan *sentrifuge* agar padatan kaolinit terpisah sempurna dari pengotornya. Selanjutnya dilakukan proses pengeringan dalam oven pada suhu $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam agar molekul air yang terkandung dalam lempung kaolin menguap. Kemudian padatan hasil pemurnian dianalisis menggunakan XRD untuk mengetahui kandungan kaolinit dari kaolin alam. Apabila dari hasil analisis diketahui masih terdapat pengotor dalam jumlah besar maka perlu dilakukan pemurnian ulang beberapa kali sehingga didapatkan hasil kaolinit yang maksimal dengan pengotornya dalam jumlah yang sedikit. Setelah dimurnikan sebanyak tiga kali, warna kaolin berubah menjadi lebih putih seperti Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Kaolin alam setelah dimurnikan

Hasil analisis menunjukkan bahwa kaolin alam dari daerah Wonotirto memiliki kemiripan dengan kaolin pembanding dengan kandungan kaolinit paling banyak. Namun, kaolin dari daerah Wonotirto masih memiliki sejumlah pengotor yang banyak sehingga perlu dilakukan pemurnian ulang. Mineral kaolin Wonotirto setelah dilakukan pemurnian sebanyak tiga kali, dapat diamati pada Gambar 4.6, menunjukkan warna kaolin yang lebih putih yang kemungkinan disebabkan karena mineral kaolin kehilangan

molekul air yang terkandung dalam kaolin alam setelah dipanaskan pada suhu 105 °C.

Padatan hasil pemurnian selanjutnya dikarakterisasi menggunakan difraktometer sinar-X untuk mengetahui kristanilitas padatan, spektroskopi *Fourier Transform Infrared (FTIR)* untuk mengetahui vibrasi gugus fungsi dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* untuk mengetahui morfologi padatan. Hasil analisis kaolin Wonotirto kemudian dibandingkan dengan kaolin dari Jerman yang memiliki kristalinitas kaolinit yang tinggi.

4.2. Sintesis Zeolit K-F

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis zeolit K-F secara langsung dari kaolin Wonotirto yang sudah dimurnikan sebanyak 3 kali dengan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 24 dan 48 jam dan penambahan KCl dengan variasi konsentrasi yaitu 0; 1,7; 2,5 dan 3,4 M. Tahap sintesis ini meliputi hidrolisis, gelasi, pemeraman dan kristanilisasi. Sumber silika dan alumina diperoleh dari kaolin Wonotirto.

Sintesis zeolit K-F diawali dengan menghitung komposisi masing masing reaktan, Pada umumnya zeolit K-F mempunyai rumus struktur $K_{12}Al_{10}Si_{10}O_{40}Cl_2 \cdot 5H_2O$. Rumus struktur zeolit menunjukkan perbandingan Si dan Al sebesar 1:1. Perbandingan kaolin : NaOH : KCl yang digunakan pada penelitian ini adalah 1:1:1 (Mackinnon, dkk., 2012). Padatan KCl ditimbang, kemudian ditambahkan air demineralisasi sesuai dengan variasi konsentrasi masing-masing. Selanjutnya larutan KCl diaduk menggunakan pengaduk magnetik sampai larutan merata dan larut sempurna. Begitu juga dengan padatan KOH, ditimbang dan dilarutkan dalam 8 mL air demineralisasi sampai larut sempurna. Penambahan KCl ini membuat campuran menjadi kental karena Si dan Al dari kaolin mulai larut. Adanya ion Cl^- dalam larutan mengakibatkan peningkatan kelarutan silika pada kaolin (Tavolaro, dkk., 1992). Selain itu ion Cl^- memegang peranan

penting sebagai pengaruh struktur sebagaimana OH^- pada kondisi sintesis alkali (Guth, dkk., 1989). Penambahan KOH berfungsi sebagai pemberi kondisi basa dalam sintesis serta pengaruh struktur zeolit (Balsadella dan Tara, 1995). Selain itu KOH juga dapat digunakan sebagai sumber ion K^+ dan suasana basa. Pembentukan zeolit dilakukan dalam medium basa karena pada medium basa terbentuk anion-anion pembentuk kerangka zeolit yaitu AlO_3^{3-} atau AlO_2^- dan SiO_4^{4-} . Spesies alumina dalam pH basa, berada pada bentuk anion AlO_3^{3-} atau anion AlO_2^- . Sedangkan pada pH asam alumina mempunyai bentuk kation Al^{3+} yang dapat mengganggu pembentukan kerangka zeolit. Oleh sebab itu dalam pembentukan zeolit diperlukan suasana basa (Lidyawati, 2005). Penambahan air demineralisasi dimaksudkan sebagai sumber H_2O . Larutan KOH dan KCl dicampurkan dalam beker gelas 400 mL. Setelah larutan KOH dan KCl larut kemudian ditambahkan sedikit demi sedikit kaolin Wonotirto yang sudah dimurnikan sebanyak 3 kali dan diaduk menggunakan pengaduk magnet selama kurang lebih 12 jam dengan kecepatan 500 rpm pada suhu ruang yang bertujuan untuk menghomogenkan campuran sehingga distribusi campuran merata. Larutan kemudian *diaging* selama 12 jam agar terjadi penataan ulang dari segi kimia dan struktural yang mempengaruhi fasa padatan dan cairan (Weitkamp dan Puppe, 1999). Proses *aging* juga bertujuan untuk meningkatkan interaksi antar reaktan. Lamanya proses *aging* merupakan salah satu faktor yang menentukan pembentukan zeolit (Davis dan Lobo, 1992). Setelah larutan selesai *diaging*, ditambahkan 10 mL air untuk proses melarutkan. Setelah itu campuran siap dimasukkan ke dalam *autoclave stainless* yang berlapis *teflon* untuk dilakukan proses kritalisasi dengan metode hidrotermal pada 150 °C selama 24 dan 48 jam. Suhu 150 °C digunakan untuk menghasilkan kristalinitas yang tinggi sebagaimana telah dilakukan oleh Mackinnon (2012) yang menggunakan suhu hidrotermal $t \geq 100$ °C. Sebelum digunakan, *autoclave*

stainless terlebih dahulu dicuci dengan larutan KCl untuk menghilangkan sisa padatan silika yang dihasilkan dari proses kristalisasi sebelumnya. Proses pencucian bertujuan untuk menghindari pengaruh bibit yang tidak diinginkan dalam sintesis berikutnya yang mungkin masih menempel pada dinding *autoclave*.



Gambar 4.6 *Autoclave stainless* berlapis Teflon yang digunakan dalam proses hidrotermal

Proses hidrotermal adalah proses sintesis yang terjadi pada suhu yang bervariasi antara suhu kamar sampai suhu 200 °C dalam pelarut air ataupun organik dalam sistem tertutup (Byrappa dan Yosimura, 2002). Keadaan tersebut dimaksudkan agar terjadi kesetimbangan antara uap air dan larutan sehingga tidak ada uap air yang menguap dan komposisi larutan tetap (Caudy dan Cox, 2005). Pada reaksi hidrotermal ini terjadi reaksi kondensasi yang memungkinkan adanya pembentukan ikatan-ikatan baru seperti Si, Al-O-Si, Al (T-O-T) (Caudy dan Cox, 2005). Secara umum reaksi yang terjadi pada pembentukan zeolit K-F adalah:



Padatan hasil hidrotermal dicuci menggunakan air demineralisasi sampai pH netral. Menurut Mackinnon, dkk. (2012), pH setelah sintesis zeolit K-F adalah lebih besar dari 14. Pada penelitian ini, pH awal sintesis zeolit K-F adalah 14 (Gambar 4.7).



Gambar 4.7 pH zeolit K-F sebelum dinetralkan

Zeolit K-F setelah diperlakukan pencucian beberapa kali didapatkan pH netral yaitu 7 seperti ditunjukkan pada Gambar 4.8. Proses netralisasi memberikan warna kaolin yang lebih terang karena proses pencucian dapat menghilangkan kelebihan sisa-sisa alkali dalam larutan.



Gambar 4.8 pH zeolit K-F setelah dinetralkan

Setelah netral, padatan hasil sintesis dikeringkan pada suhu $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam dalam oven yang bertujuan untuk menghilangkan sisa molekul air sehingga pori-pori zeolit semakin terbuka dan tidak mengganggu sisi aktif katalitik pada zeolit K-F. Kemudian padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan XRD untuk mengetahui fasa kristal dan kristalinitas padatan, spektroskopi inframerah (IR) untuk mengetahui vibrasi dan ikatan pada kristal dan SEM untuk mengetahui morfologi kristal yang terbentuk.

4.3 Karakterisasi dengan Difraksi Sinar-X

Struktur dan fasa kristal hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) pada sudut $2\theta = 5\text{-}50^{\circ}$ dengan sumber radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54\text{ \AA}$). Sampel kaolin yang digunakan berasal dari Kecamatan Wonotirto (d, e dan f), Bakung (c), Kademangan (b), Kabupaten Blitar, dan kaolin Jerman sebagai pembanding (a). Difraktogram sinar-X dari padatan kaolin Blitar yang sudah dimurnikan dan dikeringkan pada suhu $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ ditunjukkan pada Gambar 4.9. Berdasarkan Tabel 4.1, difraktogram sinar-X kaolin dari Jerman dan kaolin dari Belver dan Vincent (2006) yang dinotasikan dengan “x”

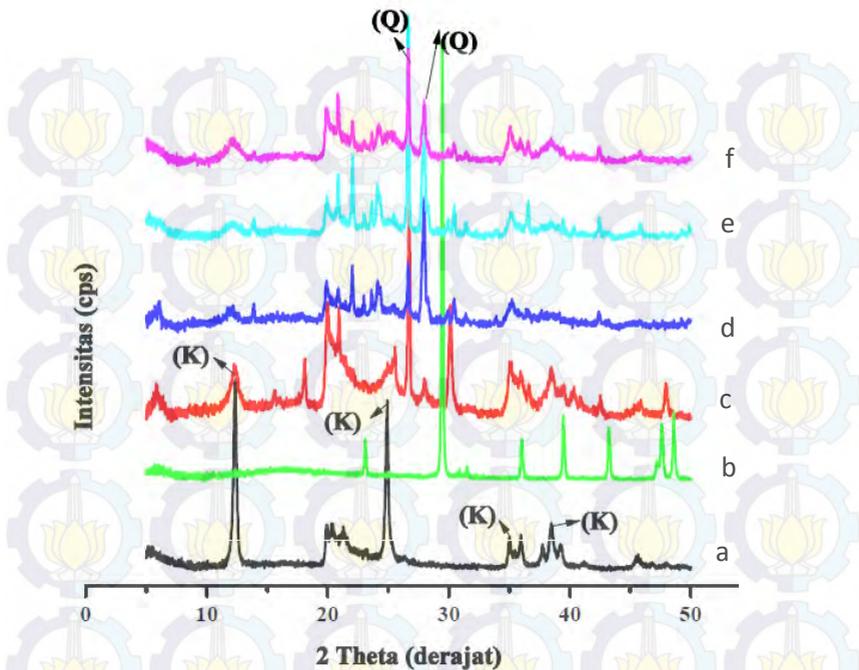
ditampilkan sebagai pembanding untuk melihat kristalinitas kaolin hasil pemurnian.

Tabel 4.1 Parameter difraktogram kaolinit dan kuarsa pada sampel kaolin alam

Kaolin x	Kaolin a	Kaolin b	Kaolin c	Kaolin d	Kaolin e	Kaolin f
12,3	12,35	-	11,96	12,19	11,95	12,38
20,9	20,3	-	20,84	20,88	20,90	20,95
24,8	24,84	-	24,3	24,3	24,28	25,5
26,7	-	-	26,64	26,65	26,64	26,73
35,1	35,01	36,00	35,22	35,21	35,02	35,03

Puncak-puncak kaolinit dinotasikan dengan lambang K, sedangkan kuarsa sebagai pengotor dinotasikan dengan lambang Q. Pola difraksi sinar-X dengan pemurnian satu kali seperti ditunjukkan pada Gambar 4.9. Berdasarkan Tabel 4.1 kaolin alam dari Blitar mempunyai banyak pengotor apabila dibandingkan dengan kaolin Jerman yang mempunyai puncak-puncak kaolinit yang khas.

Kaolin mempunyai komponen utama kaolinit sebagai material awal dalam sintesis zeolit K-F, sedangkan pengotornya diantaranya berupa kuarsa dan mika. Pengotor ini mempengaruhi proses reaksi pembentukan kristal zeolit K-F pada saat sintesis. Oleh sebab itu perlu dilakukan pemurnian sampai sejumlah pengotornya berkurang sehingga tidak mempengaruhi proses sintesis zeolit K-F.



Gambar 4.9 Pola difraktogram: kaolin (a) Jerman, (b) Kademangan, (c) Bakung, (d) Wonotirto coklat, (e) Wonotirto coklat kekuning-kuningan, (f) Wonotirto putih tulang

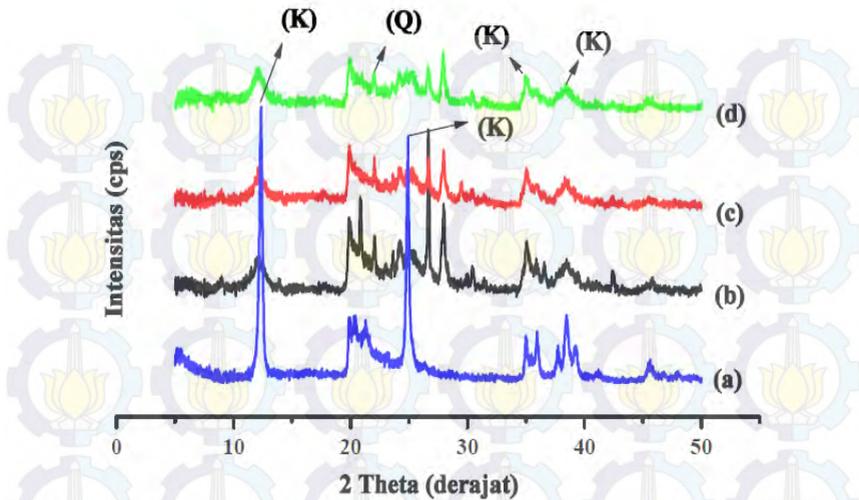
Kaolin Jerman yang digunakan mempunyai puncak-puncak difraktogram yang spesifik pada 2θ yaitu 12° dan 25° , masing-masing mempunyai intensitas relatif 100 dan 88,38%. Kaolinit pada kaolin ditunjukkan pada 2θ yaitu 12° dan 25° yang merupakan sumber Si dan Al pada kaolin. Hasil ini sesuai dengan laporan dari Belver dan Vincent (2006) yang menyatakan bahwa kaolin mempunyai puncak-puncak difraktogram yang spesifik pada 2θ yaitu 12° dan 25° dan sedikit kandungan kuarsa ditunjukkan pada Gambar 2.16. Menurut Rianto (2007), kaolin mempunyai puncak-puncak

difraktogram yang spesifik pada 2θ yaitu 12° dan 25° , juga puncak-puncak difraktogram kecil kaolinit pada $2\theta = 35, 36, 38$ dan 39° seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Oleh karena itu, kaolin Jerman digunakan sebagai kaolin pembanding karena mempunyai puncak-puncak difraktogram kristal kaolinit dengan intensitas relatif yang tinggi.

Kaolin alam dari kecamatan Kademangan (Gambar 4.9 (b)), menunjukkan puncak-puncak yang spesifik diluar puncak kaolinit. Hal itu mengindikasikan bahwa kaolin dari Kademangan mempunyai banyak pengotor. Kaolin Kademangan memiliki puncak yang dominan pada 2θ yaitu 30° yang merupakan puncak dari kuarsa dan tidak memiliki puncak fasa kaolinit pada $2\theta = 12$ dan 25° . Oleh karena itu kaolin dari Kademangan tidak dapat digunakan sebagai material awal dalam sintesis zeolit K-F. Sedangkan pada kaolin Bakung, puncak-puncak dominan difraktogram terdapat pada $2\theta = 27$ dan 30° yang merupakan puncak dari material kuarsa sebagai pengotor seperti pada Gambar 4.9 (c). Selain puncak-puncak pada 27 dan 30° , kaolin Bakung juga menunjukkan puncak-puncak kaolinit pada 12 dan 25° yang merupakan puncak-puncak dari kaolinit seperti ditunjukkan pada Gambar 4.9 (c) sehingga kaolin Bakung juga dapat digunakan sebagai material awal dalam sintesis zeolit K-F. Kaolin dari Wonotirto memiliki puncak difraktogram pada $2\theta = 27^\circ$ yang merupakan puncak dari kuarsa sebagai pengotor, selain itu juga mempunyai puncak-puncak kaolinit pada $2\theta = 12$ dan 25° (Gambar 4.9), sehingga dapat disimpulkan bahwa kaolin Wonotirto dapat digunakan sebagai material awal untuk sintesis zeolit K-F karena memiliki sejumlah kaolinit. Jika ditinjau dari warnanya, kaolin alam dari Wonotirto, kaolin (d), (e), dan (f) memiliki warna fisik yang berbeda walaupun berada pada satu wilayah. Hal tersebut dipengaruhi oleh posisi kaolin dari mana diambil seperti ditunjukkan pada Gambar 4.9. Kaolin dari kecamatan Wonotirto (d) berwarna coklat gelap, kaolin (e) berwarna coklat lebih terang dan kaolin

(f) mempunyai warna agak keputih-putihan dengan puncak-puncak difraktogram yang paling mirip dengan kaolin dari Jerman dibandingkan dengan kaolin alam dari daerah Blitar lainnya. Walaupun mempunyai warna fisik yang berbeda, namun ketiga sampel memiliki puncak difraktogram kaolin yang hampir sama. Pola difraksi sinar-X pada Gambar 9(f) menunjukkan intensitas relatif kaolinit yang paling tinggi dengan kandungan kuarsa yang paling rendah jika dibandingkan dengan kaolin Wonotirto lainnya. Dari ciri-ciri fisik dan hasil difraktogram menunjukkan bahwa kaolin dari Wonotirto (f) memiliki kesamaan dengan kaolin dari Jerman. Oleh sebab itu, kaolin dari daerah Wonotirto (Gambar 4.9 (f)) dipilih sebagai material awal untuk sintesis zeolit K-F. Namun, kaolin Wonotirto menunjukkan bahwa masih memiliki banyak pengotor sehingga perlu dimurnikan lebih lanjut yang diharapkan dapat mengurangi sejumlah pengotornya yang dapat mengganggu proses sintesis zeolit K-F dan peningkatan kaolinit sebagai sumber Si dan Al.

Proses pemurnian kaolin alam dari pengotor-pengotornya menggunakan teknik yang sangat sederhana yaitu *aging*. Proses *aging* diharapkan dapat mengurangi sejumlah pengotor yang terdapat di dalam sampel kaolin sehingga didapatkan kaolin yang lebih murni. Kaolin alam Wonotirto setelah mengalami proses pemurnian dapat dibandingkan dengan kaolin Jerman (Gambar 4.10), menunjukkan pengurangan sejumlah pengotor kuarsa dan meningkatnya sejumlah kaolinit. Data difraktogram menunjukkan bahwa semakin banyak dilakukan pemurnian maka didapatkan kaolin dengan pengotor yang semakin berkurang dan sejumlah kaolinit yang bertambah seperti ditunjukkan pada Gambar 4.10.



Gambar 4.10 Pola difraktogram: kaolin Jerman (a), kaolin pemurnian (b) 1 kali, (c) 2 kali, dan (d) 3 kali

Berdasarkan Tabel 4.2, kaolin Wonotirto dengan proses pemurnian bertahap memiliki puncak-puncak difraktogram pada 2θ yaitu 12° dan 25° dengan intensitas relatif kaolinit yang semakin tinggi dan pada puncak 26° dengan intensitas relatif kuarsa yang semakin rendah. Semakin rendah intensitas relatif kuarsa, menunjukkan material kaolin yang paling bagus, yaitu tercapai pada pemurnian tiga kali (Gambar 4.10(d)). Data XRD (Gambar 4.10(d)), menunjukkan bahwa kaolin Wonotirto mempunyai kandungan unsur yang paling sesuai untuk material awal sintesis zeolit K-F karena mempunyai pengotor yang paling sedikit dengan sejumlah kaolinit yang paling besar. Proses pemurnian dipengaruhi oleh lamanya pemeraman sehingga semakin lama pemeraman maka pengotor akan semakin banyak yang mengendap di bawah dan mudah dipisahkan dari kaolinitnya berdasarkan masa jenisnya.

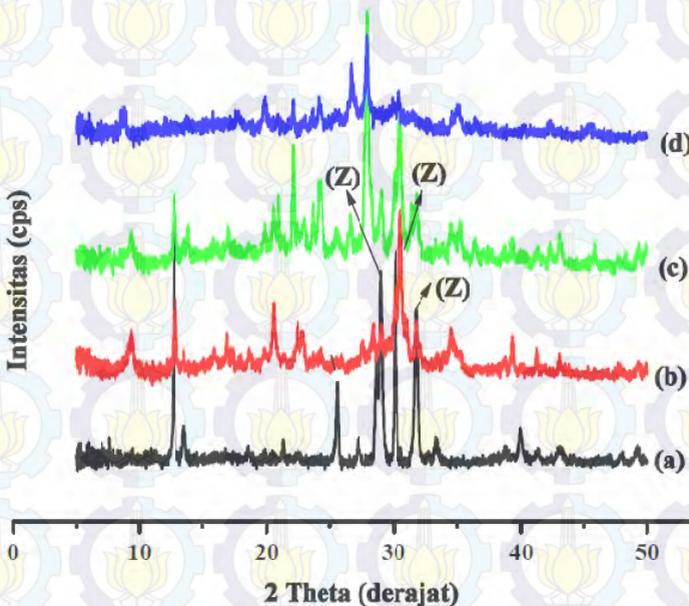
Tabel 4.2 Parameter difraktogram kaolin Wonotirto setelah dimurnikan

Pemurnian 1x		Pemurnian 2x		Pemurnian 3x		Kaolin pembanding	
Puncak (°)	Intensitas Rel. (%)	Puncak (°)	Intensitas Rel. (%)	Puncak (°)	Intensitas Rel. (%)	Puncak (°)	Intensitas Rel. (%)
11,95	17,11	12,22	45,87	12,03	51,31	12,35	51,31
24,28	29,32	24,15	61,33	24,18	56,00	24,84	75,36
25,46	23,41	25,31	53,70	25,53	58,87	24,9	88,38
26,64	100	26,68	76,32	26,64	69,63	26,34	4,06

Metode sintesis zeolit K-F yang digunakan pada penelitian ini didasarkan atas metode yang telah dilaporkan oleh Mackinnon, dkk. (2012). Zeolit K-F dapat disintesis dengan metode hidrotermal pada suhu 200-300 °C selama 7 hari dengan penambahan KCl berlebih (Barrer, dkk., 1970; Barrer dan Munday, 1971). Menurut Mackinnon, dkk. (2010: 2012), zeolit K-F dapat disintesis menggunakan waktu dan suhu yang lebih rendah ($100 \geq X \leq 200$ °C) selama 0,5-64 jam dengan penambahan KOH dan KX, dimana X merupakan golongan halogen. Ketika pada sintesis zeolit K-F ditambahkan KCl dan KOH maka diperoleh padatan zeolit K-F dengan karakteristik paling baik dibandingkan dengan penambahan KX lainnya (Mackinnon, dkk., 2012). Oleh karena itu, pada penelitian ini ditambahkan KCl dengan variasi konsentrasi (0, 1,7, 2,5 dan 3,4 M) pada pembentukan zeolit K-F dengan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 24 dan 48 jam.

Difraktogram hasil sintesis zeolit K-F dengan metode hidrotermal selama 24 jam menggunakan kaolin Wonotirto yang telah dimurnikan tanpa penambahan KCl menunjukkan bahwa zeolit K-F tidak berhasil disintesis seperti ditunjukkan pada Gambar 4.11. Gambar 4.11 juga menunjukkan bahwa difraktogram padatan hasil sintesis selama 24 jam dari kaolin

Blitar dengan penambahan KCl pada variasi 1,7; 2,5 dan 3,4 M tidak memiliki puncak difraktogram dengan intensitas tinggi pada 2θ yaitu 29, 30 dan 31° dan puncak yang dominan pada 12 dan 25° yang merupakan ciri khas dari zeolit K-F. Zeolit K-F mempunyai puncak-puncak difraktogram yang khas pada 2θ yaitu 29, 30, dan 32° (Mackinnon, dkk., 2012; Belver dan Vincent 2006).



Gambar 4.11 Pembentukan zeolit K-F: selama 24 jam (a) zeolit pembanding, (b) penambahan KCl 1,7 M, (c) penambahan KCl 2,5 M, dan (d) penambahan KCl 3,5 M

Puncak-puncak kaolinit dinotasikan dengan “K” dan zeolit K-F dinotasikan dengan “Z”. Selain ketiga puncak yang mencirikan zeolit K-F adalah munculnya puncak-puncak khas pada 2θ yaitu 12 dan 25° (Mackinnon, dkk., 2012). Berdasarkan Tabel 4.3, padatan hasil sintesis selama 24 jam

mempunyai banyak puncak yang tidak beraturan (Gambar 4.11). Hal tersebut menunjukkan bahwa hasil sintesis masih mempunyai banyak pengotor dan zeolit K-F tidak terbentuk.

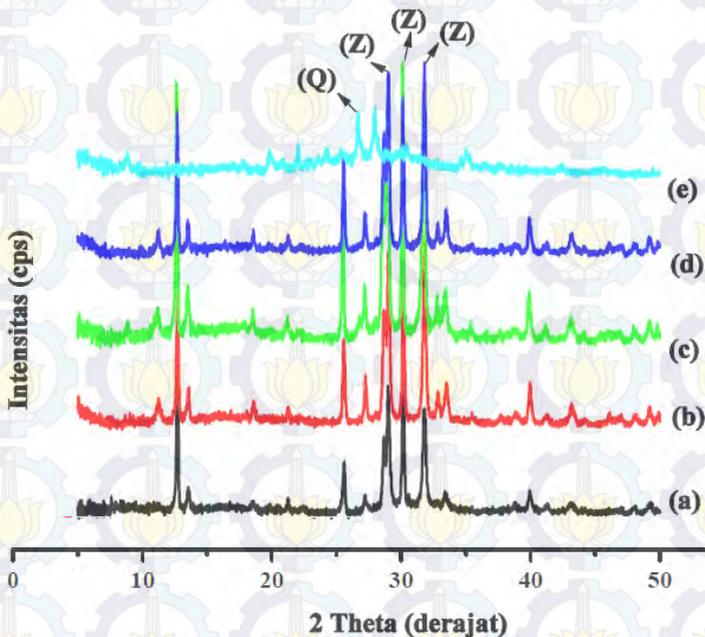
Tabel 4.3 Parameter difraktogram padatan hasil sintesis selama 24 jam

Sampel pembanding	Sampel 1,7M	Sampel 2,5M	Sampel 3,4M
12,74	-	12,87	12,71
25,59	25,53	-	25,58
28,69	-	28,42	-
28,98	-	29,04	29,05
30,17	-	30,15	30,11
31,75	30,45	31,76	32,82

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat disimpulkan bahwa padatan hasil sintesis dengan atau tanpa penambahan KCl selama 24 jam bukan merupakan zeolit K-F. Oleh karena itu, sintesis dilanjutkan dengan metode yang sama namun digunakan waktu kristalisasi selama 48 jam.

Sintesis zeolit K-F dilakukan dengan material awal kaolin Wonotirto dan penambahan KCl dengan variasi konsentrasi 0, 1,7, 2,5 dan 3,4 M, menggunakan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 48 jam. Difraktogram padatan hasil sintesis ditunjukkan pada Gambar 4.12, dan besarnya sudut 2θ dari puncak-puncak utamanya ditunjukkan pada Tabel 4.4. Berdasarkan Gambar 4.12 dan Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa sintesis zeolit K-F berhasil dilakukan dengan penambahan KCl pada variasi konsentrasi 1,7; 2,5 dan 3,4 M, menggunakan kaolin Wonotirto. Zeolit K-F mulai terbentuk pada penambahan KCl 1,7 M, yang ditandai dengan munculnya puncak-puncak zeolit K-F pada 2θ yaitu 29, 30 dan 31°, serta munculnya puncak-puncak pada 2θ yaitu 12

dan 25° dengan kristalinitas yang tinggi pada difraktogram padatan hasil sintesis. Hasil sintesis dengan penambahan KCl 2,5 M berupa padatan dengan puncak kristalinitas zeolit K-F yang paling tinggi dibandingkan dengan penambahan KCl dengan konsentrasi lainnya (Gambar 4.12(c)). Oleh karena itu, zeolit K-F hasil sintesis dengan penambahan KCl 2,5 M kemudian dikarakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi yang terbentuk.



Gambar 4.12 Pola difraktogram sinar-X zeolit K-F hasil sintesis selama 48 jam dengan penambahan KCl: (a) pembanding, (b) KCl (3,4 M), (c) KCl (2,5 M), (d) KCl (1,7 M), (e) KCl (0 M)

Sedangkan padatan hasil sintesis tanpa penambahan KCl menunjukkan puncak-puncak difraktogram yang berbeda

dengan difraktogram zeolit K-F pembanding, sehingga dapat disimpulkan bahwa sintesis zeolit K-F tanpa penambahan KCl tidak berhasil dilakukan seperti ditunjukkan pada Gambar 4.12 (e).

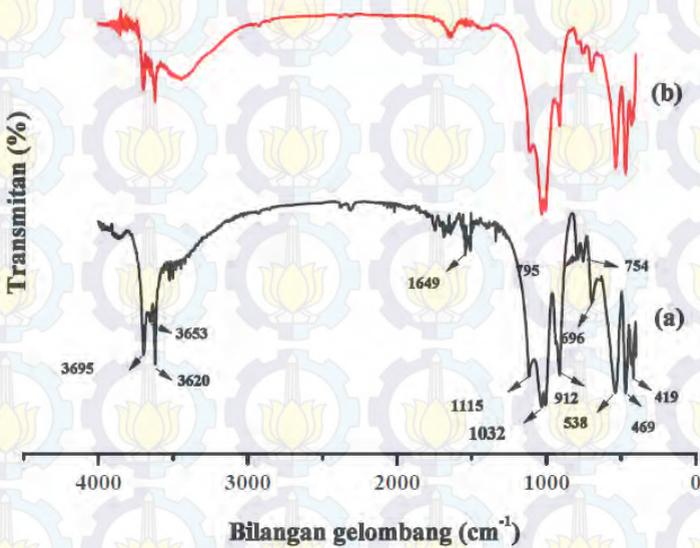
Tabel 4.4 Parameter sintesis zeolit K-F selama 48 jam

Zeolit pembanding	Zeolit K-F 0 M	Zeolit K-F 1,7 M	Zeolit K-F 2,5 M	Zeolit K-F 3,4 M
12,74	-	12,70	12,64	12,73
25,59	25,43	25,57	25,47	25,54
28,69	-	28,65	28,58	28,64
28,98	-	29,00	28,94	29,02
30,17	30,45	30,11	30,09	30,13
31,75	-	31,81	31,77	31,81

4.4 Karakterisasi dengan *Fourier Transform Inframerah* (FTIR)

Vibrasi gugus fungsi padatan hasil sintesis dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah. Menurut Belver dan Vincent (2006), spektra FTIR kaolin dibagi menjadi dua daerah yaitu gugus OH ($4000-3000\text{ cm}^{-1}$ disertai adanya bending H_2O pada daerah 1630 cm^{-1}) dan kristal kaolin pada daerah $1200-300\text{ cm}^{-1}$. Perubahan kaolin sebelum dan setelah dilakukan pemurnian sebanyak tiga kali dapat diamati melalui karakterisasi spektra inframerah pada bilangan gelombang $400-4000\text{ cm}^{-1}$ ditunjukkan pada Gambar 4.13. Kaolin dari Jerman (Gambar 4.13(b)) menunjukkan puncak serapan spektra inframerah yang spesifik pada bilangan gelombang 487, 538, 912, 1007, 1032, 1114, 1649, 3523, 3620 dan 3695 cm^{-1} . Pola serapan spektra inframerah kaolin Jerman ini

menunjukkan kesamaan dengan spektra inframerah dari kaolin yang dilaporkan oleh Belver dan Vincent (2006).



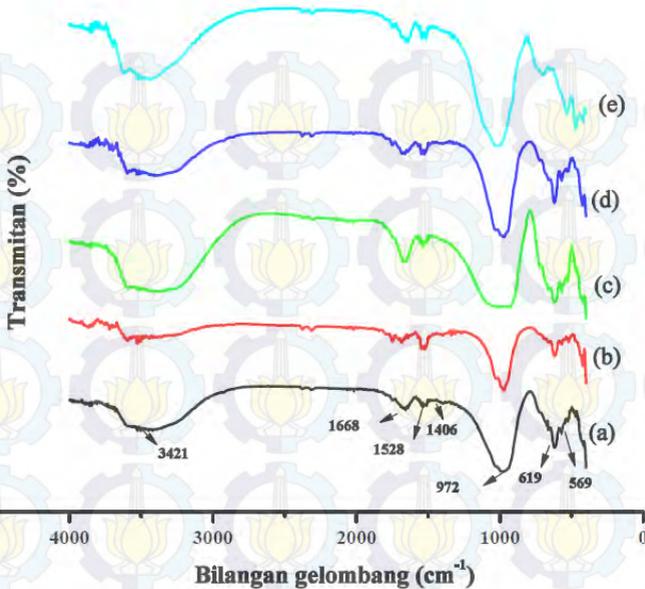
Gambar 4.13 Spektra inframerah sampel kaolin: Jerman (a) dan Wonotirto yang sudah dimurnikan 3 kali (b)

Kaolin Jerman yang digunakan sebagai pembanding merupakan kaolin yang memiliki komposisi yang sesuai dengan kaolin teoritis. Menurut Belver dan Vincent (2006), puncak pada bilangan gelombang 3674 dan 3601 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk pada Al-OH, 3012 cm^{-1} melebar merupakan vibrasi ulur H_2O , 1115 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-O-Si, 1609 cm^{-1} merupakan vibrasi H_2O , 966 cm^{-1} vibrasi Si-OH, 854 cm^{-1} vibrasi Al-O-Al dan 507 cm^{-1} vibrasi Si-O-Si. Menurut Chandrasekhar (1996), adanya puncak pada bilangan gelombang di daerah 538,17 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk

dari ikatan Al-O pada $\text{Al}(\text{O}(\text{OH}))_6$. Puncak pada bilangan gelombang 914 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk dari ikatan (Al-O)-H pada $\text{Al}(\text{O}(\text{OH}))_6$. Sedangkan berdasarkan hasil penelitian Panda, dkk. (2010), puncak pada daerah bilangan gelombang 430, 693, 752, 794, 1035, 1096 dan 1114 cm^{-1} menunjukkan ikatan Si-O pada SiO_4 .

Spektra inframerah dari kaolin Blitar menunjukkan puncak serapan yang spesifik pada bilangan gelombang 469, 536, 698, 912, 1006, 1031, 1111, 1647, 3431, 3620 dan 3701 cm^{-1} seperti pada Gambar 4.13(a). Spektra inframerah dari kaolin Blitar menunjukkan kemiripan pada spektra infra merah dari kaolin pembeding (Gambar 4.13 (b)). Puncak pada bilangan gelombang pada daerah 536 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan Al-O-Si. Puncak pada bilangan gelombang 912 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk ikatan Al-OH-Al. Pada daerah bilangan gelombang 1007 dan 1032 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan tekuk Si-O-Si. Puncak pada bilangan gelombang 1647 cm^{-1} merupakan vibrasi ikatan H-O-H, sedangkan pada bilangan gelombang 3431 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan H-O-H. Puncak pada bilangan gelombang 3620 dan 3701 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ikatan Al-OH, sedangkan pada bilangan gelombang 469, 698 dan 1111 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk ikatan Si-O dari senyawa SiO_4 .

Puncak-puncak karakteristik dari spektra inframerah zeolit K-F (Gambar 4.14) ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 615 cm^{-1} yang merupakan vibrasi TO_4 . Puncak pada bilangan gelombang 985 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk ikatan T-O (TO_4). Puncak pada daerah bilangan gelombang 1440 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ikatan T-O, 1655 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi tekuk ikatan H-O-H, dan bilangan gelombang 3420 cm^{-1} merupakan vibrasi ikatan H-O-H (Belver dan Vincent, 2006).



Gambar 4.14 Spektra inframerah zeolit K-F dengan penambahan KCL pada variasi: (a) Jerman 2,5 M, (b) konsentrasi 3,4 M, (c) konsentrasi 2,5 M, (d) konsentrasi 1,7 M, (e) dan tanpa KCl

Zeolit K-F dari kaolin Wonotirto memiliki kesamaan pola serapan spektra inframerah dengan zeolit K-F pembanding. Spektra inframerah dari padatan hasil sintesis tanpa penambahan KCl tidak menunjukkan adanya serapan vibrasi tekuk pada ikatan T-O(TO_4) seperti pada Gambar 4.14(e). T menunjukkan ikatan Si atau Al yang merupakan sumber utama zeolit K-F.

4.6 Karakterisasi SEM

Morfologi dan perkiraan ukuran kristal zeolit K-F dapat diamati menggunakan *Scanning Electron Microscopy*

(SEM). Pada Gambar 4.15 dapat dilihat agregat kristal dari kaolin yang merupakan pebandingan antara kaolin Wonotirto dan kaolin pembanding dari Jerman. Pada SEM gambar dibentuk oleh elektron yang sangat halus yang difokuskan pada permukaan material. Pembesaran dihasilkan dari perbandingan luas area sampel yang discan terhadap luar area monitor.

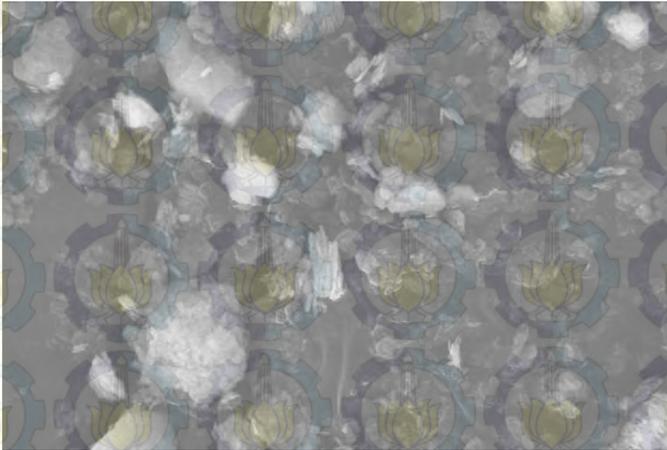
Morfologi dari sampel kaolin Wonotirto dengan pembesaran 10.000 kali ditunjukkan pada Gambar 4.15, yang menunjukkan ukuran yang bervariasi yaitu 1 μm -200 nm, serta berbentuk lempengan yang bertumpuk. Kaolin dari Wonotirto mempunyai kemiripan morfologi dengan kaolin dari Jerman maupun kaolin teoritis menurut Belver dan Vincent (2006) yaitu mempunyai morfologi seperti lembaran yang bertumpuk tidak teratur dengan ukuran yang bervariasi.

Kaolin dari Jerman yang digunakan sebagai kaolin pembanding dalam penelitian ini mempunyai bentuk morfologi lempengan yang bertumpuk dengan ukuran yang bervariasi yaitu 1 μm -200 nm. Kaolin dari Jerman mempunyai kemiripan dengan morfologi dengan kaolin yang dilaporkan oleh Belver dan Vincent (2006) seperti ditunjukkan pada Gambar 2.16.

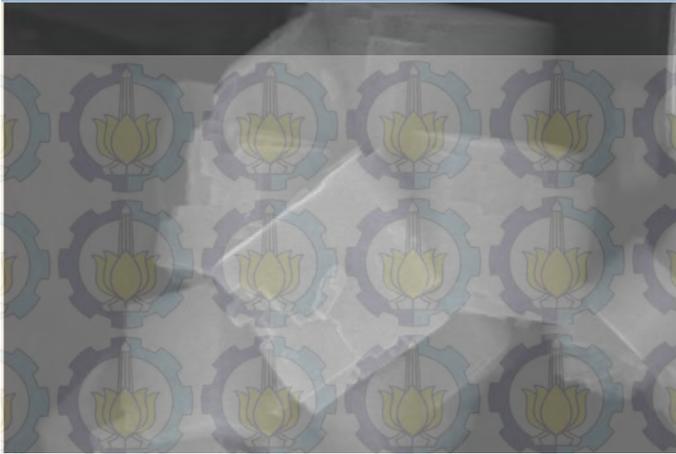
Zeolit K-F yang dianalisis menggunakan SEM adalah hasil sintesis dari kaolin Wonotirto yang sudah dimurnikan sebanyak 3 kali dengan penambahan KCl 2,5 M. Hasil analisis menggunakan XRD dan FTIR menunjukkan bahwa zeolit K-F hasil sintesis dengan penambahan KCl 2,5 M menunjukkan puncak difraksi yang paling tinggi. Morfologi dari zeolit K-F dengan pembesaran 40.000 X (dapat dilihat pada Gambar 4.17), menunjukkan kesamaan dengan morfologi zeolit K-F pembanding dan Zeolit K-F teoritis Belver dan Vincent (2006). Zeolit K-F dari kaolin Wonotirto memiliki morfologi kubus dengan ukuran bervariasi yaitu 1 μm -200 nm yang saling bergerombol.



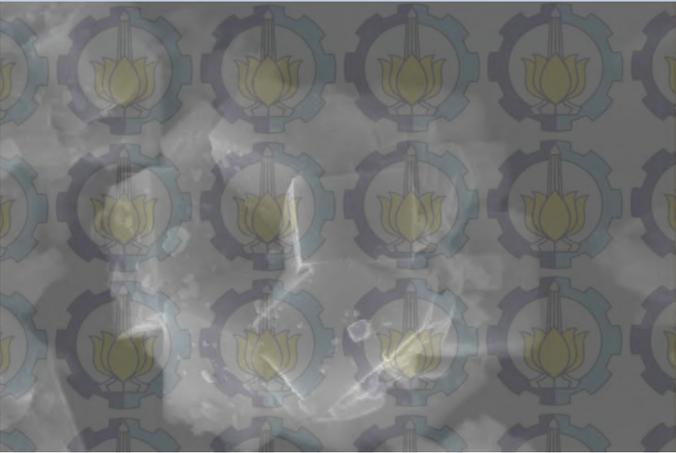
Gambar 4.15 Morfologi kaolin Wonotirto yang sudah dimurniakan sebanyak 3 kali dengan pembesaran 10.000 kali



Gambar 4.16 Morfologi kaolin dari Jerman dengan pembesaran 10.000 kali



Gambar 4.17 Morfologi zeolit K-F dari kaolin Wonotirto dengan pembesaran 40.000 kali



Gambar 2.18 Morfologi zeolit K-F dari kaolin Jerman dengan pembesaran 10.000 kali

Morfologi zeolit K-F pembeding yang disintesis menggunakan kaolin dari Jerman dengan penambahan KCl 2,5 M (ditunjukkan pada Gambar 4.18), dan sama juga dengan morfologi zeolit K-F hasil sintesis oleh Belver dan Vincent (2006). Zeolit K-F memiliki morfologi kubus dengan ukuran bervariasi antara $1\mu\text{m}$ - 200 nm yang bergerombol dan saling bertumpuk.



BAB V

KESIMPULAN

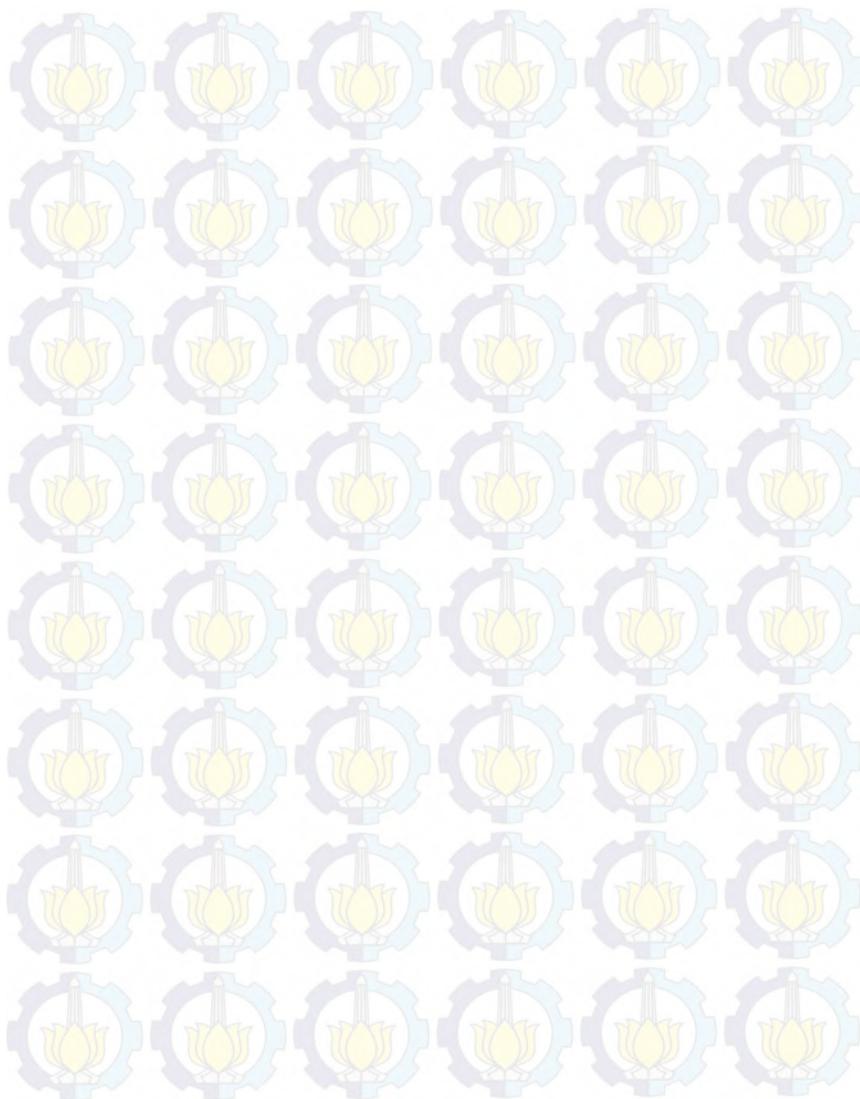
5.1 Kesimpulan

Zeolit K-F telah berhasil disintesis secara langsung dari kaolin kecamatan Wonotirto, kabupaten Blitar dengan penambahan KCl pada variasi konsentrasi 1,7; 2,5 dan 3,4 M dengan metode hidrotermal pada 150 °C selama 48 jam. Terbentuknya zeolit K-F diidentifikasi dari difraktogram padatan hasil sintesis yang memiliki puncak-puncak karakteristik pada $2\theta = 12$ dan 25° serta puncak lain pada $2\theta = 29, 30$ dan 31° . Hasil analisis menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR) menunjukkan bahwa zeolit K-F terbentuk pada sampel dengan penambahan KCl dan waktu kristalisasi 48 jam. Pada penambahan KCl 1,7 M, zeolit K-F mulai terbentuk selama waktu kristalisasi 48 jam, sedangkan tanpa penambahan KCl dan waktu kristalisasi selama 24 jam tidak terbentuk zeolit K-F yang terbentuk. Hasil analisis dengan XRD, FTIR dan SEM menunjukkan bahwa kondisi sintesis paling baik adalah dengan metode hidrotermal pada suhu 150 °C selama 48 jam dengan penambahan KCl 2,5 M.

5.1 Saran

Pada penelitian selanjutnya untuk sintesis zeolit K-F disarankan untuk penambahan konsentrasi KCl yang lebih banyak sehingga dapat diketahui dan dibandingkan terbentuknya kristalinitas padatan zeolit K-F dan menggunakan analisis XRF untuk mengetahui jumlah prosentase komponen penyusun zeolit dan kaolin.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”



DAFTAR PUSTAKA

- Akolekar, D., Alan C., Russel F.H. (1997). The Transformation of Kaolin to Low-Silica X-Zeolite. *Journal zeolite*. vol. 19, hal. 359-365.
- Arifin, M., dan Harsodo. (1990). Zeolit Alam. *Direktorat Jendral Pertambangan Umum, Pusat Pengembangan Teknologi Mineral Bandung*. Bandung.
- Bakri, R., Utari, T., Puspita, I.S. (2008). Kaolin Sebagai Sumber SiO₂ untuk Pembuatan Katalis Ni/SiO₂: Karakterisasi dan Uji Katalis pada Hidrogen Benzena Menjadi Sikloheksana. *Makara Saince*. vol. 12, hal. 37-43.
- Basaldella, E.I., dan Tara, J.C. (1995). Synthesis of LSX Zeolite in Na/K System: Influence of Na/K Ratio. *Journal Zeolite*. vol. 7, hal. 63-66.
- Barrer, R.M., Hinds, L., White, E.A. (1953). The Hydrothermal Chemistry of Silicates. Part III. Reactions of Analcite and Leucite. *Journal of the Chemical Society*. hal. 1466–147.
- Barrer, R.M., Marcilly, C. (1970). Hydrothermal chemistry of silicates. Part XV. Synthesis and nature of some salt-bearing aluminosilicates. *Journal of the Chemical Society (A)*. hal. 2735–274.
- Barrer, R.M., dan Munday, B.M. (1971). Cation Exchange In the Synthetic Zeolite K–F. *Journal of the Chemical Society (A)*, hal. 2914–2920.
- Belver, C. dan Vicente. M.A. (2002). Chemical Activation of a Kaolinite under Acid and Alkaline Condition. *Chemistry Material*. vol. 14, hal. 2033-2034.
- Belver, C. dan Vincent, M.A. (2006). Easy Synthesis of Zeolite K-F from Kaolin, and Characterisation of this Zeolite. *Journal of Chemical Education*. vol. 83, hal. 1541-1542.

- Bekum, H.V., Flanigen, E.M., Jansen, J.C. (1991). *Introduction to Zeolite Science and Practise*. Elsevier. Netherland.
- Breck, D.W. (1974). *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Uses*. John Wiley, New York.
- Breck D,W. (1987). *Handbook of Hydrothermal Technology a Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. Noyes , USA.
- Byrappa, K. dan Yoshimura, M. (2001). *Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*. Noyes Publications, New Jersey, USA.
- Caullet, P., Paillaud, J.L., Simon, M.A., Soulard, M., Patarin, J. (2005). The Fluoride Route: A Strategy to Crystalline Porous Materials. *Comptes Rendus Chimie*, vol. 8, hal. 245-26.
- Cejka J. (2005). *Hydrothermal Technology*. Nova Science Publisher. USA.
- Chal, R., Corine, G., Metin, B., Sander Van D. (2011) Overview and Industrial Assessment of Synthesis Strategies Towards Zeolites with Mesopores. hal. 67-81.
- Chandrasekhar, S. (1998). Influence of Metakaolinization Temperature on the Formation of Zeolite 4A from Kaolin. *Clay Minerals* vol. 31, hal. 253-26.
- Cheetam, D.A. (1992). Solid State Compound, *Oxford university press*. hal. 234-237.
- Christensen, A.N., dan Fjellvag, H. (1997). Crystal Structure Determination of Zeolite N from Synchrotron X-ray Powder Diffraction Data. *Acta Chemica Scandinavica*. vol. 51, hal. 969–973.
- Christensen, A.N. dan Fjellvag, H. (1999). Neutron Powder Diffraction Study of the Dehydration Of Zeolite N. *Acta Chemica Scandinavica*. vol. 53, hal. 85–89.

- Duta, K. (2000). *Hand Book of Zeolite Science and Technology*. The Ohio State University.
- Ekosse, G.E. (2005). Fourier transform infrared spectrophotometry and x-ray powder diffractometry as complementary technique in characterizing clay size fraction of kaolin. *Journal Applied Science Enviromental*. vol. 9, hal.43-48.
- Erdem, E.N. dan Karapinar, R.D. (2004). The Remove of Heavy Metal Cations by Natural Zeolites, *Journal of Colloid and Interface Science*. vol. 280. hal. 309–314.
- Ewing, G.W. (1985). *Instrumental Methods of Chemical Analysis*. Mc Graw-Hill, USA.
- Flanigen. (1981). *Synthesis of Nanopartikel*. Springer. Boston.
- Ghosh, S.K., Subrata, K., Mandhuri, M., Tarasankar, P. (2002). Silver and Gold Nanocluster Catalyzed Reduction of Methylene Blue by Arsine in a Micellar Medium: *Langmuir*, vol. 1, hal. 8756-8760.
- Guth, J.L., Kessler, H., Wey, R. (1986). New Developments in Zeolite Science and Technology. *Proceedings of the 7th International Zeolite Conference*, Tokyo.
- Harben, P.W. dan Kuzvart, M. (1996). *Industrial Mineral: A Global Geology*, Industrial Minerals Information Ltd, *Metal Buletin PLC*, London. hal. 445-450.
- Hardjanto, S. (1987). Lempung Zeolit, Dulomit dan Magnesit: Jenis, Sifat Fisik, Cara Terjadinya dan Cara Penggunaannya. *Departemen Pertambangan dan Energy*, Jakarta.
- Hay, R.L. (1966). Zeolites and zeolitic reactions in sedimentary rocks. *Dept. Geology and Geophysics*. University of California, Berkeley. California.
- Howell, P.H., (1961). *US Patent*. vol. 3, hal. 114-603.
- Ismunandar, Hunter, B. A. and Kennedy, B. J. (2012). Cation Disorder in Ferroelectric Aurivillius phase $\text{PbBi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$: an anomalous dispersion X-ray.

- Jana, Suman.K., Reichi, N., Kazuya, S., Tsuyoshi, K., Seitaro N. (2000). Pore Size Control of Mesoporous Molecular Sieves Using Different Organic Auxillary Chemicals. *Microporous and Mesoporous Materials*. vol. 68, hal. 133-143.
- Kazemimogha dan Mohammad, T. (2011). Preparation of Nano Pore Hydroxysodalite zeolite Membranes Using of Kaolin Clay and Chemical Sources. *Desalination*, vol. 278, hal. 438-442.
- Kuronen. M, Weller. M, Townsernd. R, dan Harjular. R. (2006). Ion Exchange Selectivity and Struktural Changes in Higly Aluminous Zeolite. *React. Funct.* vol .66, hal. 1350-1361.
- Lidyawati. (2012). Studi Reaksi O-Metilasi Eugenol dengan Metanol Menggunakan Katalis Zeolit KNaX. *Skripsi*. UI.
- Lefrond, S.J. (1983). Industial Mieraland Rock (Nonmaterial Other Than Fuels) *AIME. Inc*, Yew York. Vol. 2, hal. 139-143.
- Lestari, D.Y. (2010). Kajian Modifikasi dan Karakterisasi Zeolit Alam dari Berbagai Negara, *Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia 2010*. UNY.
- Mackinnon, I.D.R., Barr, K., Miller, E., Hunter, S., Pinel, T. (2003). Nutrient Removal From Wastewaters Using High Performance Materials. *Water Science and Technology*. vol. 47 , hal. 101–107.
- Mackinnon, I.D.R., Miller, G. J., Stolz, W. (2006). Aluminosilicates of zeolite N structure. *US Patent* 10552021.
- Mackinnon, I.D.R., Miller, G.J., Stolz, W. (2010). Low Temperature Synthesis of Zeolite N from Kaolinites and montmorillonites. *Applied Clay Science*. vol. 41, hal. 433-439.

- Mackinnon, I.D.R., Graeme J. Millar, Wanda, Stolz. (2012). Hidrotermal Syntheses of Zeolite N From Kaolin. *Applied Clay Science*. vol. 58, hal. 1-7.
- Mahadillah, F.A dan Ardian P. (2013). Pemanfaatan Batu Apung Sebagai Sumber Silika Dalam Pembuatan Zeolit Sintesis. FMIPA . Jurusan Fisika. UAM.
- Mignoni, L.M., Petkowicz, I. D., Machado, F.R.C.N., Pergher, B.C.S. (2008). Synthesis of Mordenite Using Kaolin as Si and Al Source. *Applied Clay Science* vol. 41, hal. 99-104.
- Murat. A., Abdulkerim. K., Orhan, A., Yuda, Y. (2006). Removal of Silver (I) from AQUEOUS Solution with Clinoptilolite, *Journal Microporous and Mesoporous Material*. hal. 94-104.
- Murray, H., Bundy, W., Harvey, C. (1993). *Kaolin Genesis and Utilization, Specialist Publication 1, The Clay Mineral Society*. Boulder Co, USA.
- Murray, H.H. (2000). Traditional and New application for Kaolin, smectite, and Palygorskite: a general Overview. *Applied Clay Science*. vol. 17, hal. 207-221.
- Murray, H.H. (2007). *Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays*. Elsevier's Science & Technology Right Department in Oxford, UK.
- Niwa, M., Katada, N., Okumura, K. (2010). *Characterization and Design of Zeolite Catalysts*. Springer, Berlin.
- Perego, C., dan Villa P. (1997). "Catalyst Preparation Methods". *Catalysis Today*, 34, 281-305
- Parikesit, dan Setiawan, E. (2004). *Pembuatan Zeolit dari Kaolin dan Aplikasinya sebagai Penyaring Beberapa Kelas Molekul Hidrokarbon*. FMIPA UI.
- Park, N.G., Schlichthorl, J., Van de Lagemaat, H.M., Cheong, A. Mascarenhas, A.J., Frank. (2004). *Morphological*

and Photo Electro Chemical Characterization of Core-Shell Nanoparticle Film for Dye-Sensitized Solar Cells: Zn-O Type Shell on SnO₂ and TiO₂ Cores, Langmuir., vol. 20, hal. 4246-4253.

Pasaribu, K.A. (2011). Efek Komposisi Zeolit-Serbuk Kayu dan Suhu Sintering Terhadap Karakteristik Dalam Pembuatan Keramik Berpori Dengan Menggunakan PVA Sebagai Perekat, *Respository Universitas Sumatera Utara*. Medan.

Pusat Data dan Informasi Energi dan Sumber Daya Mineral. (2011). Indikator Energi dan Sumber Daya Mineral Indonesia.

Rahmatullah, Dwi. K.A, Gitandra. W, Nugroho P.A. (2007). Pembuatan Adsorben dari Zeolite Alam dengan Karakteristik Adsorption Properties untuk Kemurnian Bioetanol. Bandung: Program Studi Teknik Fisika. Fakultas Teknologi Industri. ITB.

Racozy, R.A. (2004). Hydrothermal synthesis Ausgewahlter Zeolite and Thre Characteristic Durch Adsorpsi. Netherland: Institute Fur Technic Chemistey der University Stuttgart.

Ratnasari, D. (2009). Tugas Kimia Fisik X-Ray Diffraction (XRD). Surakarta: Universitas Sebelas Maret Surakarta.

Rianto, A.F. (2007). Study Reaksi Katalitik O-metilasi Fenol dan Metanol Menjadi Amisol dengan Menggunakan Katalis Zeolit X Dalam Fasa Cair. Depok: Departemen Kimia UI.

Rini, D.K., dan Fendy A.L. (2010). Optimasi Aktiviasi Zeolit Alam Untuk Dehumidifikasi, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro, Semarang.

Rohatin. (2011). Modifikasi Zeolit Klinoptilolit dengan Nanopartikel Au dan Ligan Asam 3-Merkaptopropanoat Serta Aplikasi Sebagai Adsorben Ion Logam Berat. *Skripsi*. UI.

- Ruren Xu, Wenqin, P., Jihong Yu, Qiseng H. (2007). *Chemistry of Zeolites and Related Porous Material: Synthesis and Strukrure*, Singapore: John Wiley and Sons (Asia) Pte LTD.
- Salla, T. dan Montanari, G.B. (2007). *Microporous and Mesoporous Materials*. vol. 109, hal. 216–222.
- Saputra, R. (2006). *Pemanfaatan Zeolit Sintetis Sebagai Alternatif Pengolahan Limbah Industri*, 23 Januari 2006.
- Saryono. (2006). *Ulasan pertambangan bahan galian industri propinsi Jawa Timur tahun 1980- 1990*. Laporan.
- Scoot, C.F. (1993). *Simpon silica, gel and Bonded Phases*, Department of Chemistry, University of London.
- Setiadi dan Astri, P. (2007). *Preparasi dan Karakterisasi Zeolit Alam Uuntuk Konversi Senyawa ABE Menjadi Hidrokarbon*. Departemen Teknik Kimia, UI.
- Sunatinrtiyas, S., (2008). *Potensi Zeolit ebagai Pembawa Agen Mikroba dan Adsorben di Bidang Kedokteran Gigi*. Bagian Material Kedokteran gigi. FKG, UGM. 2008. vol. 23, hal. 45-52.
- Thompson, J.G., Mackinnon, I.D.R., Gabbitas, N., Khoun, S. (1999). *Kaolin Derivatives*. *US Patent* 5,858,081.
- Thornton, A., Pearce, P., Parsons, S.A. (2007a). *Ammonium removal from digested sludge liquors using ion exchange*. *Water Research* vol. 41, hal. 433–439.
- Tuan, V.U., John, L.F., Ricard, D.N. (1999). *Alkali ZSM-5 Membrane: Preparation Conditions and Separation Performance*, *Ind.Eng.Chem.* vol. 38, hal. 3635-3646.
- Umah S. (2010). *Kajian Penambahan Abu Sekam Padi dari Berbagai Suhu Pengabuan Terhadap Plastisitas Kaolin*, *Skripsi*. Malang: Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Vesely D., KalendovaA., Manso, M.V. (2012). “*Properties of Calcined Kaolins in Anticorrosion Paints Depending on PVC, Chemical Composition and Shape of*

Particles". *Progress in Organic Coating*, vol. 74, hal. 82– 91.

Weitkamp, J., dan Puppe, L. (1999). "*Catalysis and Zeolites Fundamentals Application*". Germany.

West, A.R., (1984). *Solid State Chemistry and Its Applications*. 1st Edition. John Willey & sons, New York. Hal 121-123.

Zwingmann, N., Singh, B., Mackinnon, I.D.R., Gilkes, R.J. (2009). Zeolite From Alkali Modified Kaolin Increases NH_4^+ Retention by Sandy Soil: Column Experiments. *Applied Clay Science*. vol 46, hal. 7–12

Zwingmann, N., Mackinnon, I.D.R., Gilkes, R.J. (2011). Use of a Zeolite Synthesized From Alkali Treated Kaolin as a K Fertilizer: Glasshouse Experiments on Leaching and Up take of K by Wheat Plants in Sandy soil. *Applied Clay Science*. vol.53, hal. 684–690

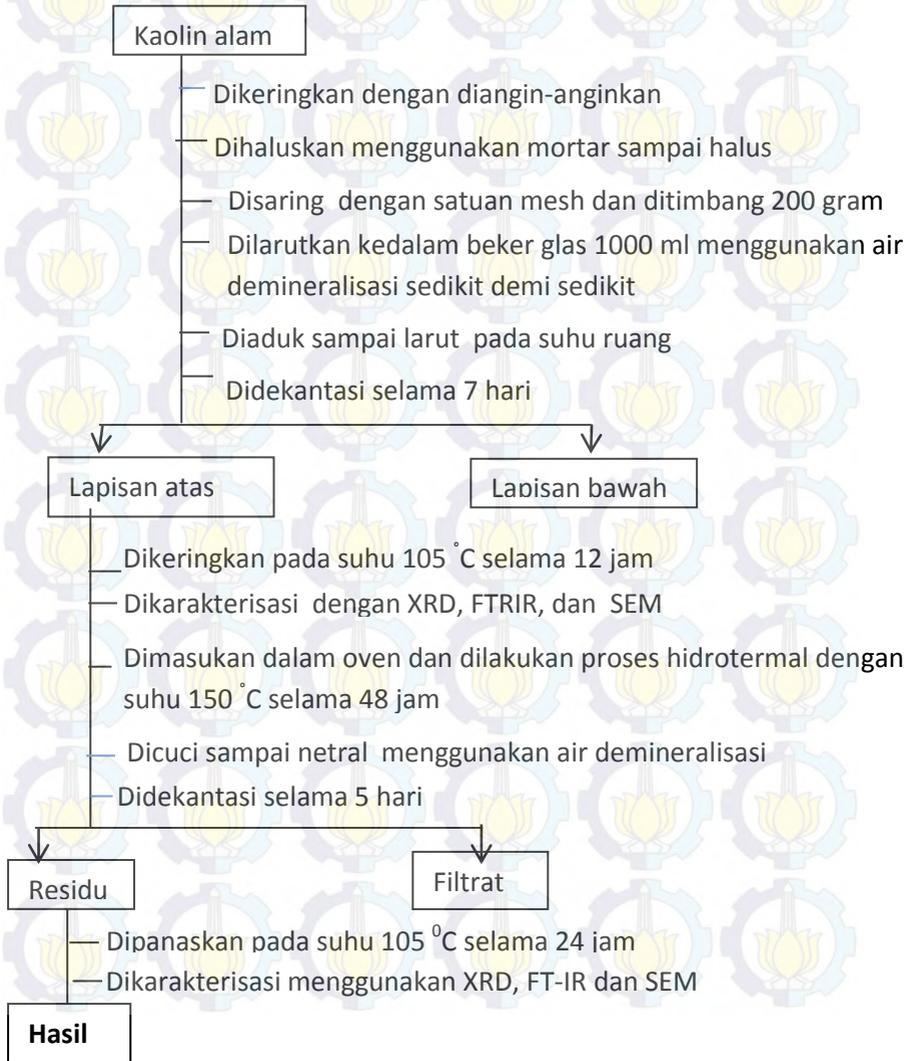
<http://wikis.lib.ncsu.edu/index.php/Zeolite>. 4 juni 2014. Pk. 20.00.

[http://orybun.blogspot.com/2009/05/prinsip-dasar-spekstroskopi difraksi.html](http://orybun.blogspot.com/2009/05/prinsip-dasar-spekstroskopi-difraksi.html). Diakses pada tanggal 16 November 2013.

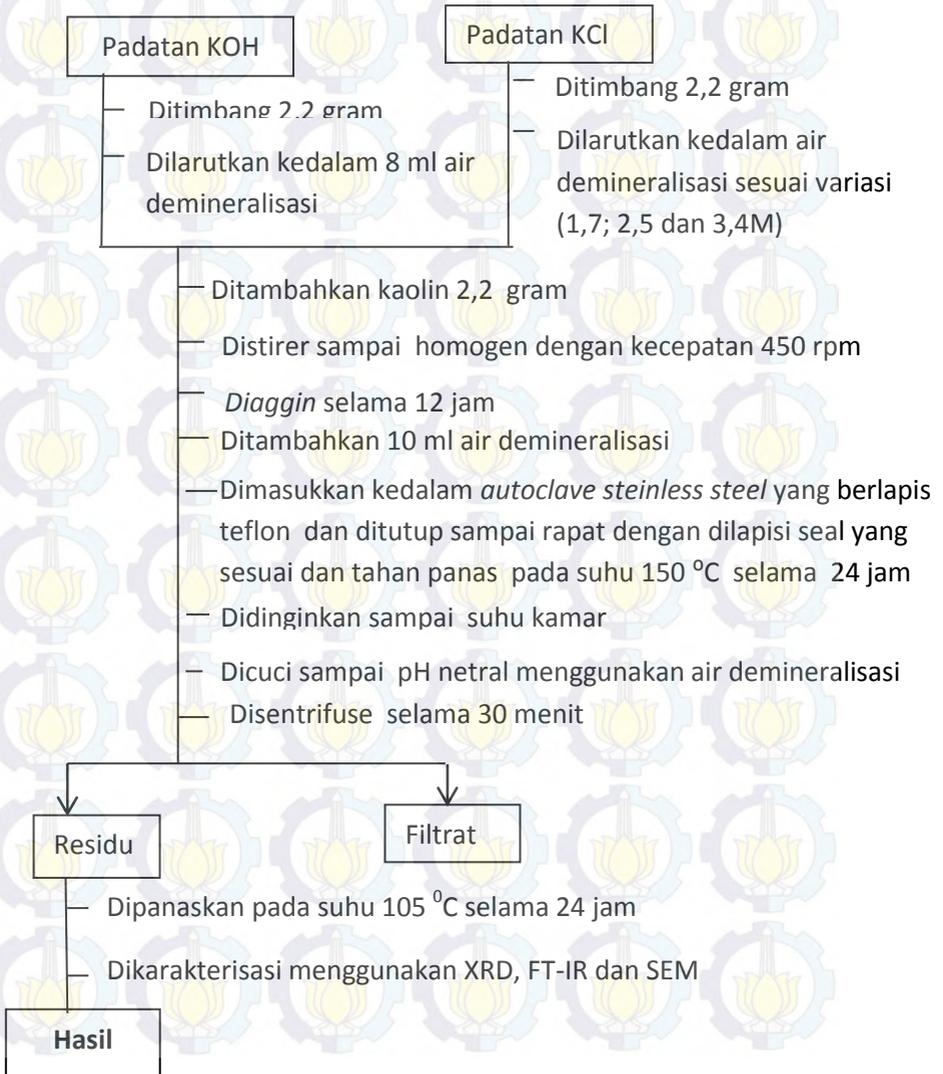
LAMPIRAN

LAMPIRAN A

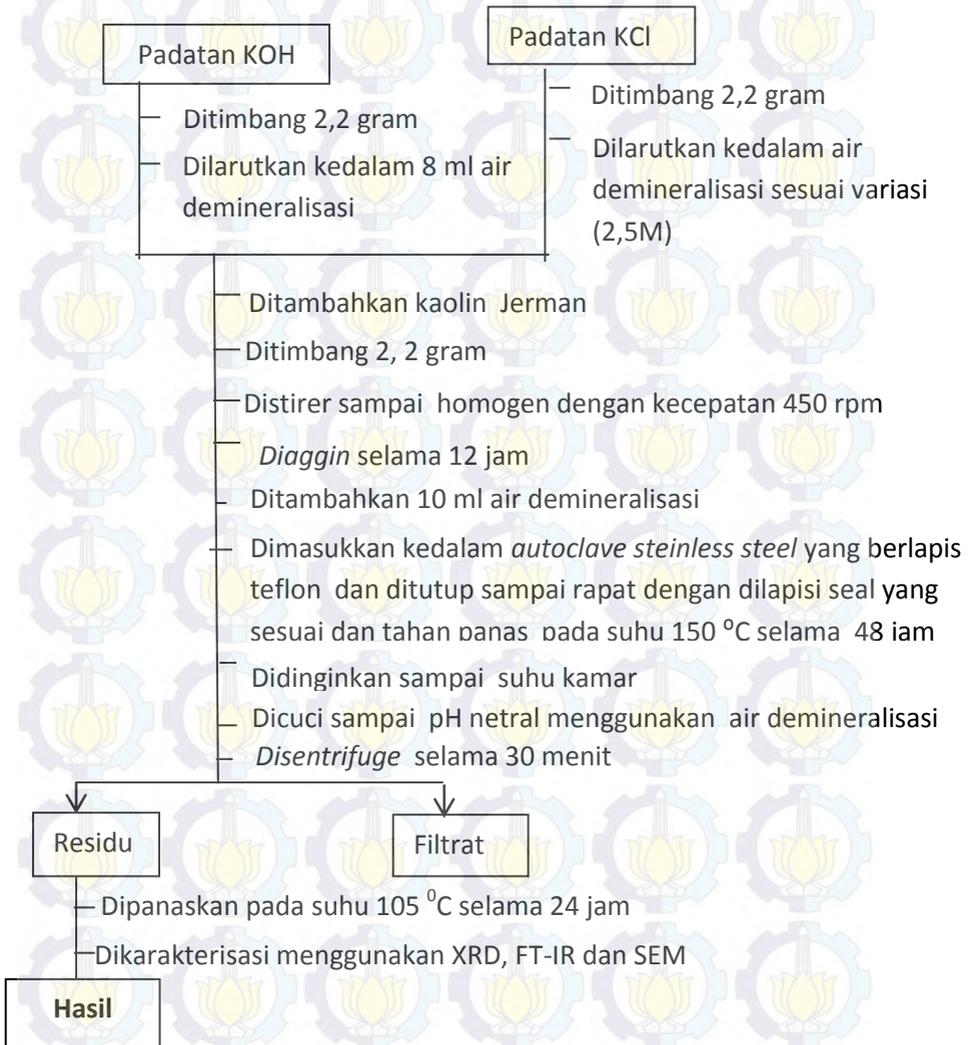
A.1 Pemurnian Kaolin Alam



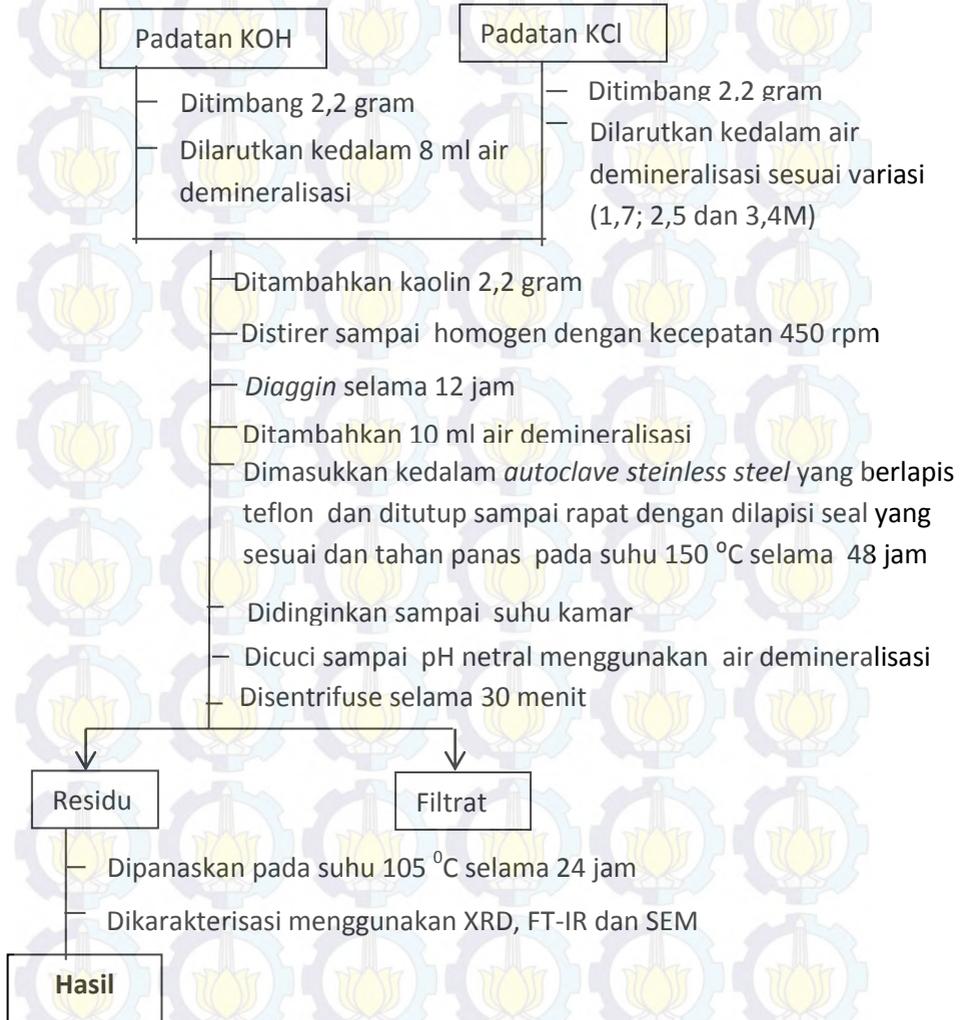
A.2 Sintesis Zeolit K-F dengan Penambahan Larutan KCl yang divariasi (1,7M; 2,5M; 3,4M) Selama 24 jam



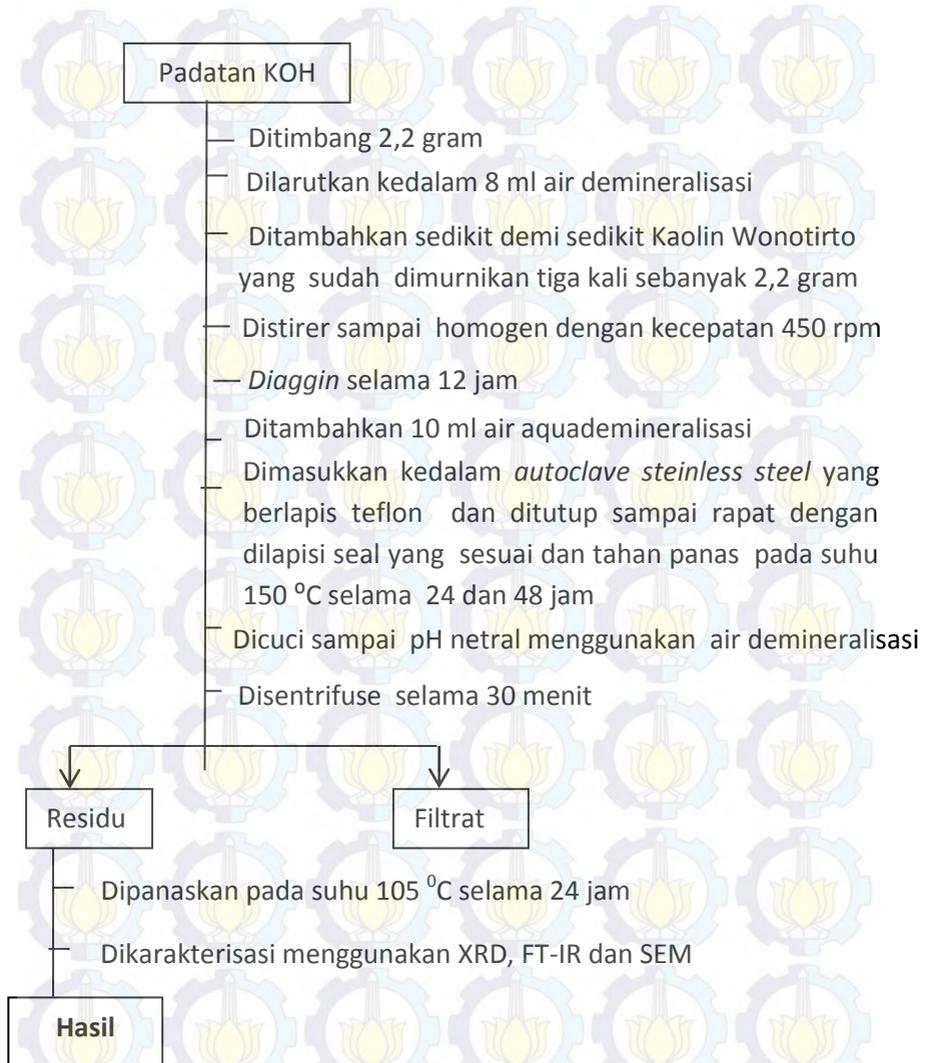
A.3 Sintesis Zeolit K-F Pemanding dengan Penambahan KCl 2,5 M selama 48 jam



A.4 Sintesis Zeolit K-F dengan Penambahan KCl yang Divariasi Konsentrasinya Selama 48 jam



A.5 Sintesis Zeolit K-F Tanpa Penambahan KCl



LAMPIRAN B: PERHITUNGAN

- Bahan yang digunakan dalam sintesis Zeolit K-F antara lain:
 - i) Kaolin Blitar
 - ii) KOH
 - iii) KCl
 - iv) Air demineralisasi (H₂O)
- Komposisi pada masing-masing bahan tersebut:

B.1 Membuat Larutan KOH dengan Konsentrasi 5,3 M

Perbandingan Kaolin: KOH:KCl= 1:1:1

i) KOH = 2,2 gram

ii) KOH = 2,2 gram

$$\begin{aligned} \text{Mr KOH} &= \text{Ar K} + \text{Ar O} + \text{Ar H} \\ &= 39 + 16 + 1 \\ &= 56 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} V \text{ (liter)} &= n \text{ (mol)} : M \text{ (Molaritas)} \\ &= \text{masa (gram)} / \text{mr} \times 1 / M \\ &= 2,2 \text{ gram} / 56 \times 1 / 5,3 \text{M} \\ &= 0,0075 \text{ L} \\ &= 7,5 \text{ mL} \end{aligned}$$

B.2 Membuat larutan KCl dengan Variasi Konsentrasi

iii) KCl = 2,2 gram

iv) KCl = 2,2 gram

$$\begin{aligned} \text{Mr KCl} &= \text{Ar K} + \text{Ar Cl} \\ &= 39 + 35,5 \\ &= 74,5 \end{aligned}$$

$$V \text{ (liter)} = n \text{ (mol)} : M \text{ (Molaritas)}$$

$$\text{Molaritas KCl} = 1,7 \text{ M}$$

$$\begin{aligned} &= \text{masa (gram)} / \text{mr} \times 1/\text{M} \\ &= 2,2 \text{ gram} / 74,5 \times 1 / 1,7\text{M} \\ &= 0,0175 \text{ L} \\ &= 17,5 \text{ ml} \end{aligned}$$

v) $\text{KCl} = 2,2 \text{ gram}$

$$\text{Molaritas KOH} = 2,5 \text{ M}$$

$$\begin{aligned} \text{Mr KCl} &= \text{Ar K} + \text{Ar Cl} \\ &= 39 + 35,5 \\ &= 74,5 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{V (liter)} &= n \text{ (mol)} : \text{M (Molaritas)} \\ &= \text{masa (gram)} / \text{mr} \times 1/\text{M} \\ &= 2,2 \text{ gram} / 74,5 \times 1 / 2,5\text{M} \\ &= 0,012 \text{ L} \\ &= 12 \text{ ml} \end{aligned}$$

vi) $\text{KCl} = 2,2 \text{ gram}$

$$\text{Molaritas} = 3,4 \text{ M}$$

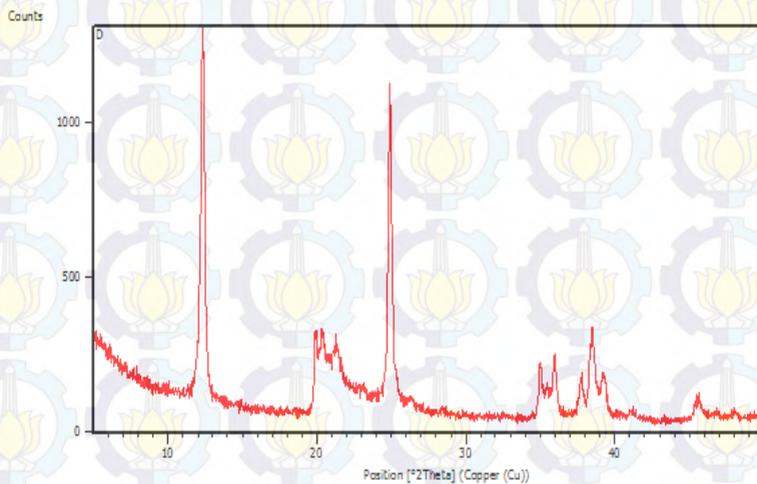
$$\begin{aligned} \text{Mr KCl} &= \text{Ar K} + \text{Ar Cl} \\ &= 39 + 35,5 \\ &= 74,5 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{V (liter)} &= n \text{ (mol)} : \text{M (Molaritas)} \\ &= \text{masa (gram)} / \text{mr} \times 1/\text{M} \\ &= 2,2 \text{ gram} / 74,5 \times 1 / 3,4\text{M} \\ &= 0,009 \text{ L} \\ &= 9 \text{ ml} \end{aligned}$$

LAMPIRAN C : DATA KARAKTERISASI

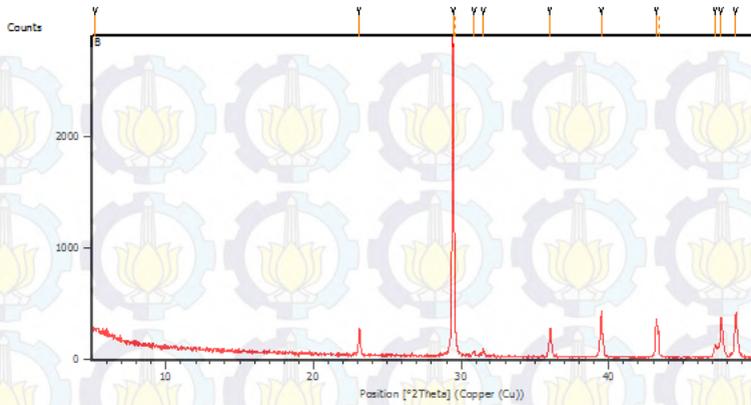
1. XRD

C.1 Pemurnian kaolin Blitar



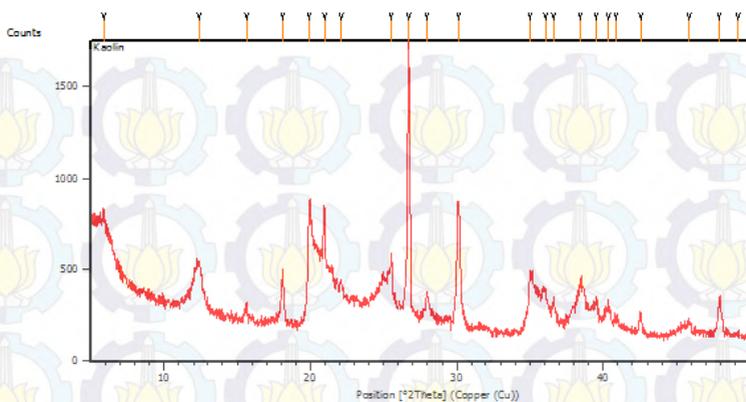
Kaolin Jerman

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1492	65.47	0.2007	17.16235	5.48
12.3513	1195.62	0.1506	7.16636	100.00
19.8592	246.97	0.1004	4.47081	20.66
20.3491	252.20	0.1673	4.36426	21.09
21.3193	218.59	0.2676	4.16779	18.28
23.0419	80.93	0.4015	3.85996	6.77
24.8405	901.00	0.1020	3.58145	75.36
24.9106	1056.73	0.0836	3.57448	88.38
26.3407	48.58	0.2676	3.38357	4.06
35.0104	181.08	0.1673	2.56302	15.15
35.9499	197.10	0.0836	2.49817	16.48
37.7211	133.64	0.1673	2.38484	11.18
38.4976	285.41	0.3346	2.33851	23.87
39.3332	131.84	0.3011	2.29073	11.03
41.1668	26.02	0.2676	2.19284	2.18
45.5073	58.69	0.4684	1.99327	4.91
48.0572	20.73	0.2007	1.89330	1.73



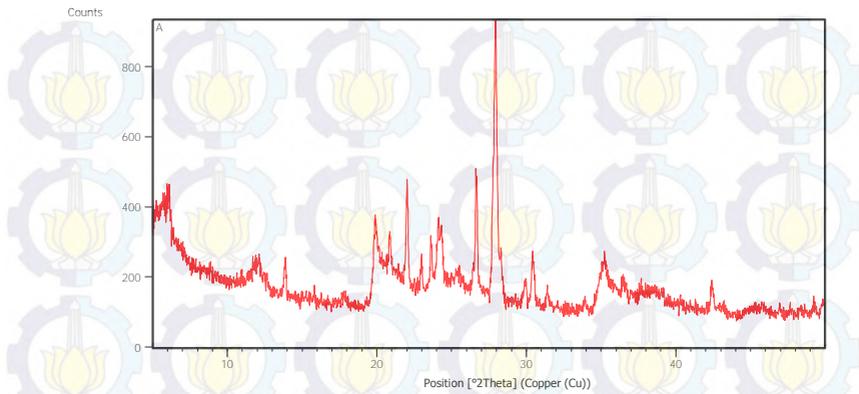
Kaolin Kademangan

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2446	95.46	0.6691	16.85029	3.32
23.1008	236.37	0.1171	3.85025	8.22
29.4564	2874.24	0.1020	3.02988	100.00
29.5399	1656.01	0.0408	3.02901	57.62
30.8711	41.03	0.2040	2.89418	1.43
31.5223	58.56	0.0612	2.83586	2.04
36.0040	230.00	0.2040	2.49247	8.00
39.4662	395.75	0.1224	2.28142	13.77
43.2181	339.30	0.1020	2.09166	11.80
43.3567	186.99	0.0612	2.09048	6.51
47.2044	117.68	0.1428	1.92390	4.09
47.5908	351.47	0.1428	1.90918	12.23
48.5858	377.74	0.1020	1.87238	13.14



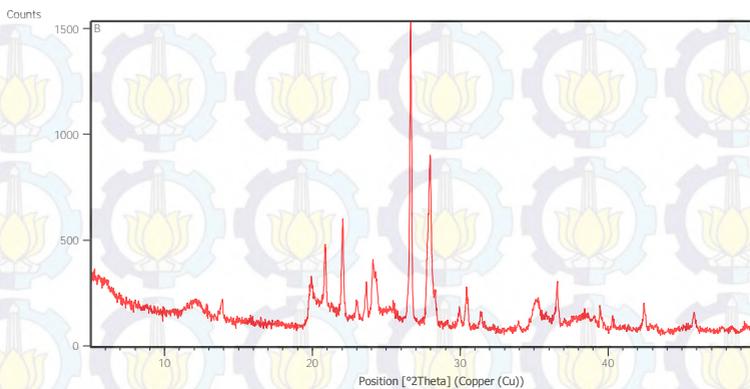
Kaolin Bakung

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.8934	365.07	0.2007	14.99669	24.86
12.3881	246.22	0.4015	7.14517	16.76
15.6189	92.32	0.1673	5.67371	6.29
18.1030	301.39	0.1506	4.90038	20.52
19.9414	662.43	0.2007	4.45255	45.10
20.9519	549.77	0.1004	4.24004	37.43
22.0873	158.25	0.1338	4.02458	10.77
25.5632	242.60	0.1004	3.48469	16.52
26.7384	1468.76	0.1004	3.33415	100.00
27.9735	136.22	0.0836	3.18967	9.27
30.1188	643.84	0.1673	2.96719	43.84
35.0379	332.62	0.2342	2.56107	22.65
36.0540	241.21	0.3011	2.49119	16.42
36.5909	195.59	0.1171	2.45586	13.32
38.4574	271.77	0.2342	2.34086	18.50
39.5286	188.66	0.1338	2.27986	12.85
40.3691	149.18	0.2676	2.23431	10.16
40.8961	91.46	0.2007	2.20673	6.23
42.5533	114.05	0.1338	2.12454	7.77
45.8894	77.37	0.2007	1.97756	5.27
47.9273	188.14	0.1673	1.89813	12.81
49.2105	10.67	0.4015	1.85160	0.73



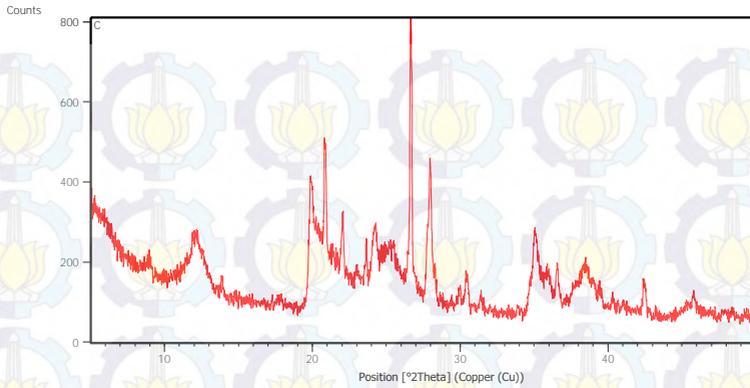
Kaolin Wonotirto (a) Coklat Tua

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
6.1167	200.57	0.2342	14.44982	24.39
11.9697	64.93	0.8029	7.39401	7.90
13.8872	84.88	0.1004	6.37706	10.32
17.7781	21.39	0.3346	4.98919	2.60
19.8625	233.85	0.1673	4.47007	28.44
20.8447	194.41	0.0836	4.26161	23.64
22.0089	344.01	0.1004	4.03874	41.84
22.9879	128.45	0.1338	3.86892	15.62
23.6422	186.96	0.1338	3.76330	22.74
24.1108	249.96	0.0836	3.69121	30.40
24.3297	229.97	0.1004	3.65850	27.97
25.4965	99.06	0.5353	3.49365	12.05
26.6492	348.57	0.1338	3.34510	42.39
27.9350	822.27	0.1338	3.19398	100.00
28.3077	163.21	0.1004	3.15278	19.85
29.9625	83.01	0.1338	2.98232	10.09
30.4201	150.32	0.1673	2.93849	18.28
31.3946	56.82	0.1338	2.84946	6.91
33.9015	21.87	0.2007	2.64428	2.66
35.2247	126.05	0.4684	2.54792	15.33
36.5431	45.25	0.2676	2.45897	5.50
42.3922	83.26	0.1673	2.13225	10.13
49.2532	22.81	0.1673	1.85009	2.77



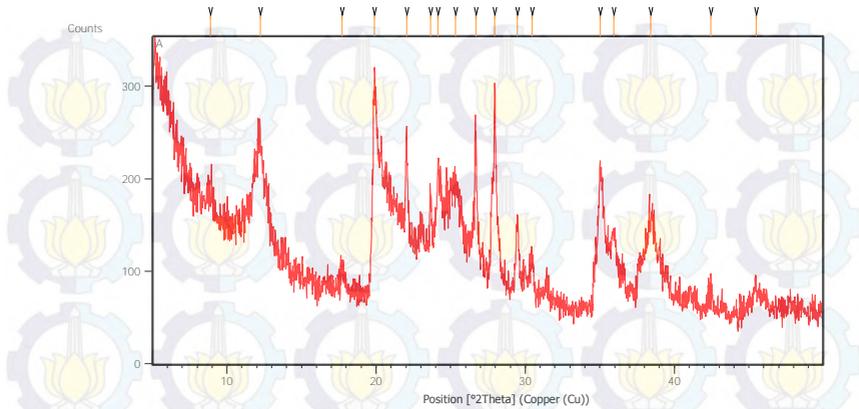
Kaolin Wonotirto (b) Coklat

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.1992	66.03	0.9368	7.25538	4.53
13.9239	88.69	0.1171	6.36034	6.08
19.9591	204.45	0.2342	4.44865	14.03
20.8804	378.34	0.1004	4.25441	25.96
22.0473	493.61	0.1004	4.03181	33.87
23.0231	116.18	0.1338	3.86307	7.97
23.6595	208.57	0.0836	3.76059	14.31
24.0986	324.40	0.1338	3.69305	22.26
24.3202	233.99	0.1004	3.65991	16.05
25.4853	115.46	0.1004	3.49516	7.92
26.6530	1457.58	0.1338	3.34464	100.00
27.9709	821.11	0.1338	3.18996	56.33
28.3293	175.80	0.1004	3.15042	12.06
29.0861	34.51	0.2007	3.07014	2.37
29.9558	104.93	0.1338	2.98297	7.20
30.4642	157.00	0.2007	2.93434	10.77
31.4107	79.27	0.1338	2.84804	5.44
33.9487	35.12	0.2007	2.64071	2.41
35.2156	142.91	0.4015	2.54855	9.80
36.5629	218.90	0.0502	2.45768	15.02
38.4316	75.90	0.4015	2.34237	5.21
39.4676	102.78	0.0669	2.28324	7.05
40.2848	65.30	0.0669	2.23879	4.48
42.4278	135.22	0.0669	2.13054	9.28
45.8020	83.80	0.1673	1.98113	5.75
48.3744	18.37	0.2007	1.88162	1.26
49.3157	28.81	0.2007	1.84789	1.98



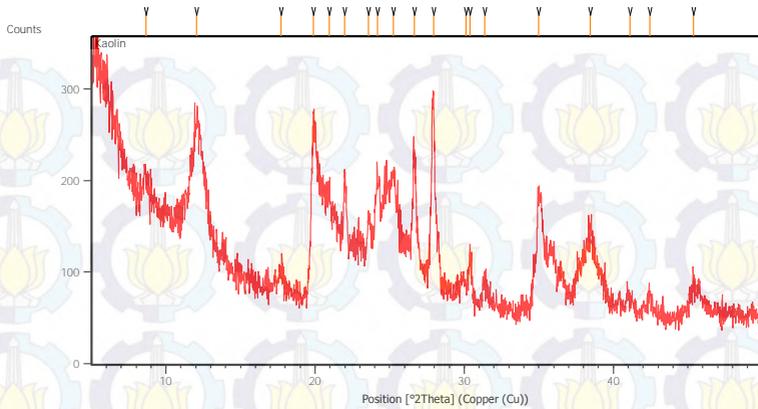
Kaolin Wonotirto (c) Putih Tulang

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.0187	34.49	0.2007	9.80561	4.73
11.9575	124.77	0.4015	7.40152	17.11
13.9076	46.78	0.1338	6.36775	6.41
17.8299	19.70	0.3346	4.97480	2.70
19.8563	329.21	0.0836	4.47145	45.14
20.8199	429.54	0.0816	4.26310	58.89
20.9045	399.17	0.0612	4.25658	54.73
22.0626	239.95	0.1428	4.02570	32.90
23.0141	103.02	0.2448	3.86137	14.12
23.6603	158.61	0.1632	3.75736	21.75
24.2867	213.83	0.3672	3.66184	29.32
25.4611	170.77	0.2448	3.49554	23.41
26.6462	729.38	0.1836	3.34270	100.00
28.0220	342.89	0.1632	3.18164	47.01
28.3207	99.24	0.1224	3.14875	13.61
29.9741	59.98	0.1224	2.97871	8.22
30.4356	91.05	0.2448	2.93459	12.48
31.4232	43.18	0.2448	2.84458	5.92
33.9387	19.03	0.2448	2.63928	2.61
35.0281	202.49	0.1632	2.55964	27.76
35.9907	100.00	0.3264	2.49336	13.71
36.5954	111.71	0.1224	2.45354	15.32
38.4164	122.40	0.4080	2.34132	16.78
39.4809	67.59	0.2448	2.28061	9.27
40.3073	43.39	0.2040	2.23574	5.95
42.4156	85.74	0.1632	2.12936	11.76
45.7711	52.34	0.1632	1.98076	7.18
47.8375	10.83	0.4080	1.89991	1.49



Kaolin Wonotirto Putih Tulang (c) 2 Kali Pemurnian

Pos. [$^{\circ}2\theta$.]	Height [cts]	FWHMLeft [$^{\circ}2\theta$.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
8.8898	20.19	0.4015	9.94749	8.63
12.2206	107.26	0.2676	7.24272	45.87
17.7261	20.78	0.4015	5.00371	8.88
19.8674	216.84	0.2342	4.46898	92.73
22.0389	163.54	0.1338	4.03331	69.94
23.6548	111.32	0.1004	3.76133	47.61
24.1511	143.41	0.1004	3.68515	61.33
25.3129	125.57	0.5353	3.51858	53.70
26.6807	178.46	0.1004	3.34122	76.32
27.9566	233.83	0.0669	3.19157	100.00
29.4605	80.07	0.2007	3.03197	34.24
30.4507	46.89	0.2676	2.93560	20.05
35.0280	154.73	0.1338	2.56177	66.17
35.9476	75.00	0.2676	2.49832	32.07
38.4097	83.21	0.3346	2.34365	35.58
42.4422	21.41	0.2676	2.12985	9.15
45.4846	24.55	0.4015	1.99421	10.50

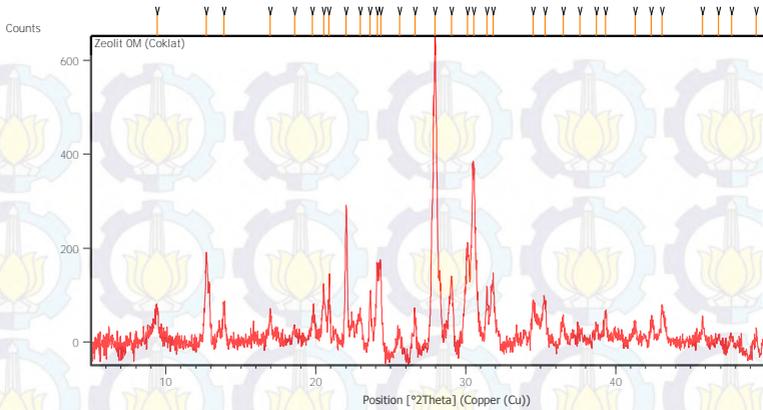


Kaolin Wonotirto (c) 3 Kali Pemurnian

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHMLeft [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.6482	25.94	0.4015	10.22484	11.07
12.0302	120.23	0.4684	7.35692	51.31
17.7296	23.42	0.2007	5.00271	9.99
19.8770	184.91	0.2676	4.46684	78.92
20.9535	108.27	0.2676	4.23973	46.21
21.9841	134.34	0.1673	4.04325	57.34
23.5630	89.77	0.2007	3.77577	38.31
24.1822	131.21	0.2676	3.68048	56.00
25.2339	137.93	0.2676	3.52941	58.87
26.6435	163.15	0.1673	3.34580	69.63
27.9379	234.30	0.1171	3.19367	100.00
30.1200	29.72	0.5353	2.96708	12.68
30.3802	62.50	0.1338	2.94226	26.67
31.3804	26.86	0.2676	2.85072	11.46
34.9740	113.71	0.1673	2.56561	48.53
38.4587	75.98	0.2676	2.34078	32.43
41.1134	13.61	0.4015	2.19556	5.81
42.4581	20.39	0.2007	2.12909	8.70
45.3913	37.45	0.4015	1.99810	15.98

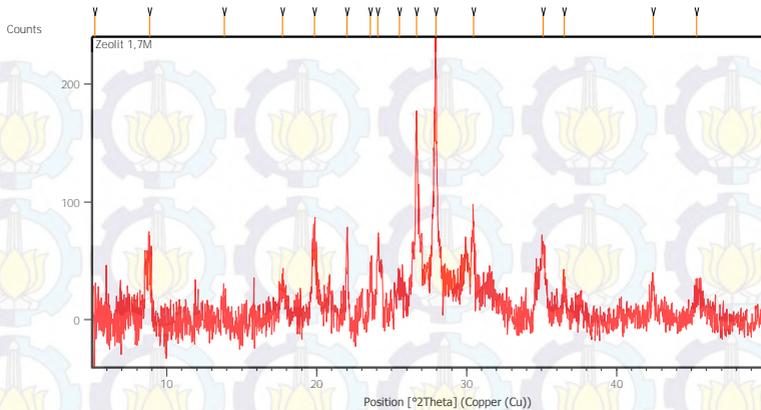
b. Sintesis Zeolit K-F Dengan Penambahan KCl 1,7; 2,5 dan

3,4 M Selama 24 jam.



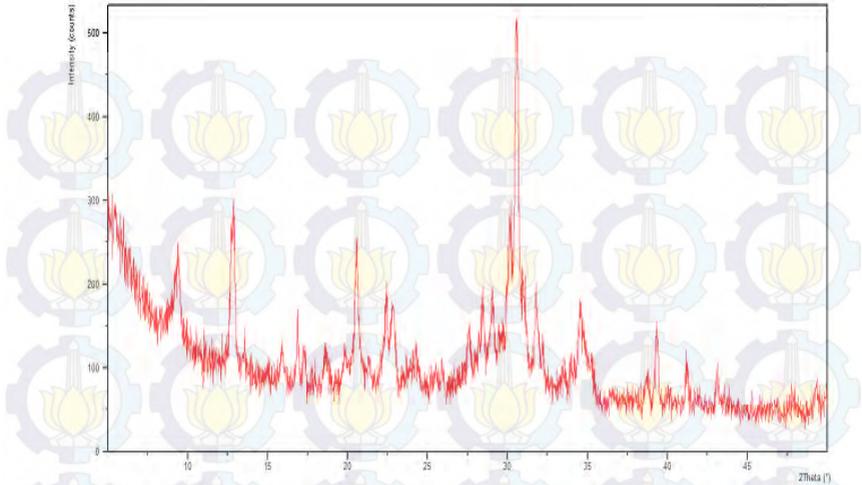
Zeolit K-F 2,5 M pada suhu 150 °C Selama 24 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
9.4288	62.39	0.1673	9.38002	9.18
12.7131	185.85	0.1338	6.96322	27.35
13.8818	75.87	0.1338	6.37951	11.16
16.9719	50.17	0.1673	5.22433	7.38
18.5890	21.45	0.2007	4.77333	3.16
19.7888	58.27	0.2342	4.48656	8.58
20.5159	124.36	0.1673	4.32916	18.30
20.8876	98.67	0.0669	4.25295	14.52
22.0248	314.28	0.1338	4.03587	46.25
22.9735	83.96	0.2676	3.87131	12.36
23.6324	142.51	0.1004	3.76483	20.97
24.1032	186.92	0.1004	3.69236	27.51
24.3364	187.94	0.1506	3.65750	27.66
25.5818	73.67	0.2007	3.48220	10.84
26.6260	95.57	0.1338	3.34797	14.06
27.9476	679.57	0.0836	3.19258	100.00
29.0553	179.70	0.2676	3.07334	26.44
30.1159	235.16	0.1673	2.96747	34.60
30.5248	412.62	0.2007	2.92865	60.72
31.4249	147.45	0.1338	2.84678	21.70
31.8281	169.82	0.2342	2.81163	24.99
34.4934	102.21	0.1673	2.60024	15.04
35.2874	95.51	0.2007	2.54353	14.05
36.5059	55.41	0.2007	2.46138	8.15
37.6346	23.65	0.3346	2.39012	3.48
38.7339	35.88	0.2007	2.32478	5.28
39.3372	64.48	0.1004	2.29051	9.49
41.2907	39.71	0.2007	2.18654	5.84
42.3822	49.15	0.2007	2.13272	7.23
43.1045	80.14	0.1004	2.09865	11.79
45.8053	52.92	0.1338	1.98100	7.79
46.8728	9.30	0.4015	1.93834	1.37
47.7317	23.08	0.2007	1.90545	3.40
49.3558	43.03	0.4015	1.84648	6.33



Zeolit K-F 1,7 M Pada Suhu 150 °C Selama 24 jam

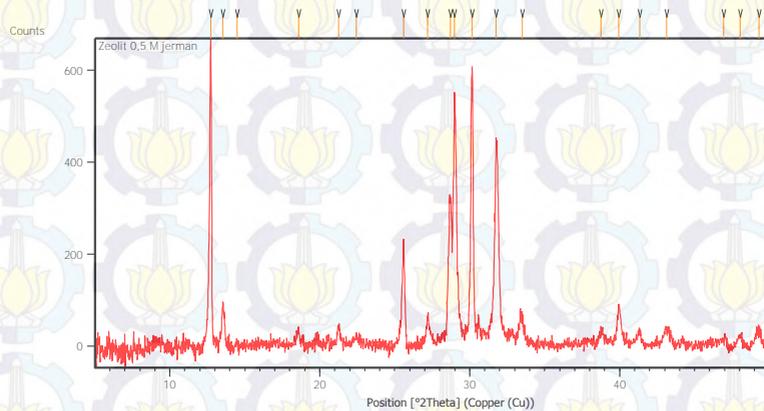
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.2140	77.91	0.8029	16.94910	31.97
8.8474	56.71	0.4684	9.99511	23.27
13.8324	16.19	0.4015	6.40219	6.64
17.7156	25.05	0.3346	5.00666	10.28
19.8322	63.61	0.2007	4.47683	26.10
22.0290	80.70	0.1004	4.03511	33.12
23.5754	40.43	0.2007	3.77381	16.59
24.0856	71.17	0.1004	3.69502	29.21
25.5356	36.72	0.4015	3.48839	15.07
26.6561	166.88	0.1004	3.34425	68.48
27.9400	243.68	0.0836	3.19342	100.00
30.4549	81.97	0.1673	2.93521	33.64
35.0899	60.77	0.3346	2.55740	24.94
36.5139	28.42	0.2007	2.46087	11.66
42.4304	31.49	0.2007	2.13041	12.92
45.3560	28.78	0.3346	1.99957	11.81



Zeolit K-F 3,4 M Pada Suhu 150 °C 24 jam

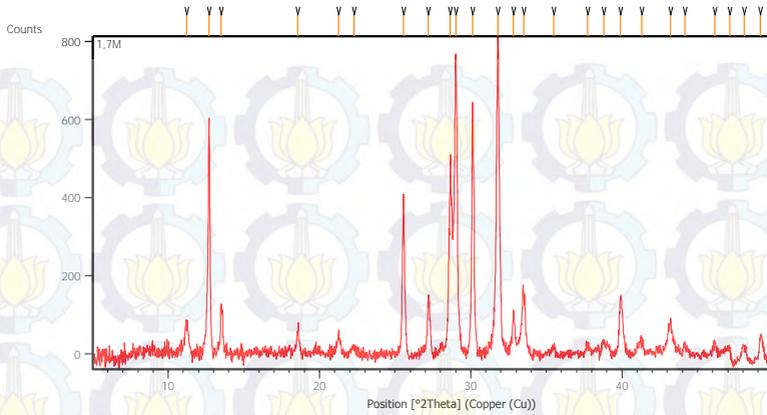
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.6482	25.94	0.4015	10.22484	11.07
12.0302	120.23	0.4684	7.35692	51.31
17.7296	23.42	0.2007	5.00271	9.99
19.8770	184.91	0.2676	4.46684	78.92
20.9535	108.27	0.2676	4.23973	46.21
21.9841	134.34	0.1673	4.04325	57.34
23.5630	89.77	0.2007	3.77577	38.31
24.1822	131.21	0.2676	3.68048	56.00
25.2339	137.93	0.2676	3.52941	58.87
26.6435	163.15	0.1673	3.34580	69.63
27.9379	234.30	0.1171	3.19367	100.00
30.1200	29.72	0.5353	2.96708	12.68
30.3802	62.50	0.1338	2.94226	26.67
31.3804	26.86	0.2676	2.85072	11.46
34.9740	113.71	0.1673	2.56561	48.53
38.4587	75.98	0.2676	2.34078	32.43
41.1134	13.61	0.4015	2.19556	5.81
42.4581	20.39	0.2007	2.12909	8.70
45.3913	37.45	0.4015	1.99810	15.98

c. Sintesis Zeolit K-F Dengan Penambahan KCl 1,7; 2,4 dan 3,4 M Pada Suhu 150°C 48 Jam.



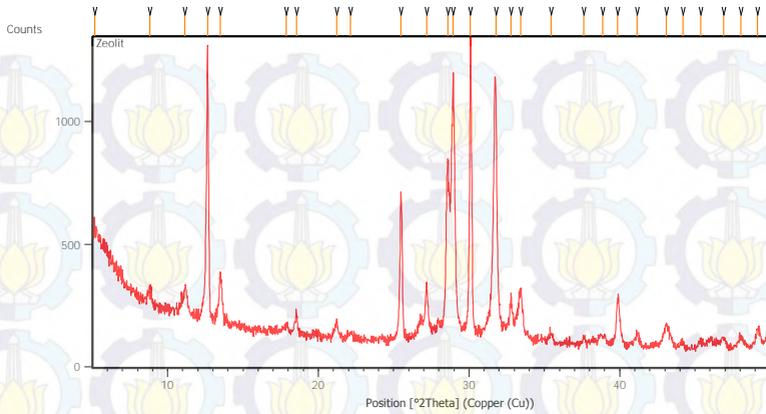
Zeolit K-F Standar 2,5 M Pada Suhu 150 °C selama 48 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.7407	656.17	0.1171	6.94821	100.00
13.5306	96.49	0.2007	6.54432	14.70
14.4952	14.31	0.2007	6.11091	2.18
18.5896	32.97	0.1673	4.77318	5.02
21.2573	40.64	0.1673	4.17982	6.19
22.4527	14.97	0.4015	3.95990	2.28
25.5956	236.40	0.1171	3.48036	36.03
27.1974	71.28	0.1338	3.27891	10.86
28.6974	337.00	0.1338	3.11084	51.36
28.9823	559.18	0.1004	3.08091	85.22
30.1736	615.50	0.1506	2.96193	93.80
31.7512	444.66	0.0836	2.81827	67.77
33.5033	73.32	0.2007	2.67479	11.17
38.7664	25.11	0.2676	2.32290	3.83
39.9378	78.58	0.2676	2.25744	11.98
41.3394	30.29	0.1338	2.18408	4.62
43.1355	30.52	0.2676	2.09721	4.65
46.9452	14.63	0.5353	1.93552	2.23
48.0224	21.83	0.3346	1.89459	3.33
49.3068	33.27	0.3346	1.84820	5.07



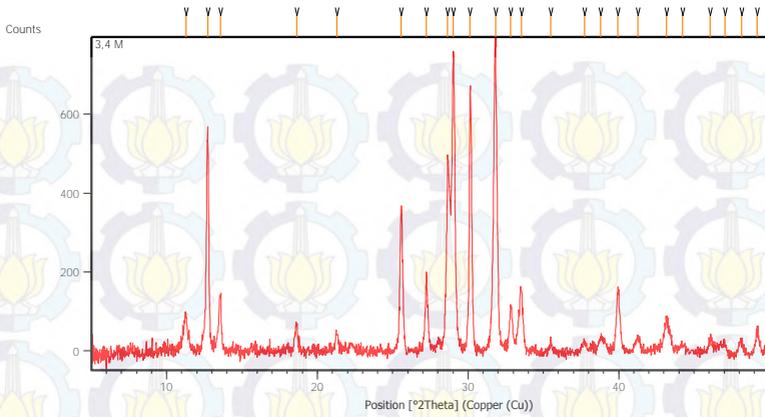
Zeolit K-F 1,7 M Pada Suhu 150 °C Selama 48 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
11.2141	73.84	0.2007	7.89043	9.35
12.7098	569.94	0.1004	6.96507	72.13
13.4905	120.69	0.0502	6.56366	15.27
18.5642	64.29	0.1338	4.77964	8.14
21.2622	61.91	0.1004	4.17885	7.83
22.2908	18.35	0.4015	3.98831	2.32
25.5727	408.24	0.1338	3.48342	51.66
27.1921	164.10	0.0669	3.27953	20.77
28.6521	489.17	0.1004	3.11566	61.91
29.0092	785.71	0.1840	3.07812	99.43
30.1196	663.82	0.1004	2.96711	84.01
31.8118	790.18	0.1673	2.81304	100.00
32.8346	128.55	0.1004	2.72772	16.27
33.4914	174.28	0.2007	2.67571	22.06
35.4806	27.72	0.2007	2.53013	3.51
37.7124	22.06	0.2676	2.38537	2.79
38.7969	35.70	0.2007	2.32115	4.52
39.9117	151.67	0.2007	2.25885	19.19
41.2992	35.09	0.3346	2.18611	4.44
43.2106	90.59	0.2676	2.09374	11.46
44.1763	21.00	0.2676	2.05019	2.66
46.1371	41.83	0.1673	1.96752	5.29
47.1114	30.12	0.2676	1.92908	3.81
48.0663	38.74	0.2676	1.89296	4.90
49.1565	66.61	0.2676	1.85350	8.43



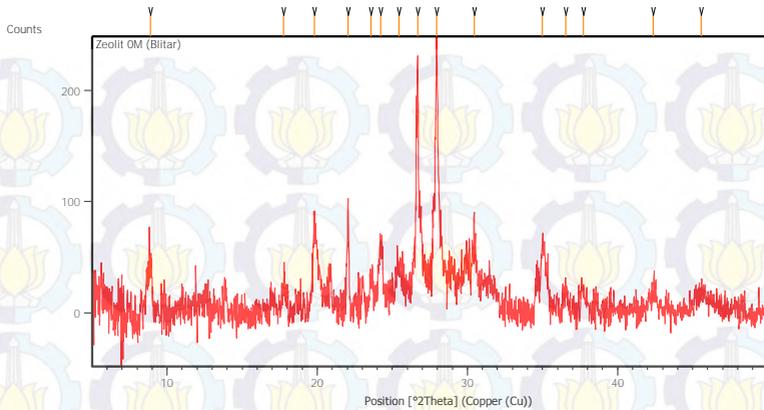
Zeolit K-F 2,5 M pada suhu 150 °C Selama 48 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1441	145.28	0.2007	17.17956	11.78
8.8141	45.28	0.2676	10.03274	3.67
11.1477	105.21	0.1506	7.93725	8.53
12.6490	1123.76	0.1171	6.99840	91.13
13.4906	184.06	0.1673	6.56363	14.93
17.8846	30.12	0.3346	4.95973	2.44
18.5557	86.68	0.1338	4.78183	7.03
21.2139	75.71	0.1004	4.18827	6.14
22.1454	21.91	0.4015	4.01416	1.78
25.4747	591.97	0.1673	3.49660	48.01
27.1729	235.08	0.1171	3.28181	19.06
28.5845	740.88	0.1004	3.12287	60.08
28.9485	1096.87	0.0836	3.08443	88.95
30.0949	1233.13	0.1506	2.96950	100.00
31.7779	1020.70	0.2007	2.81597	82.77
32.7720	183.48	0.1338	2.73279	14.88
33.4356	204.55	0.2342	2.68005	16.59
35.4546	38.59	0.2007	2.53192	3.13
37.6265	30.79	0.2007	2.39062	2.50
38.8535	36.99	0.4015	2.31790	3.00
39.8757	195.71	0.1673	2.26081	15.87
41.1478	46.33	0.2676	2.19380	3.76
43.0989	91.62	0.1673	2.09891	7.43
44.2091	14.24	0.2676	2.04874	1.15
45.3721	24.41	0.3346	1.99889	1.98
46.9046	36.38	0.2676	1.93710	2.95
48.0288	37.88	0.4015	1.89435	3.07
49.1472	76.63	0.1673	1.85383	6.21



Zeolit K-F 3.4 M Pada Suhu 150 °C Selama 48 jam

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
11.2726	92.29	0.1338	7.84961	11.62
12.7337	562.98	0.1171	6.95200	70.91
13.5606	145.19	0.1673	6.52993	18.29
18.6262	68.41	0.1673	4.76388	8.62
21.2780	42.06	0.1673	4.17580	5.30
25.5441	364.97	0.1673	3.48725	45.97
27.2490	207.79	0.0669	3.27281	26.17
28.6495	497.94	0.1338	3.11593	62.71
29.0281	775.34	0.1171	3.07615	97.65
30.1381	680.71	0.1506	2.96533	85.73
31.8166	793.97	0.1506	2.81263	100.00
32.8148	134.60	0.1338	2.72932	16.95
33.5495	172.60	0.1171	2.67121	21.74
35.4759	33.33	0.2007	2.53045	4.20
37.7136	26.24	0.2007	2.38530	3.31
38.8103	39.71	0.3346	2.32038	5.00
39.9538	162.13	0.2007	2.25657	20.42
41.2836	35.16	0.2676	2.18690	4.43
43.1892	81.98	0.1673	2.09473	10.33
44.2252	16.19	0.4015	2.04804	2.04
46.0807	31.17	0.2007	1.96979	3.93
47.0595	26.99	0.3346	1.93108	3.40
48.1478	32.29	0.3011	1.88995	4.07
49.1911	67.19	0.1338	1.85228	8.46

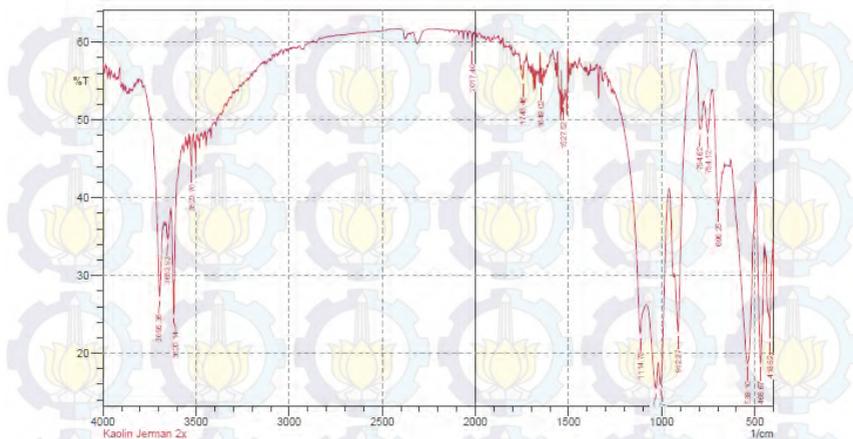


Zeolit K-F Tanpa KCl Pada Suhu 150 $^{\circ}$ C Selama 48 jam

Pos. [$^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [$^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\AA]	Rel. Int. [%]
8.8765	51.00	0.3346	9.96240	20.13
17.7460	23.92	0.2676	4.99813	9.44
19.8087	75.37	0.1673	4.48209	29.74
22.0492	99.80	0.1338	4.03145	39.39
23.5914	38.42	0.2007	3.77129	15.16
24.2314	64.89	0.2676	3.67311	25.61
25.4364	48.66	0.3346	3.50178	19.20
26.6919	213.25	0.0669	3.33985	84.16
27.9417	253.39	0.0669	3.19324	100.00
30.4502	62.96	0.2007	2.93566	24.85
34.9778	58.52	0.2342	2.56533	23.10
36.5520	23.31	0.2676	2.45838	9.20
37.7337	17.65	0.4015	2.38407	6.97
42.3567	20.75	0.5353	2.13395	8.19
45.5665	16.08	0.6691	1.99082	6.34

2. FTIR

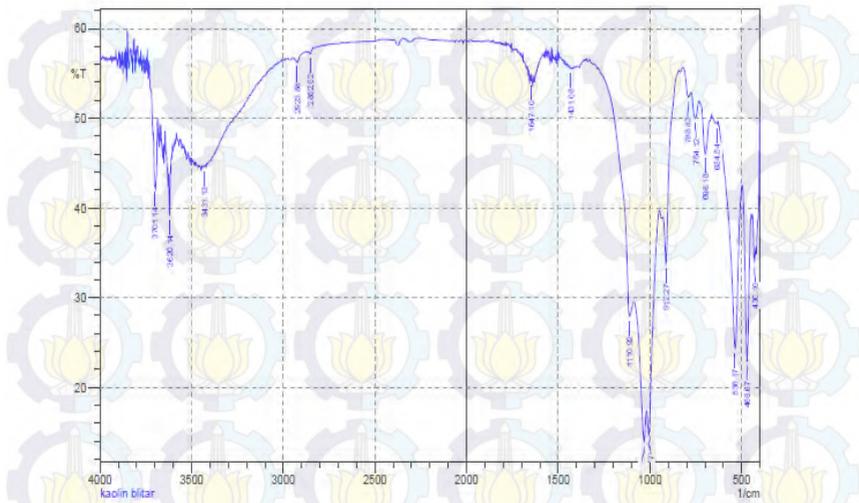
a. Kaolin Wonotirto (c) Pemurnian 3 kali dan Kaolin Standar Jerman.



Kaolin Jerman

No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.52	21.978	4.694	422.38	403.09	10.433	0.139
2	468.87	18.883	18.463	495.67	440.38	26.254	6.58
3	538.1	18.682	19.847	588.25	495.67	53.599	14.578
4	698.25	38.016	8.568	730.97	673.11	20.39	2.131
5	754.12	48.345	4.738	773.4	730.97	12.472	0.824
6	794.62	48.756	6.24	827.41	773.4	14.739	0.976
7	912.27	22.719	12.812	931.55	827.41	39.382	3.367
8	1006.77	15.937	7.485	1018.34	962.41	33.282	2.951
9	1031.85	15.431	4.702	1081.99	1020.27	43.004	2.85
10	1114.78	22.44	8.725	1255.57	1083.92	70.955	2.79
11	1527.52	52.052	1.458	1531.37	1519.8	3.215	0.081
12	1649.02	54.762	2.982	1652.88	1645.17	1.926	0.085
13	1745.46	55.195	2.128	1755.1	1739.67	3.883	0.147
14	2017.4	59.41	1.952	2030.9	2011.62	4.159	0.071
15	3523.7	44.022	3.802	3531.42	3515.99	5.212	0.276
16	3620.14	25.037	15.298	3635.57	3602.78	16.476	2.57
17	3652.93	34.686	0.849	3682.57	3651	5.182	0.054
18	3695.36	27.289	12.481	3732	3679.93	23.076	3.339

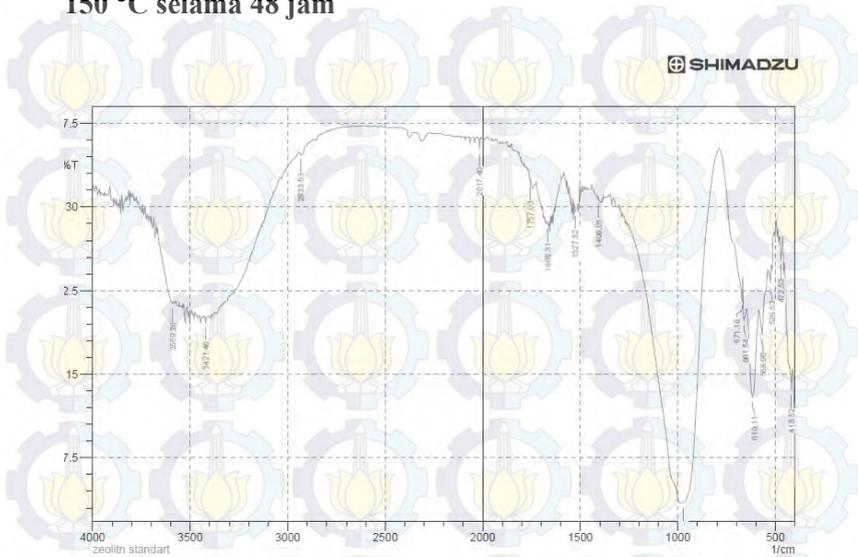
SHIMADZU



Kaolin Blitar

	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	430.1	33.943	2.957	430.74	424.31	8.964	0.318
2	468.67	22.933	17.832	495.67	449.38	23.102	5.05
3	536.17	24.327	20.325	628.75	497.6	55.86	11.546
4	634.54	48.404	0.214	642.25	628.75	4.124	0.013
5	688.18	46.043	4.59	732.9	673.11	18.548	0.961
6	754.12	50.036	2.365	775.33	732.9	12.383	0.473
7	788.83	52.375	1.362	819.69	775.33	12.002	0.224
8	912.27	33.756	8.476	929.63	842.83	29.228	1.455
9	1006.77	14.623	6.478	1018.34	948.91	40.828	2.122
10	1031.85	13.906	5.488	1087.78	1020.27	45.849	2.538
11	1110.92	27.938	4.424	1284.5	1089.71	66.843	1.059
12	1431.08	55.506	0.123	1434.84	1427.23	1.969	0.004
13	1647.1	54.162	0.875	1650.95	1645.17	1.53	0.021
14	2852.52	57.186	0.487	2871.81	2833.24	9.28	0.08
15	2923.88	56.218	0.746	2945.1	2893.02	12.833	0.125
16	3431.13	44.628	0.078	3434.98	3425.34	3.373	0.003
17	3620.14	36.199	4.643	3625.62	3616.28	3.706	0.251
18	3701.14	42.314	1.368	3708.86	3699.21	3.408	0.097

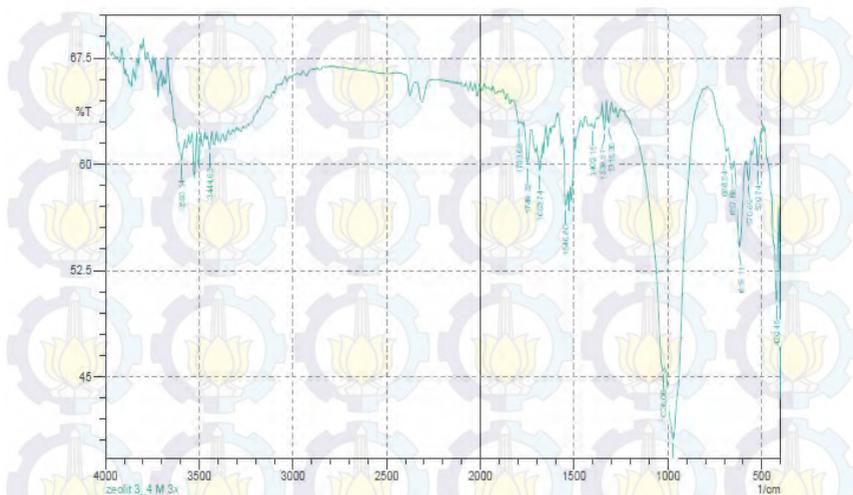
b. Zeolit K-F dengan variasi penambahan KCl pada suhu 150 °C selama 48 jam



Zeolit Standar

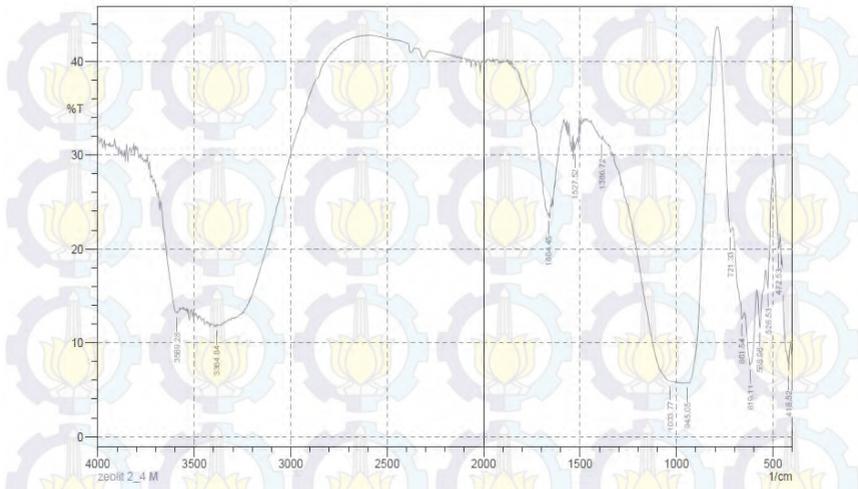
No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.52	13.584	1.972	428.17	414.67	11.198	0.302
2	472.03	25.23	2.138	480.24	404.81	8.923	0.241
3	526.53	23.224	1.483	540.03	522.87	10.775	0.197
4	568.96	18.583	3.006	586.32	551.8	24.042	0.917
5	618.11	12.880	7.822	648.04	580.32	48.072	0.501
6	661.54	19.83	3.028	667.32	648.04	13.278	0.891
7	671.18	21.586	2.355	717.47	667.32	30.722	0.701
8	672.00	3.478	0.34	673.88	768.83	153.585	-23.251
9	1408.01	30.57	0.248	1407.94	1402.15	2.973	0.01
10	1527.52	28.808	0.318	1531.37	1525.59	3.037	0.013
11	1608.31	28.428	0.122	1674.1	1600.38	4.203	0.01
12	1757.03	32.199	0.461	1764.75	1755.1	4.691	0.035
13	2017.4	35.208	1.02	2030.9	2011.62	8.56	0.059
14	2893.03	34.071	0.115	2843.17	2827.74	7.083	0.011
15	3421.48	19.619	0.582	3427.27	3408.05	14.809	0.073
16	3589.28	21.311	0.383	3604.71	3581.56	15.447	0.116

SHIMADZU



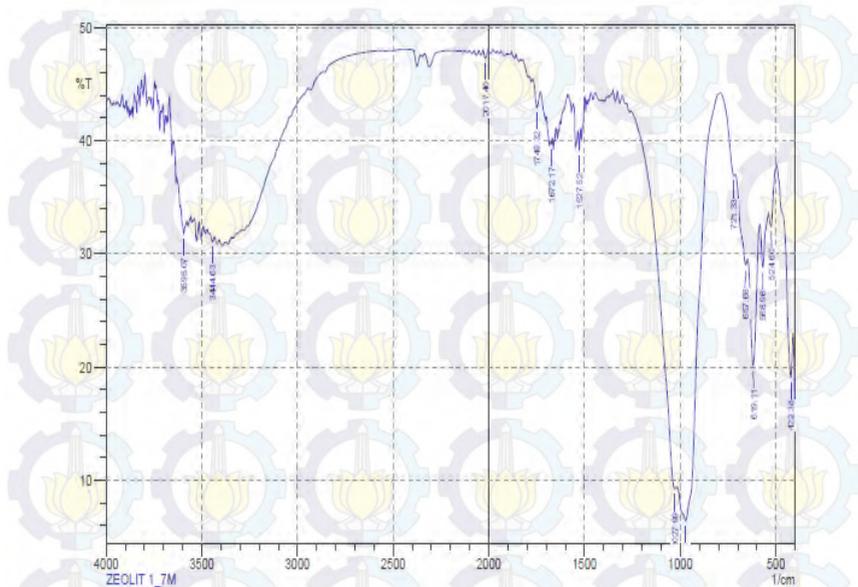
Zeolit K-F 3,4 M

No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	420.45	50.366	5.372	433.95	410.81	6.463	0.559
2	520.74	59.881	1.957	530.39	505.31	5.39	0.173
3	570.89	58.864	1.68	582.46	557.39	5.634	0.175
4	619.11	54.147	6.023	646.11	588.25	14.144	1.379
5	657.68	59.844	0.834	678.9	648.04	6.813	0.111
6	688.54	60.911	0.692	709.78	678.9	6.49	0.062
7	972.06	40.607	9.105	1014.49	810.05	56.931	4.981
8	1026.06	45.424	1.006	1236.29	1016.42	53.601	0.177
9	1315.36	62.931	1.464	1326.93	1299.93	6.3	0.138
10	1338.51	62.428	1.947	1350.08	1326.93	4.603	0.176
11	1402.15	62.694	0.094	1407.94	1400.22	1.56	0.002
12	1546.8	57.079	2.813	1562.23	1533.3	6.656	0.236
13	1683.74	59.539	1.264	1699.17	1676.03	5.099	0.118
14	1749.32	60.027	2.65	1770.53	1731.98	8.167	0.347
15	1793.88	62.863	0.274	1824.63	1789.82	6.605	0.02
16	3444.83	61.084	1.076	3458.13	3433.06	5.275	0.096
17	3593.14	60.311	1.294	3610.49	3577.71	7.047	0.147



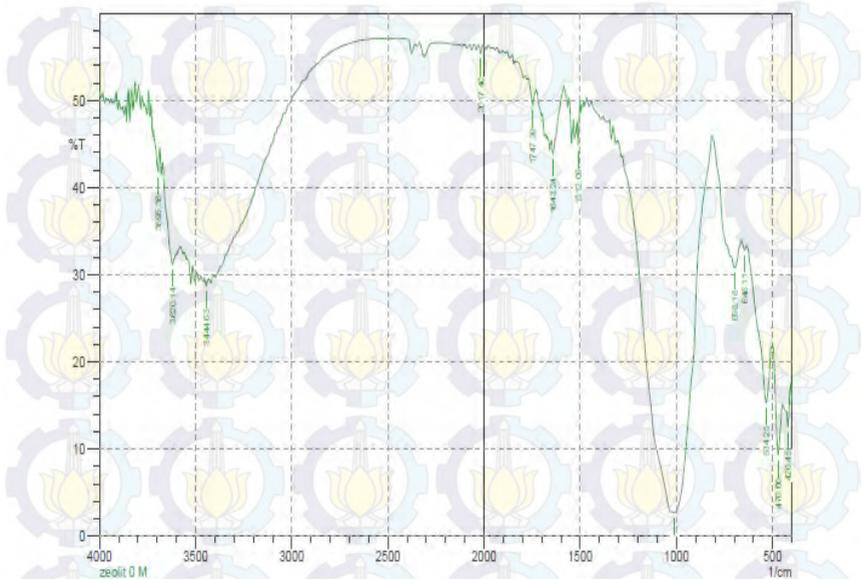
ZEOLIT K-F 2,5 M

No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.52	6.96	1.771	420.45	410.81	10.246	0.277
2	472.53	19.959	3.423	489.89	464.81	16.086	0.732
3	526.53	15.753	5.495	538.1	505.31	23.096	1.636
4	568.96	11.602	3.985	584.39	551.6	28.194	1.727
5	619.11	7.616	0.649	648.04	617.18	30.922	0.392
6	661.54	12.569	1.465	669.25	648.04	18.707	0.493
7	721.33	21.795	3.16	788.83	711.68	38.683	-0.348
8	945.05	5.698	0.494	946.98	788.83	120.958	-5.699
9	1033.77	5.872	0.175	1257.5	1031.85	208.368	1.441
10	1386.72	31.661	0.345	1392.51	1382.87	4.802	0.028
11	1527.52	30.604	0.909	1531.37	1514.02	8.772	0.096
12	1664.45	23.48	0.467	1676.03	1662.52	8.408	0.058
13	3384.84	11.819	0.101	3388.7	3380.98	7.14	0.013
14	3589.28	13.18	0.296	3600.85	3581.56	16.889	0.12



Zeolit K-F 1,7 M

No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	422.38	19.072	5.989	493.74	410.81	45.736	2.317
2	624.6	32.437	2.534	538.1	495.67	19.389	0.494
3	658.98	28.772	4.159	584.39	540.03	22.381	1.079
4	819.11	20.129	10.738	848.11	588.32	35.811	5.421
5	867.68	28.998	1.636	713.61	648.04	32.338	0.794
6	721.33	36.901	0.646	788.63	715.54	28.593	0.132
7	972.08	6.414	9.818	1018.42	790.78	159.887	17.761
8	1027.99	9.211	1.511	1257.5	1018.34	138.575	0.712
9	1527.52	39.147	1.831	1533.3	1519.8	5.34	0.111
10	1672.17	39.898	0.424	1676.03	1668.31	3.078	0.018
11	1749.32	42.924	1.913	1770.53	1731.96	13.765	0.347
12	2017.4	47.29	0.744	2028.97	2005.83	7.469	0.099
13	3444.83	31.078	0.567	3458.13	3434.98	11.855	0.098
14	3695.07	31.744	1.844	3612.42	3577.71	16.861	0.398



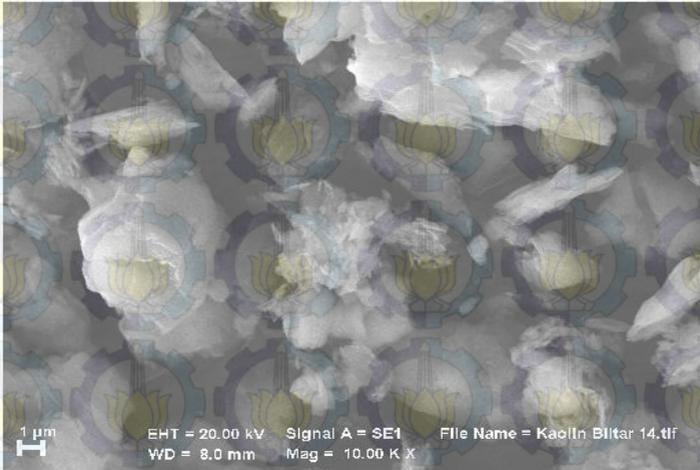
Zeolit K-F Tanpa Pena

mabahan KCl Pada Suhu 150°C selama 48 jam.

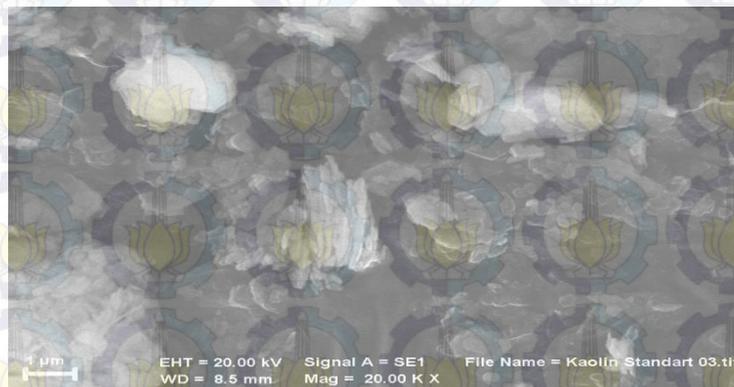
No.	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	420.45	12.497	2.954	428.17	408.95	17.9	0.881
2	470.6	9.329	8.488	499.53	451.31	41.943	5.998
3	534.25	15.312	8.887	632.61	509.17	79.389	8.719
4	646.11	32.853	0.758	661.54	834.54	12.917	0.139
5	698.18	30.834	5.92	811.98	663.47	66.883	8.832
6	1008.7	2.681	42.24	1280.65	813.9	381.254	218.118
7	1512.09	44.837	3.235	1515.94	1502.44	4.418	0.195
8	1643.24	43.797	2.186	1649.02	1585.38	20.54	0.49
9	1747.39	49.489	1.928	1770.53	1735.81	10.199	0.247
10	2017.4	55.365	0.94	2027.05	2009.89	4.399	0.069
11	3444.63	28.751	0.834	3454.27	3429.2	13.398	0.132
12	3620.14	31.171	1.728	3672.21	3614.35	26.157	1.117
13	3895.36	41.802	3.168	3718.5	3687.64	11.084	0.505

3. DATA SEM

a. Kaolin Standar Jerman dan Kaolin Blitar (c) 3 kali pemurnian.

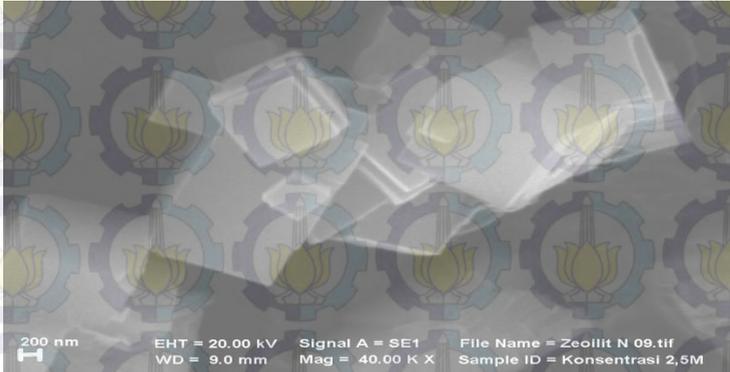


Kaolin Blitar

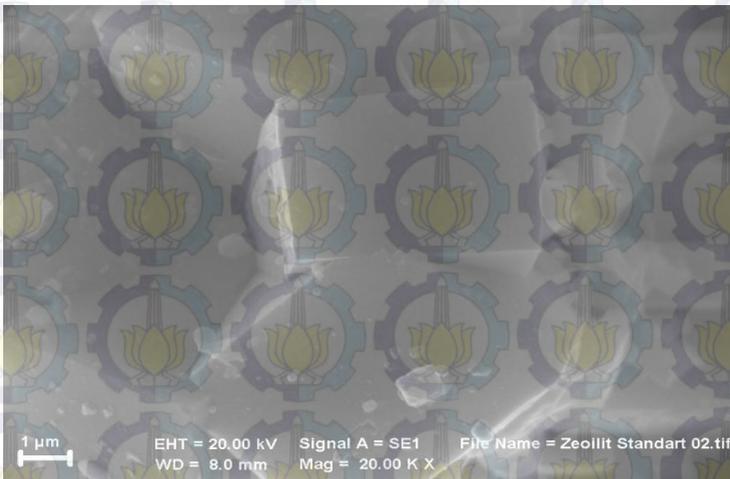


Kaolin Jerman.

b. Zeolit Pemanding dan Zeolit K-F Blitar dengan Penambahan KCl 2,5 M pada Suhu 150 °C Selama 48 jam.



Zeolit K-F Blitar



Zeolit K-F Pemanding

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Blitar, 13 mei 1989 dengan nama lengkap Addin Fitriani. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di SD Negri Tunjung 02 Blitar, MTs Negri Kandat Kediri, MA Al Ma`arif Blitar. Setelah lulus dari MA Al Ma`arif, penulis mengikuti seleksi masuk PTN melalui jalur kerjasama PBSB DEPAG dan diterima di Jurusan Kimia ITS Surabaya pada tahun 2009 dan terdaftar dengan NRP. 1409100705. Di Jurusan Kimia ini, penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Ratna Ediati, MS., Ph.D. Penulis pernah aktif dalam organisasi Chemistry Islamic Studies sebagai pengurus dertemen jaringan (2011-2012); Dewan Perwakilan Angkatan (2010/2011-2012/2013); Jama`ah Masjid Manarul Ilmi sebagai Kopidiv bina muslimah (2010/2011); bendahara KAMMI 1011 (2010/2011); CSS MORA ITS Oraginisasi di bawah Bimbingan DEPAG (2010/2011-2011/2012); Pengurus PTT ikadi Cab.Sukolilo (2011-sekarang); dan pembina tahsin dan tahfidz beasiswa Mutiara Surabaya (2013/2014). Penulis dapat dihubungi melalui email addinfr@gmail.com

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

