



SKRIPSI

PENGARUH KONSENTRASI NaOH PADA MODIFIKASI H-ZSM-5 HIERARKI DARI ZSM-5 KOMERSIAL DENGAN METODE *POST-SYNTHESIS* DESILIKASI HIDROKSIDA

DENNY OKTA KUSUMA WARDHANA
NRP. 01211440000080

Dosen Pembimbing I
Dr. Djoko Hartanto, M.Si

Dosen Pembimbing II
Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si

DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS ILMU ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018



SCRIPT

THE EFFECT OF NaOH CONCENTRATION IN HIERARCHICAL H-ZSM-5 MODIFICATION FROM COMMERSIAL ZSM-5 WITH POST-SYNTHETIC HIDROXIDE DESILICATION TREATMENT

DENNY OKTA KUSUMA WARDHANA
NRP. 01211440000080

Supervisor
Dr. Djoko Hartanto, M.Si

Co-Supervisor
Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018

**PENGARUH KONSENTRASI NaOH PADA MODIFIKASI
H-ZSM-5 HIERARKI DARI ZSM-5 KOMERSIAL
DENGAN METODE *POST-SYNTHESIS* DESILIKASI
HIDROKSIDA**

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains
pada prog studi S-1 Departemen Kimia
Fakultas Ilmu Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

**DENNY OKTA KUSUMA WARDHANA
NRP. 01211440000080**

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS ILMU ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH KONSENTRASI NaOH PADA MODIFIKASI H-ZSM-5 HIERARKI DARI ZSM-5 KOMERSIAL DENGAN METODE *POST-SYNTHESIS* DESILIKASI HIDROKSIDA

SKRIPSI

Oleh:

DENNY OKTA KUSUMA WARDHANA
NRP. 0121144000080

Surabaya, 6 Agustus 2018

Menyetujui

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Dr. Djoko Hartanto, M.Si
NIP. 19621028 198803 1 003



Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si
NIP. 19890908 201504 1 001



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 19710616 199703 1 002

Bismillahirrahmanirrahim
Naskah ini saya persembahkan untuk
Bapak, Mamah, beserta keluarga tercinta
Seseorang yang selalu ada,
Teman- Teman Kamp Ceria dan Entrepreneur Muda
Seluruh keluarga GA14XY
Serta Seluruh Dosen dan Karyawan Departemen
Kimia

PENGARUH KONSENTRASI NaOH PADA MODIFIKASI H-ZSM-5 HIERARKI DARI ZSM-5 KOMERSIAL DENGAN METODE *POST-SYNTHESIS* DESILIKASI HIDROKSIDA

Nama : Denny Okta Kusuma Wardhana
NRP : 01211440000080
Departemen : Kimia
Dosen Pembimbing : 1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si
2. Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si

ABSTRAK

ZSM-5 komersial dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 50 yang dimodifikasi menjadi ZSM-5 Hierarki telah dilakukan dalam penelitian ini melalui proses desilikasi. Desilikasi merupakan pelarutan silika yang dapat memunculkan pori sekunder yaitu pori meso. Proses modifikasi dilakukan dengan metode *post-synthesis* dengan penambahan NaOH pada variasi konsentrasi 0,25; 0,5; 1,0; dan 2,0 M. ZSM-5 hasil modifikasi dikarakterisasi dengan XRD, FTIR, SEM dan Adsorpsi-Desorpsi N_2 . Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semua sampel terdiri dari fasa ZSM-5 dan tridymite. Proses desilikasi tidak menyebabkan perubahan struktur kristal, namun kristalinitas ZSM-5 mengalami perubahan dimana kristalinitas tertinggi diperoleh pada konsentrasi NaOH 0,25 M. Perbedaan konsentrasi NaOH tidak menyebabkan terbentuknya gugus fungsi baru dalam ZSM-5 Hierarki. Selain itu, kenaikan konsentrasi NaOH juga menyebabkan meningkatnya kerusakan partikel ZSM-5. Analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N_2 menunjukkan peningkatan tertinggi loop histerisis pori meso dan populasi dari pori yang diameter 36-38 Å pada konsentrasi NaOH 0,5 M. Sementara itu, terjadi penurunan volume pori mikro. Peningkatan luas permukaan spesifik dan volume total maksimum terjadi pada konsentrasi 0,25 M. Pengaruh konsentrasi NaOH optimal diperoleh pada konsentrasi NaOH 0,5 M.

Kata Kunci: ZSM-5 Komersial, ZSM-5 Hierarki, Desilikasi, Pori meso.

THE EFFECT OF NaOH CONCENTRATION IN HIERARCHICAL H-ZSM-5 MODIFICATION FROM COMMERSIAL ZSM-5 WITH POST-SYNTHETIC HIDROXIDE DESILICATION TREATMENT

Name : Denny Okta Kusuma Wardhana
NRP : 01211440000080
Department : Chemistry
Supervisor : 1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si
2. Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si

ABSTRACT

Commercial ZSM-5 with mole ratio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 50 modified to Hierarchical ZSM-5 were done in this research by desilication. Desilication involved leaching out silicaeous appearing secondary porosity known as mesopore. This modified done with post-synthesis method with adding NaOH with that variation of concentration 0,25; 0,5; 1; and 2 M. Modified ZSM-5 were characterized with XRD, FTIR, SEM, and Adsorption Desorption Isothermal N_2 . This result showed all samples consist ZSM-5 and tridymite phase. Desilication did not cause crystal structure alteration. However, ZSM-5 cristalinity was changed and maximum cristalinity at NaOH concentration 0,25 M. The Higher NaOH concentration did not influenced in another functional group formation in ZSM-5. In addition, higher NaOH concentration caused more damaging ZSM-5 crystal. Adsoption-Desorption isothermal N_2 analyzed showed maximum increasing histerisys loop, mesopore volume, and diameter pore 36-38 Å at NaOH concentration 0,5 M. Meanwhile, decreasing micropore volume was occured. Maximum increasing specific surface area and total volume at NaOH concentration 0,25 M. The best result was obtained from desilication process with NaOH concentration 0,5 M.

Keywords: Hierarchical ZSM-5, ZSM-5 Commercial, Desilication, Mesopore.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirabbil'alamin, puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Tugas Akhir yang berjudul “**Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Modifikasi Hierarki H-ZSM-5 dari ZSM-5 Komersial dengan Metode *Post-Synthesis* Desilikasi Hidroksida**” dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak, untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan serta kesabarannya dalam mengoreksi selama proses penyusunan naskah Tugas Akhir ini.
2. Wahyu Prasetyo Utomo, M.Si., selaku dosen pembimbing dan dosen wali yang selalu memberikan motivasi, arahan, dan semangat.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Kepala Departemen Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Tugas Akhir ini dapat terselesaikan.
4. Bapak, Mamah, dan keluarga saya yang selalu memberi dukungan, doa, serta semangat tiada henti.
5. Teman-teman Kamp Ceria, Entrepreneur Muda, GA14XY atas bantuan dan segala dukungannya.
6. Seluruh Crew DH Squad yang telah sangat membantu.
7. Seluruh Anggota Lab KME, seluruh dosen, dan karyawan Departemen.
8. Seluruh Guru-guru formal dan non formal yang telah membantu saya bisa sampai disini serta semua peneliti dan penemu sebelumnya.

Semua pihak yang telah membantu yang tidak mungkin penulis sebutkan satu persatu. Semoga naskah ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 6 Agustus 2018

Penulis

DAFTAR ISI

SKRIPSI.....	i
SCRIPT	ii
LEMBAR PENGESAHAN	Error! Bookmark not defined.
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	vii
KATA PENGANTAR.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	2
1.5 Batasan Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Zeolit	5
2.1.1 ZSM-5	9
2.1.2 H-ZSM-5	10
2.2 Zeolit Hierarki	10
2.2.1 <i>Post-Synthesis</i>	10
2.2.2 Desilikasi	10
2.3 Karakterisasi yang Dilakukan	11
2.3.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	11
2.3.2 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	14
2.3.3 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen	15
2.3.4 Analisis Ukuran Pori.....	19

2.3.5 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1 Alat	23
3.2 Bahan	23
3.3 Preparasi Modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial	23
3.4 Pembuatan dan Pengenceran Larutan NaOH	23
3.4.1 Pembuatan Larutan Stok NaOH 2 M	23
3.4.2 Pengenceran Larutan NaOH 0,25; 0,5; 1 M	24
3.5 Standarisasi Larutan NaOH dengan Larutan H ₂ C ₂ O ₄	24
3.5.1 Pembuatan Larutan H ₂ C ₂ O ₄ 0,5 N.....	24
3.5.2 Standarisasi Larutan NaOH dengan H ₂ C ₂ O ₄ 0,5 N	24
3.6 Modifikasi ZSM-5 Hierarki dengan metode <i>Post-synthesis</i> desilikasi hidroksida variasi konsentrasi NaOH.....	24
3.7 Penukaran Kation ZSM-5 Hierarki menjadi H-ZSM-5 Hierarki	25
3.8 Karakterisasi ZSM-5 Hierarki	25
3.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)	25
3.8.2 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	26
3.8.3 <i>Fourier Transform Infra-Red</i> (FTIR).....	26
3.8.4 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen	26
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial dengan metode <i>Post-synthesis</i>	27
4.1.1 Modifikasi ZSM-5 Hierarki dengan Perlakuan Desilikasi Hidroksida	27
4.1.2 Penukaran Kation	28
4.2 Karakterisasi ZSM-5 Hierarki	29
4.2.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	29
4.2.2 <i>Fourier Transform InfraRed</i> (FTIR).....	32
4.2.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM)	36
4.2.4 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen	38
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	45

1.1 Kesimpulan.....	45
1.2 Saran	45
DAFTAR PUSTAKA.....	47
LAMPIRAN.....	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur kimia tetrahedral Zeolit (Singh dan Jha, 2016)	5
Gambar 2.2 Struktur primer dan sekunder dari empat jenis Zeolit (Weitkamp dkk., 1995)	6
Gambar 2.3 Keasaman Bronstead (a) dan Keasaman Lewis (b)...	7
Gambar 2.4 Skema Difraksi Sinar-X dari Bidang Kisi (Prasetyoko dkk., 2016)	12
Gambar 2.5 Difraktogram ZSM-5 dan ZSM-5 Hierarki (Ogura dkk., 2001)	13
Gambar 2.6 Spektra IR dan Pita Serapan Khas ZSM-5 (Hassaninejad-Darzi dkk., 2017)	15
Gambar 2.7 Tipe grafik Adsorpsi-Desorpsi Isotermal berdasarkan IUPAC (Prasetyoko dkk., 2016)	17
Gambar 2.8 Kurva Adsorpsi-Desorpsi Isotermal ZSM-5 sintesis (Luo dkk., 2016)	19
Gambar 2. 9 Kurva Analisis Pori (BJH) ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki (Ogura dkk., 2001)	20
Gambar 2.10 Komponen SEM (Fansuri, 2010)	21
Gambar 2.11 Mikrograf ZSM-5 Hierarki (Groen dkk., 2006)	21
Gambar 4.1 Difraktogram ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki	30
Gambar 4.2 Spektra IR ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki	32
Gambar 4.3 Proses Desilikasi	34
Gambar 4.4 Mikrograf SEM ZSM-5 Komersial	36
Gambar 4.5 Mikrograf SEM ZSM-5 Hierarki 0,25 (a.); ZSM-5 0,5 (b.); ZSM-5 1 (c.); ZSM-5 2 (d.)	37
Gambar 4. 6 Kurva Isotermal Adsorpsi-Desorpsi N ₂ dari material ZSM-5 komersial dan ZSM-5 Hierarki	39
Gambar 4.7 Distribusi ukuran Pori (BJH) pada ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki	40

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Puncak-puncak Utama ZSM-5 dan Tridymite pada Difraktogram	29
Tabel 4.2 Kristalinitas ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki..	31
Tabel 4.3 Data Perolehan Spektra IR ZSM-5 komersial, ZSM-5 Hierarki, dan literatur ZSM-5	35
Tabel 4.4 Data Analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N ₂	41
Tabel 4.5 Data Pengaruh Konsentrasi NaOH pada beberapa parameter	43

DAFTAR LAMPIRAN

A. SKEMA KERJA	51
A.1 Preparasi Modifikasi ZSM-5 Hierarki.....	51
A.2 Modifikasi Hierarki ZSM-5 dengan Variasi konsentrasi NaOH	51
A.3 Penukaran Kation Na-ZSM-5 menjadi H-ZSM-5 ...	52
A.4 Karakterisasi ZSM-5 Hierarki.....	52
A.5 Pembuatan dan Pengenceran Larutan NaOH	53
A.6 Pembuatan Ammonium Asetat 1 N.....	54
A.7 Pembuatan Asam Oksalat 0,5 N	54
B. HASIL KARAKTERISASI.....	55
B.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	55
B.2 <i>Fourier transform Infra Red</i> (FTIR)	65
B.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	70
C. PERHITUNGAN	73
C.1 Pembuatan Larutan NaOH 2 M.....	73
C.2 Pengenceran NaOH 0,25; 0,5; dan 1 M.....	73
C.3 Pembuatan Ammonium Asetat 1 N.....	74
C.4 Pembuatan Asam Oksalat 0,5 N.....	74
C.5 Standarisasi larutan NaOH 2 M dengan H ₂ C ₂ O ₄	74
D. Spesifikasi ZSM-5 Komersial	75
BIODATA PENULIS	77

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan kristal Aluminosilikat yang banyak dijumpai pada bidang industri sebagai katalis heterogen. Salah satu zeolit yang sering digunakan adalah ZSM-5 contohnya pada industri perengkahan katalitik menggunakan ZSM-5 (Artexte dkk., 2014). ZSM-5 memiliki beberapa kelebihan yaitu, kestabilan termal lebih tinggi, struktur kristal yang lebih kuat membentuk segi enam, memiliki pori mikro yang dapat dimodifikasi menjadi ZSM-5 Hierarki yang dapat digunakan untuk meningkatkan difusi reaktan (Zhang dkk., 2017).

Selain memiliki kelebihan, ZSM-5 juga memiliki kelemahan yaitu pori yang berukuran mikro (diameter pori $< 20 \text{ \AA}$). Ukuran tersebut menyebabkan molekul reaktan yang lebih besar tidak dapat masuk/berdifusi dalam pori ZSM-5, sehingga dibutuhkan modifikasi pori ZSM-5 untuk menghasilkan porositas sekunder yaitu pori meso. ZSM-5 hasil modifikasi disebut sebagai ZSM-5 Hierarki (Konno dkk., 2014 dan Zhang dkk., 2017).

ZSM-5 Hierarki memiliki rentang pori antara 20 sampai 500 Å. Pori ini dapat memiliki diameter dan volume pori yang lebih besar dibandingkan pori mikro. ZSM-5 Hierarki dapat disintesis langsung atau juga dapat diperoleh dari metode *Post-Synthesis* (modifikasi) dari ZSM-5 yang telah disintesis maupun komersial (Garcia dkk., 2016). Salah satu ZSM-5 komersial yang terdapat dalam pasar adalah ZSM-5 dari perusahaan Pingxiang Naike Chemical Industry Equipment Packing Co., Ltd . Pada sintesis maupun modifikasi dapat ditambahkan Agen Pengarah Pori (APP) berupa senyawa organik untuk membentuk pori yang lebih seragam (Zhu dkk., 2016). Salah satu yang termasuk dalam metode *Post-Synthesis* adalah desilikasi.

Desilikasi merupakan salah satu metode modifikasi dengan prinsip penghilangan SiO_2 (Silika) dengan pelarutan pada basa Hidroksida. Proses ini dapat memengaruhi keasaman, pembentukan dalam volume dan diameter pori, luas permukaan spesifik, dan kristalinitas (Ogura dkk., 2001). Perlu diadakan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh variasi konsentrasi NaOH pada modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial.

1.2 Rumusan Masalah

Penggunaan ZSM-5 sebagai katalis dalam reaksi perengkahan memiliki kelemahan. Karena ZSM-5 memiliki pori yang berukuran mikro, sehingga ukuran molekul reaktan yang lebih besar daripada pori mikro tidak dapat masuk/berdifusi dalam pori ZSM-5. Modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial. Modifikasi pembuatan ZSM-5 Hierarki dapat dilakukan dengan berbagai metode. Salah satunya adalah metode *post-synthesis* dengan cara desilikasi menggunakan NaOH. Oleh karena itu pada penelitian ini dilakukan modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial.

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh konsentrasi NaOH pada modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial dengan metode *Post-Synthesis* Desilikasi Hidroksida.

1.4 Manfaat Penelitian

Dari hasil penelitian ini diharapkan memberikan informasi mengenai pengaruh konsentrasi NaOH pada modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial dengan metode *Post-Synthesis* Desilikasi Hidroksida.

1.5 Batasan Penelitian

ZSM-5 komersial yang digunakan pada penelitian ini adalah ZSM-5 dari perusahaan Pingxiang Naik Chemical Industry Equipment Packing Co., Ltd . Penggunaan NaOH digunakan untuk agen pendesilikasi. Serta dipelajari pengaruh variasi konsentrasi NaOH terhadap struktur dan morfologi ZSM-5 Hierarki.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

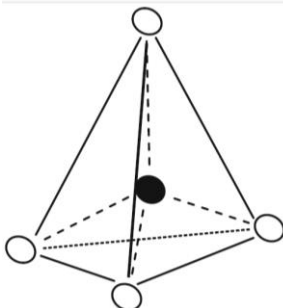
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Zeolit

Zeolit berasal dari bahasa Yunani, yaitu *Zeo* dan *Lithos*. *Zeo* berarti mendidih dan *Lithos* berarti batuan yang sebenarnya mendeskripsikan Zeolit yang mudah melepas air jika dipanaskan hingga seperti terlihat mendidih (Flanigen, 2001).

Zeolit merupakan mineral yang mengandung aluminium (Al), silikon (Si), dan Oksigen (O) sehingga dapat disebut aluminosilikat. Mineral ini berbentuk kristal dengan struktur tiga dimensi tetrahedral yang terdiri dari $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang keduanya dihubungkan atom-atom Oksigen. Struktur tiga dimensi ini berongga (pori) yang dapat terisi molekul air maupun atom logam alkali dan alkali tanah dengan yang dapat dipertukarkan ionnya (*ion exchange*). Logam-logam ini dapat berfungsi sebagai ion penyeimbang (*counter ion*) berupa Na^+ ; K^+ ; Ca^{2+} ; Ba^{2+} yang bertujuan menetralkan muatan dari Zeolit. Zeolit memiliki struktur tetrahedral (Singh dan Jha, 2016).

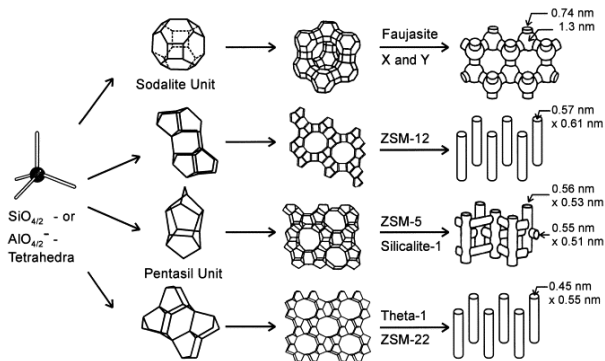


Gambar 2.1 Struktur kimia tetrahedral Zeolit (Singh dan Jha, 2016)

Struktur Zeolit yang berbentuk tetrahedral sebagai TO_4 , T = ion Si^{4+} atau Al^{3+} . Atom-atom O berada diantara dua atom T sehingga membentuk tetrahedron. Tetrahedron ini berikatan satu

dengan lainnya karena adanya pemakaian bersama satu Atom O oleh dua tetrahedral (Breck, 1974). Setiap atom Al berikatan dengan 4 atom Si yang dihubungkan oleh atom O, sehingga hanya terdapat ikatan Si – O – Al dan Al – O – Si. Struktur Zeolit terdiri dari 3 komponen, yaitu aluminosilikat, molekul air dalam fasa *Occluded*, ruang kosong yang saling terhubung berisi kation (Harben dan Kuzvart, 1996)

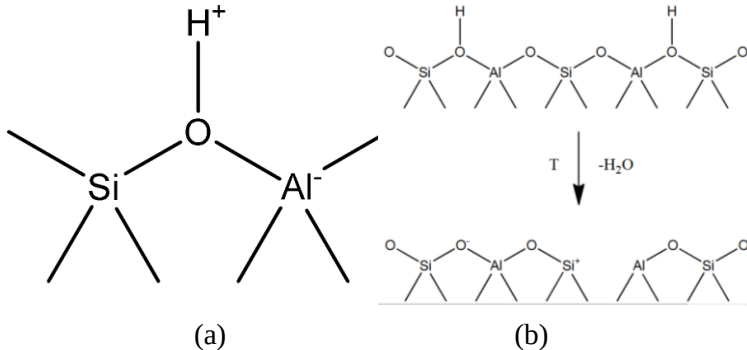
Struktur Zeolit terdiri dari TO_4 yang merupakan unit pembangun utama yang dapat digabungkan membentuk unit pembangun sekunder. Unit pembangun sekunder ini dapat berikatan dengan berbagai cara sehingga menghasilkan kerangka Zeolit yang berbeda-beda (Baerlocher dkk., 2001). Zeolit memiliki muatan.



Gambar 2.2 Struktur primer dan sekunder dari empat jenis Zeolit (Weitkamp dkk., 1995)

Zeolit bermuatan negatif dikarenakan adanya ion $[AlO_4]^{5-}$. Hal ini menyebabkan adanya sisi keasaman dari Zeolit. Keasaman ini terbagi menjadi dua, yakni keasaman Bronsted dan Lewis. Keasaman Bronsted berupa ion Hidrogen yang menyeimbangkan muatan negatif Zeolit. Keasaman Lewis terbentuk dari hasil pembentukan asam Bronsted yang dipanaskan suhu sampai $500^{\circ}C$. Asam Lewis semakin kuat dikarenakan adanya penambahan air

pada Zeolit bereaksi dengan Al^{3+} membentuk gugus asam $Al - OH$, sehingga air keluar dan akan terbentuk ion Al terkoordinasi (Singh dan Jha, 2016). Zeolit memiliki muatan positif dari ion logam dalam kerangka Zeolit (Hay, 1966).



Gambar 2.3 Keasaman Bronstead (a) dan Keasaman Lewis (b)

Rumus umum Zeolit menurut IUPAC :

$$M_{x/m} [(AlO_2)_x (SiO_2)_y] \cdot w H_2O \quad (2.1)$$

dimana M merupakan kation alkali atau alkali tanah, n adalah jumlah valensi kation, w adalah banyaknya molekul air per satuan unit sel, dan nilai x , y merupakan angka total tetrahedral per satuan unit sel. Nilai y/x biasanya bernilai 1 sampai 5 bahkan ditemukan juga Zeolit dengan y/x antara 10 sampai 100 (Bekkum, dkk., 2001).

Rumus umum lain dari Zeolit yang dapat digunakan :

$$M^n_{x/n} Si_{1-x} Al_x O_2 \cdot y H_2O \quad (2.2)$$

dimana M merupakan kation alkali atau alkali tanah. Zeolit memiliki rasio Si/Al . Rumus diatas juga didapatkan rasio Si/Al lebih besar dari 1 dan x lebih kecil dari 0,5.

Rasio Si/Al pada Zeolit digunakan untuk menyatakan jumlah kadar Aluminium (Al) dalam Zeolit. Jika kadar aluminiumnya nol maka Zeolit ini disebut silikalit (Lucas, dkk., 1997). Rasio Si/Al dapat digunakan sebagai parameter tingkat keasaman permukaan. Semakin tinggi nilai rasio berbanding lurus dengan tingkat keasaman. Kekuatan asam ini dikaitkan dengan kekuatan adsorpsi pada Zeolit (Asam Bronsted/mengandung H^+). Semakin tinggi keasaman maka, semakin tinggi kekuatan adsorpsi.

Karakteristik Zeolit sebagai berikut :

1. Dalam pori terdapat molekul air.
2. Dalam pori juga terdapat ion pembinding berupa kation-kation yang selalu bergerak dan berfungsi untuk menyeimbangkan muatan negatif dari Zeolit.
3. Pori maupun ruang kosong terbentuk dari struktur kerangka terbuka tetrahedral yang saling berikatan.
4. Berstruktur tektosilikat, struktur tiga dimensi dari tetrahedral dan beberapa atom Si yang digantikan oleh Al. $(Si+Al)/O = 0,5$.
5. Mengikuti aturan Lowensteins yang menyatakan pada pembentukan kerangka Zeolit Aluminosilikat, melarang adanya tetrahedral alumina yang saling berdekatan, tidak adanya ikatan $Al - O - Al$, dan membatasi rasio Si/Al tiap Zeolit (Fletcher dkk., 2017).

Zeolit memiliki peranan yang sangat besar dalam aktivitas manusia. Berikut merupakan beberapa aplikasi Zeolit :

1. Adsorben dan Difusi : Zeolit memiliki daerah permukaan yang mengandung struktur pori yang besar dan mendalam yang memberikan kapasitas adsorpsi. Pori – pori ini dapat mengadsorp molekul yang memiliki ukuran lebih besar daripada ukuran pori tidak akan dapat masuk dan berdifusi. Sedangkan, molekul

yang berukuran lebih kecil daripada ukuran pori akan sebaliknya.

2. Katalis : Zeolit yang memiliki pori memberikan luas permukaan internal yang lebih intensif daripada material amorf lain. Zeolit hanya dapat secara baik menjadi katalis jika ukuran molekul reaktan lebih kecil daripada pori dan ukuran molekul produk lebih kecil daripada pori. Katalis Zeolit juga dipengaruhi banyaknya sisi aktif Zeolit.
3. Penukaran ion kation-kation yang terikat pada Zeolit dapat ditukar dengan kation lain dengan pelarut.
4. *Drying Agent* Zeolit yang memiliki pori dapat menyerap air sehingga dapat digunakan sebagai agen pendehidrat.

(Gates, 1992)

Beberapa contoh Zeolit adalah Zeolit A, Zeolit Y, Zeolit X, ZSM-5, dan sebagainya.

2.1.1 ZSM-5

ZSM-5 (*Zeolite Socony Mobile Number 5*) merupakan salah satu jenis Zeolit sintetis dengan rasio Si/Al tinggi. ZSM-5 memiliki porositas tinggi yang pada seluruh strukturnya terdapat saluran tiga dimensi yang menyilang. ZSM-5 mempunyai dua jenis pori.

Pori pada ZSM-5 yang pertama berbentuk lurus dan elips. Pori yang kedua memiliki pori lurus, berpola zig-zag dan melingkar. ZSM-5 juga mempunyai permukaan inti asam dan struktur jaringan pori yang luas serta homogen. Struktur kerangka jenis bahan aluminosilikat tersebut terbentuk dari bahan dasar pembangun berupa tetrahedral atom silika atau alumina (Petushkov, 2011) .

ZSM-5 ini pertama kali dipatenkan tahun 1973 oleh Argauer dan Landolt. ZSM-5 terdiri dari 96 tetrahedral dalam satu unit selnya, 8 tetrahedral di antaranya disusun oleh atom aluminium. ZSM-5 membentuk struktur pentasil (Flanigen, 2001).

2.1.2 H-ZSM-5

H-ZSM-5 merupakan ZSM-5 yang telah dipertukarkan ionnya (kation) dengan Hidrogen (Gates, 1992). Hidrogen ini didapatkan dari asam – asam yang direaksikan dengan Zeolit dengan pertukaran ion (*ion exchange*) yang biasanya menggunakan metode Refluks pada suhu dan waktu tertentu (Ogura dkk., 2001).

2.2 Zeolit Hierarki

Zeolit Hierarki merupakan Zeolit yang memiliki porositas kedua yaitu pori meso. Tetapi Zeolit Hierarki tetap memertahankan mikroporositas dan keasamaan dari Zeolit (Feliczak-Guzik, 2017). Pori mikro memiliki diameter pori $< 20 \text{ \AA}$, sedangkan pori meso memiliki diameter pori antara 20 sampai $500 \text{ \AA}$.

2.2.1 Post-Synthesis

Post-synthesis merupakan salah satu metode yang digunakan untuk memunculkan porositas sekunder melalui modifikasi atau dengan penambahan perlakuan pada sampel hasil sintesis maupun bahan komersial (Feliczak-Guzik, 2017).

2.2.2 Desilikasi

Desilikasi merupakan salah satu perlakuan yang digunakan untuk pembuatan Zeolit Hierarki. Metode ini didasarkan pada prinsip penghilangan silika dari Zeolit yang menyebabkan adanya pembentukan pori meso. Desilikasi termasuk pada metode *Top-Down* dikarenakan munculnya pori dengan modifikasi *post-synthesis*. Proses ini dapat memengaruhi struktur dan sifat

keasaman dari Zeolit. Proses ini berakhir dengan ditandai terbentuknya porositas kedua yaitu pori meso (Feliczak-Guzik, 2017).

Metode ini pertama kali dilakukan oleh Ogura dkk. (2000), dengan sampel ZSM-5 komersial untuk mengatur kristalinitas dan menyebabkan berkurangnya volume pori mikro dan meningkatkan volume pori meso. Selain itu, didapatkan semakin tinggi konsentrasi basa, maka semakin banyak silika yang larut dan juga alumunium (akan tetapi tidak diperhitungkan). Semakin tinggi tingkat konsentrasi basa juga menurunkan kristalinitas dari Zeolit (Ogura dkk., 2001).

2.3 Karakterisasi yang Dilakukan

2.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

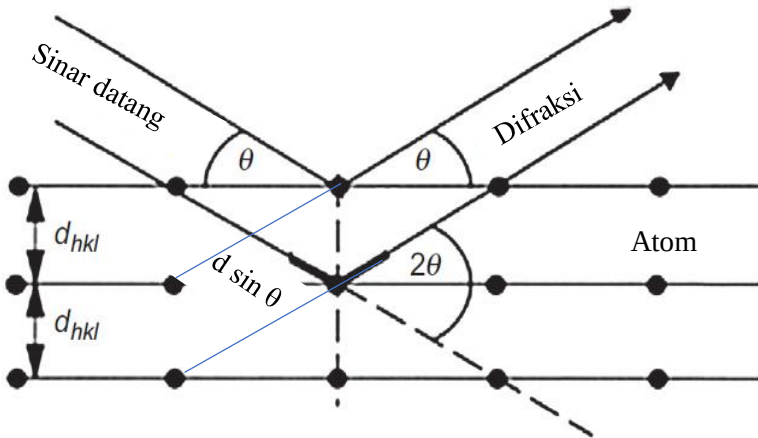
X-ray diffraction (XRD) atau difraksi sinar-X merupakan suatu teknik untuk mengetahui struktur kristalin maupun amorf dari suatu material. XRD dapat mengidentifikasi ciri utama suatu struktur, seperti parameter kisi dan tipe struktur (Prasetyoko dkk., 2016). Sampel yang dianalisis berupa padatan, serbuk, dan layar tipis. Hasil XRD berupa difraktogram.

Difraktogram XRD dapat digunakan untuk melakukan identifikasi dan analisis struktur kristal berdasarkan masing-masing puncak spesifik dari difraksi yang muncul. Pola difraksi standar yang umumnya digunakan adalah *Join Commite on Powder Diffraction Standard* (JCPDS *file*). XRD memiliki beberapa kelebihan.

Kelebihan dari XRD yaitu preparasi yang lebih sederhana dan informasi dari lebar setengah puncak dapat untuk mengetahui besar rata-rata dari ukuran kristal (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Fase kristal dapat diidentifikasi berdasarkan jarak antar bidang (d_{hkl}) atau sudut refleksi puncak (2θ) yang berhubungan. Ukuran kristal dapat dihitung menggunakan persamaan Scherrer sebagai berikut:

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta} \quad (2.3)$$

dimana D merupakan rata-rata ukuran kristal (nm); λ merupakan panjang gelombang sinar-X (nm); B yaitu lebar puncak pada setengah intensitas/FWHM (rad); θ adalah setengah sudut Bragg (Patterson, 1939).



Gambar 2.4 Skema Difraksi Sinar-X dari Bidang Kisi (Prasetyoko dkk., 2016)

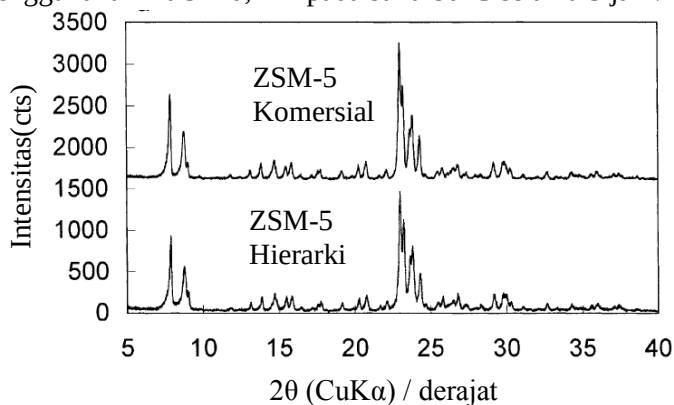
Prinsip dari Difraksi Sinar-X adalah pemancaran foton Sinar-X yang dikenakan material sehingga memunculkan beberapa interaksi yang terjadi akibat perbedaan efek hamburan dan absorpsi. Foton ini dapat dihamburkan oleh elektron pada atom tanpa adanya perubahan energi. Hamburan ini nilainya sebanding dengan pantulan dari dua bidang atom berdekatan yang berjarak d , sudut yang terbentuk karena hamburan ini disebut θ , dan menghasilkan intensitas tertinggi dengan panjang gelombang λ (Richardson, 1989). Penjelasan diatas dapat dituliskan menjadi persamaan Bragg:

$$2d \sin \theta = n \lambda \quad (2.4)$$

dimana n adalah orde sinar (bilangan bulat). Sinar-X yang mengenai kristal dengan susunan atom yang teratur akan menghasilkan kumpulan difraksi tertinggi atau intensitasnya akan tinggi dan ramping (Atkins dan Paula, 2010).

Pada Difraksi Sinar-X terdapat interaksi antara foton dan elektron diantara inti atom. Energi hamburan tetap dan dipertahankan hubungan fasanya pada gelombang yang terbentuk. Akibatnya, foton sinar-X mengenai semua atom dari volume yang disinari dan dihamburkan ke semua arah. Akibat dari sifat periodik struktur kristalin, radiasi hamburan yang dihasilkan menunjukkan karakterisasi difraksi yang dapat dipelajari untuk mengetahui struktur Kristal dari material (Atkins dan Paula, 2010).

Contoh penelitian dengan difraktogram ZSM-5 dan ZSM-5 Hierarki yang ditunjukkan pada Gambar 2.5 yang dilakukan oleh Ogura dkk., 2001 yang pertama telah melakukan modifikasi ZSM-5 menjadi ZSM-5 Hierarki dengan desilikasi Hidroksida menggunakan NaOH 0,2 M pada suhu 80°C selama 5 jam.



Gambar 2.5 Difraktogram ZSM-5 dan ZSM-5 Hierarki (Ogura dkk., 2001)

2.3.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Spektroskopi FTIR adalah suatu teknik yang didasarkan pada interaksi antara radiasi Inframerah dengan sampel. Sampel yang dapat dianalisis FTIR dapat berwujud padat, cair, atau gas. FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsi suatu sampel (Prasetyoko dkk., 2016).

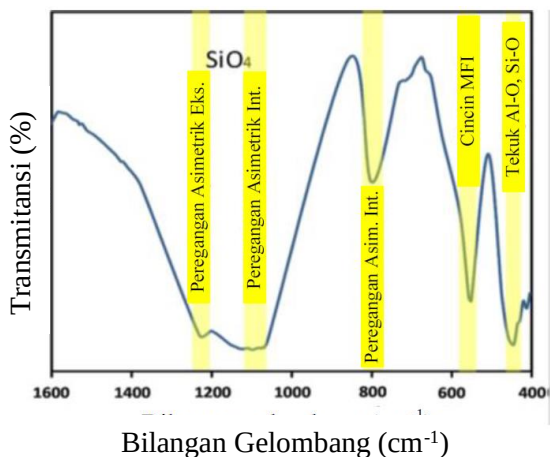
Prinsip dari FTIR adalah radiasi inframerah dilewatkan melalui sampel, maka molekul-molekulnya dapat menyerap hingga ikatan-ikatan pada molekul mengalami vibrasi (Sibilia, 1996). Vibrasi ini terjadi karena inti-inti atom yang berikatan kovalen akan mengalami vibrasi bila menyerap radiasi IR. Radiasi atau energi yang diserap menyebabkan terjadinya kenaikan amplitudo dari getaran atom-atom yang berikatan. Tiap ikatan yang berbeda akan menyerap radiasi IR pada bilangan gelombang tertentu dan spesifik.

Absorpsi inframerah oleh suatu materi dapat terjadi jika dipenuhi dua syarat, yaitu kesesuaian antara frekuensi radiasi inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwall, 1985). Pada FTIR yang diukur adalah transmitansi. Transmitansi adalah radiasi yang diteruskan atau melewati sampel hingga mengenai detektor (Sibilia, 1996). Pengukuran ini dibandingkan dengan intensitas tanpa sampel. Data yang dihasilkan dari FTIR berupa spektra yang diplot sebagai transmitansi dan bilangan gelombang (cm^{-1}) (Marcott, 1986).

Data spektra IR diperlukan untuk menganalisis senyawa hasil sintesis yang belum diketahui gugus fungsi penyusunnya yang selanjutnya digunakan untuk memperkirakan struktur senyawa. Data ini mendukung hasil dari karakterisasi dengan metode lain dan akan lebih dipercaya jika didukung data IR (Sibilia, 1996).

Contoh Spektra Inframerah dari ZSM-5 yang disintesis oleh Hassaninejad-Darzi dkk., (2017) dapat dilihat pada gambar 2.6

pada daerah bilangan gelombang 1600-400 cm^{-1} . Pita – pita serapan muncul pada 1230-1070, 1120 - 1070, 800, 550 dan 450 cm^{-1} . Pada 450 adanya vibrasi tekuk Si-O dan Al-O. Pita 550 vibrasi sensitif unit pentasil dari ZSM-5. Pita 800 adanya peregangan asimetrik eksternal seperti pada pita 1230. Pita 1120 – 1070 adanya peregangan internal asimetrik, 1230-1070 adanya tetrahedral SiO_4 .



Gambar 2.6 Spektra IR dan Pita Serapan Khas ZSM-5 (Hassaninejad-Darzi dkk., 2017)

2.3.3 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen

Adsorpsi gas Nitrogen merupakan adsorpsi fisik (Fisisorpsi) yang dapat digunakan untuk analisis material berpori mikro maupun meso untuk menentukan distribusi ukuran pori, luas permukaan spesifik material, dan volume pori. Pengamatan bentuk dan ukuran pori sangat penting untuk analisis senyawa adsorben maupun katalis berpori yang dipengaruhi proses difusi (Bansal dan Goyal, 2005).

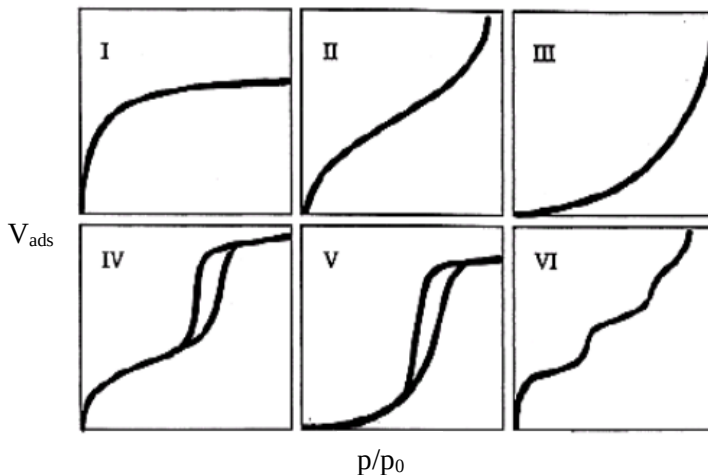
Instrumen ini memiliki gas inert dengan jumlah tertentu, pada suhu yang sangat rendah (77K), dan tekanan vakum yang diadsorpsi

pada permukaan material berpori. Fisisorpsi tergantung pada luas permukaan dan struktur pori. Luas permukaan sampel diukur dari jumlah molekul yang teradsorpsi pada monolayer. Sedangkan ukuran pori ditentukan oleh tekanan kondensasi (tekanan penguapan) gas dalam pori. Molekul gas pada monolayer teradsorpsi karena gaya tarik molekul gas-subsurat. Sedangkan molekul gas multilayer teradsorpsi karena gaya tarik antar molekul gas. Data hasil analisis instrumen ini berupa kurva isothermal Adsorpsi-Desorpsi.

Terdapat 6 tipe grafik menurut IUPAC sebagai berikut :

- Tipe I merupakan tipe fisisorpsi gas pada padatan pori mikro maupun kemisorpsi isothermal dan mengikuti adsorpsi isothermal Langmuir.
- Tipe II merupakan tipe pada padatan non pori yang adsorpsinya multilayer.
- Tipe III merupakan grafik khas untuk uap, misalnya air pada padatan hidrofobik karbon aktif. Gaya kohesi kuat yang terjadi antara molekul-molekul yang teradsorpsi.
- Tipe IV mirip dengan tipe II pada tekanan rendah dan merupakan tipe dari material pori meso. Tetapi, memperlihatkan loop histerisis yang disebabkan oleh kondensasi kapiler dalam pori meso pada tekanan tinggi.
- Tipe V mirip untuk uap seperti tipe III pada tekanan rendah. Tetapi, terlihat adanya loop histerisis yang disebabkan oleh kondensasi kapiler pada pori meso pada tekanan tinggi.
- Tipe IV mempunyai grafik isothermal seperti anak tangga, biasanya terlihat untuk adsorpsi nitrogen pada karbon tertentu (Prasetyoko, dkk., 2016).

Tipe-tipe grafik Adsorpsi-Desorpsi Isothermal dalam fisisorpsi gas ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Tipe grafik Adsorpsi-Desorpsi Isotermal berdasarkan IUPAC (Prasetyoko dkk., 2016)

Luas Permukaan spesifik suatu material merupakan luas permukaan partikel tiap satuan massa atau volume yang dapat dijelaskan dengan metode BET (Brunauer-Emmet dan Teller). BET hanya dapat digunakan untuk adsorpsi dengan nilai p/p_0 antara 0,05 – 0,3 dan diasumsikan bahwa :

1. terjadi adsorpsi multilayer, walaupun tekanan diabaikan.
2. Interaksi antar molekul teradsorpsi
3. Adsorben yang memiliki permukaan homogen (energi yang sama).
4. Kecepatan adsorpsi sebanding dengan kecepatan desorpsi

Persamaan BET sebagai berikut :

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \times \frac{P}{P_0} \quad (2.5)$$

Dimana P_0 adalah tekanan penjenjutan, V adalah jumlah gas teradsorpsi pada tekanan P , V_m adalah jumlah gas monolayer, C merupakan konstanta $\exp\left(\Delta H_{ad} - \frac{\Delta H_{cond}}{RT}\right)$.

Nilai V_m didapat dari

$$V_m = \frac{1}{\text{intersep} + \text{slope}} \quad (2.6)$$

Dimana intersep didapat dari $\frac{1}{V_m C}$ dan slope dari $\frac{C-1}{V_m C}$.

Luas permukaan memiliki persamaan sebagai berikut :

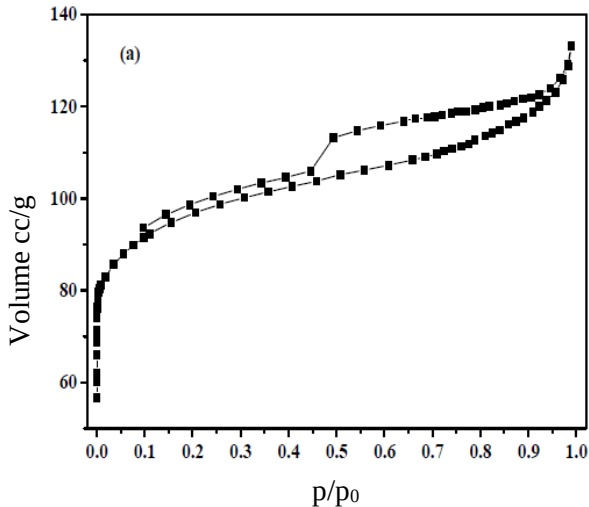
$$SA = \left(\frac{V_m}{0,0224} \right) N A \times 10^{-19} \quad (2.7)$$

Dimana V_m adalah jumlah adsorbat cm^3/g padatan, N bilangan Avogadro $6,02 \times 10^{-23}$, dan A adalah luas penampang melintang molekul adsorbat (nm) (Mc Cash, 2000).

Grafik Adsorpsi-Desorpsi Isotermal didapatkan dari plot P/P_0 sebagai sumbu x dan $P/V(P_0-P)$ sebagai sumbu y. Pada Grafik Adsorpsi untuk $P/P_0 = 0$ berarti gas yang teradsorp sangat sedikit dan monolayer yang belum terisi penuh. Peningkatan $P/P_0 < 0,1$ terjadi adsorpsi gas memenuhi monolayer P/P_0 mendekati 0,5 adsorpsi multilayer terjadi dengan jumlah yang teradsorp tidak banyak dan *slope*-nya kecil. P/P_0 mendekati 0,7 terdapat interaksi molekul gas teradsorp dengan dinding pori. $P/P_0 = 1$ terdapat molekul gas yang memenuhi pori meso.

Pada Grafik Desorpsi, kurva isotermal menunjukkan terjadinya loop histerisis (jumlah gas terdesorpsi tidak sama dengan jumlah gas teradsorp). Pada p (tekanan) yang sama, jumlah dari gas tertinggal pada permukaan material terdesorpsi lebih banyak dibandingkan adsorpsi (Prasetyoko dkk., 2016).

Penelitian Luo dkk. (2017), memberikan kurva Adsorpsi-Desorpsi Isotermal dengan metode BET dari ZSM-5 hasil sintesis. Grafik ditunjukkan pada Gambar 2.8. Hasil kurva tipe IV ditandai adanya loop histerisis yang berarti material termasuk pori meso. Histerisis terjadi karena kondensasi yang menyebabkan jumlah gas yang teradsorp berbeda dengan yang terdesorp.



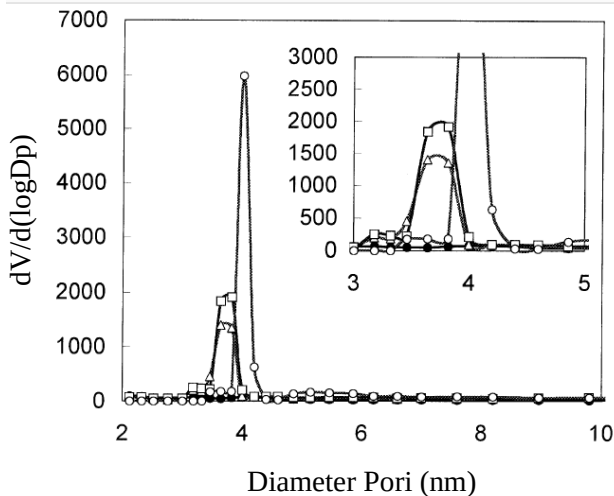
Gambar 2.8 Kurva Adsorpsi-Desorpsi Isotermal ZSM-5 sintesis (Luo dkk., 2016)

2.3.4 Analisis Ukuran Pori

Analisis ukuran pori menunjukkan persebaran diameter pori. Analisis ini biasanya menggunakan metode Barret-Joiner-Halenda (BJH), Horvarth & Kavazoe (HK), Kelvin, dan SF.

1. Model BJH menghubungkan tekanan kesetimbangan desorpsi dengan ketebalan gas teradsorp. Diaplikasikan pada kondensasi kapiler isotermal tipe IV dan V.
2. Model Kelvin menghubungkan kesetimbangan desorpsi dengan jari-jari inti gas. Diaplikasikan ketika kondensasi kapiler pada pori meso.
3. Model HK diaplikasikan pada pori mikro (< 2 nm) dan material berbentuk slit pada Karbon (C).
4. Model SF diaplikasikan pada pori mikro juga, tetapi memerlukan untuk pori bentuk silinder pada Zeolit pori mikro (Prasetyoko dkk., 2016).

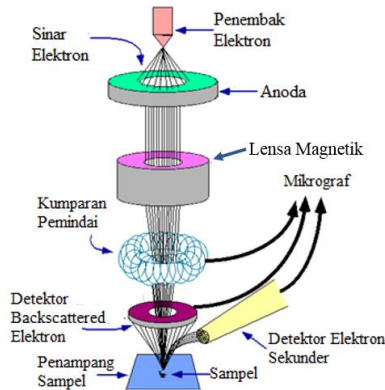
Penelitian Ogura dkk. (2001) memberikan model BJH ZSM-5 komersial maupun Hierarki. Kurva menunjukkan diameter pori bergeser mendekati 4 nm. Tingginya intensitas menunjukkan semakin banyak jumlah pori dengan diameter 4 nm.



Gambar 2. 9 Kurva Analisis Pori (BJH) ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki (Ogura dkk., 2001)

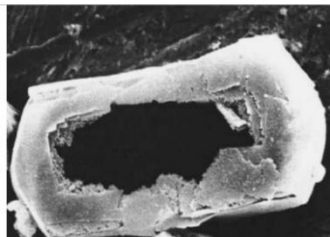
2.3.5 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Scanning Electron Microscopy (SEM) atau Mikroskop Pemindai Elektron digunakan untuk mengetahui permukaan suatu sampel. Proses kerja instrumen ini adalah dengan menembakkan elektron berkecepatan tinggi yang berasal dari sumber (*electron gun*) menuju sampel. Elektron-elektron tersebut berinteraksi dengan atom yang berada di permukaan sampel yang mengemisikan sinyal yang berisi informasi tentang topografi permukaan dan persebaran komposisi sampel (Gedde, 1995).



Gambar 2.10 Komponen SEM (Fansuri, 2010)

Terdapat tiga detektor yang digunakan dalam SEM yaitu detektor elektron sekunder (SE), *backscattered electron* (BSE), dan sinyal sinar X (EDS atau WDS). Detektor SE digunakan untuk pembentukan gambar permukaan sampel dengan hasil resolusi yang lebih tinggi. Detektor BSE dapat memberikan informasi tentang distribusi unsur yang berbeda dalam sampel. Pemancaran sinar X (EDS) menghapus berkas elektron dari sampel yang menyebabkan elektron dengan energi lebih tinggi mengisi sel dan melepaskan energi. Karakteristik sinar X mengidentifikasi dan mengukur komposisi kelimpahan unsur sampel (Fansuri, 2010). Contoh mikrograf SEM ZSM-5 Hierarki terdapat pada Gambar 2.11.



Gambar 2.11 Mikrograf ZSM-5 Hierarki (Groen dkk., 2006)

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini adalah Gelas beker, kaca arloji, krusibel, pipet tetes, pipet ukur, Botol Propilen, Erlenmeyer, Buret, Magnetic bar, Spatula, Gelas Ukur, Labu Ukur, corong, cawan krusibel, termometer, Refluks, dan Labu leher tiga.

Instrumen yang digunakan pada penelitian ini adalah Neraca Analitik, Oven, Desikator, *Magnetic Stirrer* dengan *Hot Plate*, *Fourier Transform Infra-Red 8400S* (Shimadzu), *Scanning Electron Microscopy* Flexsem 1000 (Hitachi), *X-Ray Diffraction* X'Perd MPD (PANalytical), dan Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen 3Flex Versi 4.01 (Micromeritics).

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah NaOH pelet, ZSM-5 Komersial (Pingxiang Naike Chemical,), Aquademin, Air Es, kertas saring Whatmann nomor 40, Ammonium Asetat, dan Asam Oksalat.

3.3 Preparasi Modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial

Modifikasi ZSM-5 hierarki dengan metode *Post-synthesis* desilikasi hidroksida, diawali dengan dipanaskan ZSM-5 komersial pada suhu 105°C selama 1 jam untuk menghilangkan air dengan oven.

3.4 Pembuatan dan Pengenceran Larutan NaOH

3.4.1 Pembuatan Larutan Stok NaOH 2 M

Pembuatan larutan stok NaOH 2 M diawali dengan pelet 40 g NaOH ditambahkan Aquademin dan diencerkan sampai tanda

batas pada labu ukur 500 mL. Larutan Diagitasi 3 sampai 7 kali. Larutan ditempatkan pada 2 Botol PoliPropilen 250 mL.

3.4.2 Pengenceran Larutan NaOH 0,25; 0,5; 1 M

Pengenceran larutan NaOH dilakukan dengan diambil masing-masing 12,5; 25; 50 mL dan dimasukkan masing-masing dalam labu ukur 100 mL. Aquademin ditambahkan masing-masing Aquademin hingga tanda batas. Kemudian, diagitasi 3 sampai 7 kali. Larutan ditempatkan pada Botol PoliPropilen 250 mL yang telah diberi label masing-masing 0,25; 0,5; 1.

3.5 Standarisasi Larutan NaOH dengan Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$

3.5.1 Pembuatan Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,5 N

Pembuatan Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,5 N diawali dengan padatan serbuk 3,15 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ditambahkan Aquademin dan diencerkan sampai tanda batas dalam labu ukur 100 mL. Larutan diagitasi 3 sampai 7 kali. Larutan ditempatkan pada Gelas Beker 250 mL.

3.5.2 Standarisasi Larutan NaOH dengan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,5 N

Standarisasi Larutan NaOH dilakukan dengan dengan menempatkan larutan NaOH yang ingin diketahui konsentrasinya pada buret 50 mL. Kemudian diambil 10 mL larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ke dalam erlenmeyer 100 mL yang telah ditambahkan 2 tetes indikator fenolflatlein (PP). Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ dititrasasi dengan larutan NaOH sampai muncul sedikit perubahan warna. Volume NaOH yang dibutuhkan dicatat untuk menitrasi.

3.6 Modifikasi ZSM-5 Hierarki dengan metode *Post-synthesis* desilikasi hidroksida variasi konsentrasi NaOH

Modifikasi ZSM-5 Hierarki dengan desilikasi hidroksida dilakukan dengan *menstirring* larutan NaOH pada 500 rpm dan dipanaskan hingga suhu konstan 65°C. Padatan ZSM-5 kemudian dimasukkan ke dalam larutan NaOH selama 30 menit dengan rasio padatan dan larutan 3 g per 100 mL. Variasi konsentrasi NaOH

yang digunakan adalah 0,25; 0,5; 1; 2; 2,5 M. Proses desilikasi dihentikan dengan didinginkan pada suhu ruang dengan penangas air es (*quenching*). Setelah itu, larutan disaring menggunakan kertas saring Whatmann nomor 40 dan dicuci menggunakan aquademin sebanyak 3 kali. Residu padatan ZSM-5 kemudian dikeringkan pada suhu 105°C selama 12 jam.

3.7 Penukaran Kation ZSM-5 Hierarki menjadi H-ZSM-5 Hierarki

Penukaran kation ZSM-5 dilakukan dengan ZSM-5 yang telah dicampur larutan $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ 1 N diaduk dengan *Magnetic stirrer* dan direfluks pada suhu konstan 60°C selama 3 jam. Perbandingan padatan dan larutan 1 g per 20 mL. ZSM-5 kemudian disaring dan dicuci dengan aquademin. ZSM-5 dikeringkan dengan oven pada suhu 105 °C selama 12 jam. Kemudian ZSM-5 dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam.

Masing-masing ZSM-5 yang telah didesilikasi dan dilakukan penukaran kation selanjutnya dinamakan ZSM-5 0,25 untuk konsentrasi NaOH 0,25 M; ZSM-5 0,5 untuk konsentrasi NaOH 0,5M; ZSM-5 1 untuk konsentrasi NaOH 1 M; dan ZSM-5 2 untuk konsentrasi NaOH 2 M.

3.8 Karakterisasi ZSM-5 Hierarki

3.8.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Padatan ZSM-5 sebelum dan setelah dimodifikasi dengan metode *post-synthesis* desilikasi hidroksida dikarakterisasi dengan Difraksi sinar-X (XRD). Pengukuran dilakukan dengan sumber sinar radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0.1541 \text{ nm}$) pada rentang 2θ 5-50°. XRD digunakan untuk mengetahui fasa dan kristalinitas senyawa. Hasil yang didapatkan berupa Difraktogram antara intensitas puncak difraksi sampel dengan sudut 2θ .

3.8.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Padatan ZSM-5 sebelum dan setelah dimodifikasi dengan metode *post-synthesis* desilikasi hidroksida dikarakterisasi menggunakan mikroskop pemindai elektron (SEM). Pemindaian ini untuk mengetahui morfologi permukaan, ukuran partikel, maupun persebaran unsurnya. Tegangan pemercepat yang digunakan adalah 5 kV. Karakterisasi dilakukan dengan peletakan sedikit sampel yang telah diberi *tape* Karbon pada permukaan pen. Kemudian sampel di-*coating* untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif yang selanjutnya dimasukkan dalam *sample holder* untuk karakterisasi.

3.8.3 Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Padatan ZSM-5 sebelum dan setelah dimodifikasi dengan metode *post-synthesis* desilikasi hidroksida dikarakterisasi dengan Spektrokopi inframerah (FTIR) yang dilakukan pada bilangan gelombang 400-1600 cm^{-1} . Karakterisasi dilakukan dengan dicampurkan KBr dengan sampel dan digerus pada mortar hingga homogen. Kemudian, sampel dimasukkan dalam *sample holder* kemudian dikarakterisasi.

3.8.4 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen

Padatan ZSM-5 sebelum dan setelah dimodifikasi dengan metode *post-synthesis* desilikasi hidroksida dikarakterisasi dengan Adsorpsi-Desorpsi isotermal N_2 . Sampel di-*degass* pada suhu 300°C selama 10 jam pada suhu 77K sebelum pengujian untuk menghilangkan gas yang teradsorp pada sampel. Metode Brunauer-Emmett-Teller (BET) digunakan untuk menentukan luas area spesifik (SBET). Untuk mengukur distribusi pori digunakan metode Barrett-Joyner-Halenda (BJH) pada hasil fisisorpsi N_2 .

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, telah dilakukan modifikasi ZSM-5 komersial menjadi ZSM-5 Hierarki melalui metode *Post-Synthesis* dengan perlakuan desilikasi hidroksida. Hidroksida yang digunakan pada penelitian ini adalah NaOH. Setelah dimodifikasi, dilakukan penukaran kation untuk mengubah kation yang terikat pada ZSM-5, dari kation Na^+ menjadi H^+ (selanjutnya hanya disebut ZSM-5 Hierarki). Hasil penelitian ini dikarakterisasi menggunakan beberapa instrumen pendukung seperti XRD (*X-Ray Diffraction*), FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), SEM (*Scanning Electron Microscopy*), dan Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N_2 .

4.1 Modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial dengan metode *Post-synthesis*

4.1.1 Modifikasi ZSM-5 Hierarki dengan Perlakuan Desilikasi Hidroksida

Modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial dengan rasio Si/Al 50 dilakukan dengan metode *Post-Synthesis* dengan perlakuan desilikasi hidroksida. Hidroksida yang digunakan adalah NaOH dengan variasi konsentrasi 0,25; 0,5; 1; dan 2 M yang didapatkan dari pengenceran NaOH 2 M. Wadah berbahan polipropilen (PP) digunakan untuk mencegah wadah ikut terlarut pada proses desilikasi dengan larutan NaOH berbagai konsentrasi (Ogura dkk., 2001) sehingga tidak mengganggu pelarutan Silika dari spesi ZSM-5.

Langkah pertama dilakukan pengeringan 3,3 g ZSM-5 komersial dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam untuk menghilangkan air. Kemudian dipanaskan larutan NaOH 100 mL dengan masing-masing konsentrasi 0,25; 0,5; 1; dan 2 M pada penangas minyak yang diatur pada suhu konstan 65°C . Minyak

digunakan karena tidak mudah menguap dibandingkan air. Kemudian 3,3 g ZSM-5 komersial dimasukkan dalam masing-masing konsentrasi larutan NaOH yang dipanaskan pada suhu konstan 65°C. Rasio padatan dan larutan ZSM-5 dengan NaOH 1:30 (Verboekend dkk., 2011). Campuran tersebut diaduk dengan *Magnetic Stirrer* selama 30 menit. Campuran yang telah diaduk, didinginkan langsung dengan dimasukkan ke dalam penangas air es sampai suhu ruang (Verboekend dkk., 2011) untuk menghentikan proses reaksi yang terjadi pada desilikasi. Kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatmann nomor 40 ukuran 40. Residu kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C selama 12 jam (Verboekend dkk., 2011). Pengeringan bertujuan untuk menghilangkan molekul volatil dan air. Pada langkah ini dihasilkan Na-ZSM-5.

4.1.2 Penukaran Kation

Na-ZSM-5 ditukar kationnya dari ion Na^+ menjadi NH_4^+ . Pertama, Na-ZSM-5 yang telah dipanaskan pada suhu 105°C selama 12 jam, dimasukkan ke dalam larutan 60 mL $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ 1 N yang telah dipanaskan pada penangas minyak. Rasio padatan dan larutan yang digunakan adalah 1:20. Campuran ini direfluks sambil diaduk dengan *Magnetic Stirrer* pada suhu 60°C selama 3 jam (Bariyah, 2014). Kemudian, campuran disaring dengan kertas saring Whatmann nomor 40 dan dicuci dengan aquademin untuk menghilangkan Natrium (Na) yang masih tersisa (Ogura dkk., 2001). Setelah padatan ZSM-5 dikeringkan selama 12 jam pada suhu 105°C, dikalsinasi pada suhu 550°C selama 6 jam untuk menghilangkan NH_3 (Bariyah, 2014), sehingga hanya menyisakan kation H^+ . Pada proses ini dihasilkan produk H-ZSM-5 (kemudian hanya disebut sebagai ZSM-5 Hierarki).

4.2 Karakterisasi ZSM-5 Hierarki

4.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Pada penelitian ini, analisis XRD digunakan untuk memberikan informasi kristalinitas dan fasa kristal pada ZSM-5 Komersial maupun ZSM-5 Hierarki. Karakterisasi XRD menggunakan XRD Panalytical dengan sumber radiasi $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), pemindaian dilakukan pada sudut 2θ antara $5-50^\circ$.

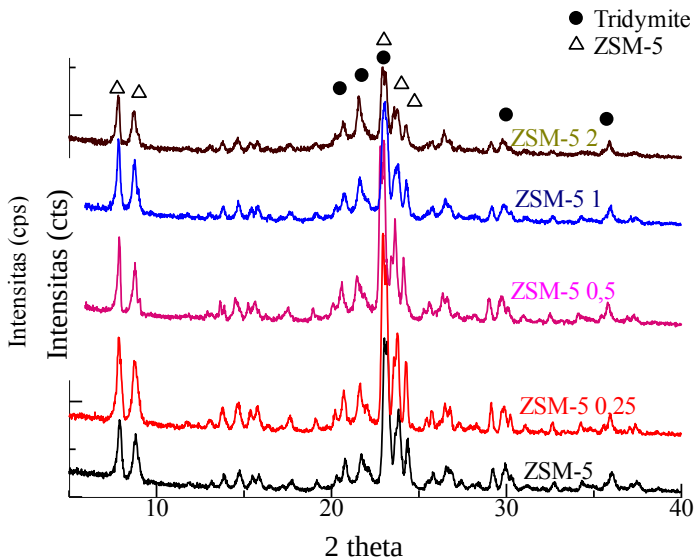
Puncak-puncak khas ZSM-5 pada difraktogram ditunjukkan pada nilai $2\theta = 7,84; 8,78; 22,98; 23,20; \text{ dan } 23,87$. Pada difraktogram didapatkan puncak-puncak baru. Pada aplikasi *Match!*, diidentifikasi puncak-puncak baru berupa SiO_2 dalam fasa simulasi Tridymite yang muncul pada puncak khas $2\theta = 20,51; 21,67; 23,24; 30,02; 35,74; \text{ dan } 35,98$. Hal ini menunjukkan bahwa ZSM-5 komersial maupun Hierarki tidak murni, karena terdapat SiO_2 sebagai fasa lain selain ZSM-5. Puncak ZSM-5 dan Tridymite pada ZSM-5 komersial dan ZSM-5 Hierarki ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Puncak-puncak Utama ZSM-5 dan Tridymite pada Difraktogram

Sampel	ZSM-5 (96-150-5107)	Tridymite (96-901-3494)
ZSM-5 Komersial	7,97; 8,83; 23,00; 23,20; 23,80	20,76; 21,70; 23,20; 29,94; 36,07
ZSM-5 0,25	7,87; 8,74; 22,93; 23,16; 23,79	20,71; 21,64; 23,16; 29,90; 35,55; 39,95
ZSM-5 0,5	7,89; 8,78; 22,77; 23,00; 23,63	20,60; 21,41; 23,40; 30,10; 35,41; 35,79
ZSM-5 1	7,81; 8,76; 22,92; 23,19; 23,82	20,74; 21,57; 23,19; 30,30; 35,91
ZSM-5 2	7,79; 8,74; 22,89; 23,14; 23,77	20,66; 21,55; 23,14; 29,78; 35,89

Pada Gambar 4.1 menunjukkan difraktogram ZSM-5 komersial dan ZSM-5 Hierarki yang didalamnya terdapat puncak-puncak khas dari ZSM-5 dan Tridymite. Lingkaran hitam merupakan puncak Tridymite dan segitiga putih sebagai puncak ZSM-5. Penelitian ini, memiliki hasil yang sesuai dengan penelitian Ogura dkk. (2001). Intensitas pada difraktogram mengalami penurunan intensitas puncak-puncak ZSM-5 seiring bertambahnya konsentrasi NaOH. Hal ini dikarenakan SiO_2 dari ZSM-5 terlarut oleh NaOH.

Pada penelitian ini terdapat puncak Tridymite yang mengalami kenaikan intensitas puncak pada ZSM-5 0,25. Hal ini dikarenakan adanya SiO_2 yang ikut terlarut selain fasa Tridymite dan ZSM-5 oleh NaOH. Menyebabkan intensitas puncak-puncak ZSM-5 dan Tridymite semakin naik.



Gambar 4.1 Difraktogram ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki

Pada ZSM-5 0,5 dan ZSM-5 1, didapatkan kecenderungan penurunan intensitas puncak-puncak khas ZSM-5. Hal ini sesuai dengan penelitian Ogura dkk. (2001) dikarenakan semakin tinggi konsentrasi NaOH terjadi penurunan kristalinitas ZSM-5 karena semakin banyak SiO_2 yang akan terlarut pada NaOH. Hal ini didukung data kristalinitas pada Tabel 4.2. Tetapi, fasa Tridymite juga mengalami penurunan intensitas karena SiO_2 dari fasa Tridymite juga ikut terlarut.

Pada ZSM-5 2, didapatkan intensitas puncak-puncak ZSM-5 dan fasa Tridymite yang sangat rendah dibandingkan ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki lainnya. Hal ini dikarenakan struktur ZSM-5 semakin rusak karena tingginya konsentrasi NaOH sehingga kristalinitas ZSM-5 menurun (Wang dkk., 2016).

Tabel 4.2 Kristalinitas ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki

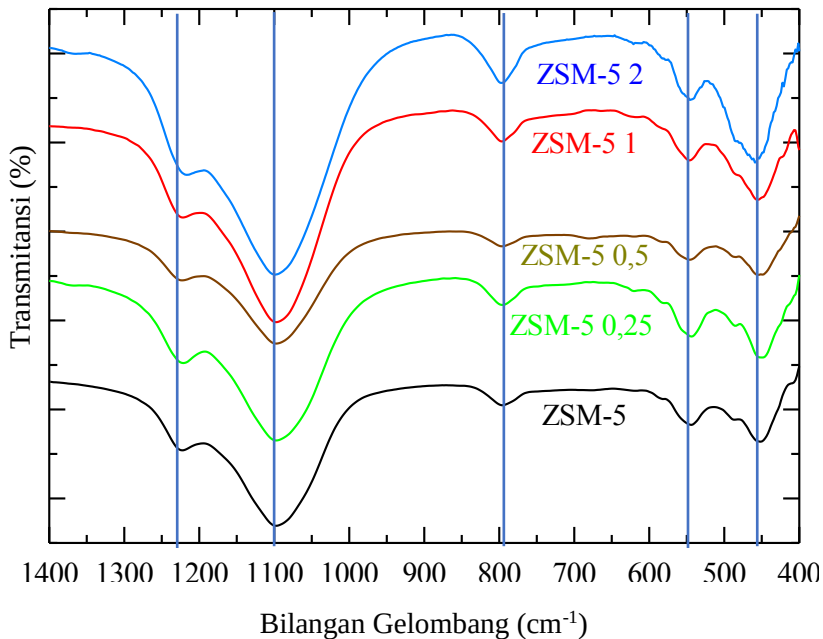
Material	Kristalinitas (%)
ZSM-5	100
ZSM-5 0,25	133,230
ZSM-5 0,5	119,592
ZSM-5 1	69,5103
ZSM-5 2	57,8365

Tabel 4.2 menunjukkan ukuran kristalinitas ZSM-5 komersial maupun hierarki. Didapatkan kristalinitas lebih tinggi daripada ZSM-5 Komersial pada ZSM-5 0,25 dan 0,5. Tetapi, lebih rendah pada ZSM-5 1 dan 2.

Pada difraktogram menunjukkan adanya puncak khas ZSM-5 dan Tridymite. Kenaikan intensitas tertinggi ZSM-5 dan tridymite terdapat pada ZSM-5 0,25. Untuk kristalinitas ZSM-5 tertinggi terdapat pada ZSM-5 0,25. Hal ini terjadi karena terlarutnya SiO_2 selain fasa ZSM-5 dan Tridymite.

4.2.2 Fourier Transform InfraRed (FTIR)

Analisis menggunakan FTIR berfungsi untuk mengidentifikasi adanya perubahan gugus fungsi pada ZSM-5. Analisis ini menggunakan *Pellet* KBr sebagai pelarut padat. Preparasi sampel untuk analisis FTIR dilakukan dengan meletakkan sedikit sampel pada alu dan ditambahkan KBr 10 kali lebih banyak dari sampel yang kemudian dianalisis menggunakan FTIR. Bilangan gelombang yang dipakai adalah $1400\text{--}400\text{ cm}^{-1}$. ZSM-5 Komersial digunakan sebagai pembanding pada ZSM-5 Hierarki.



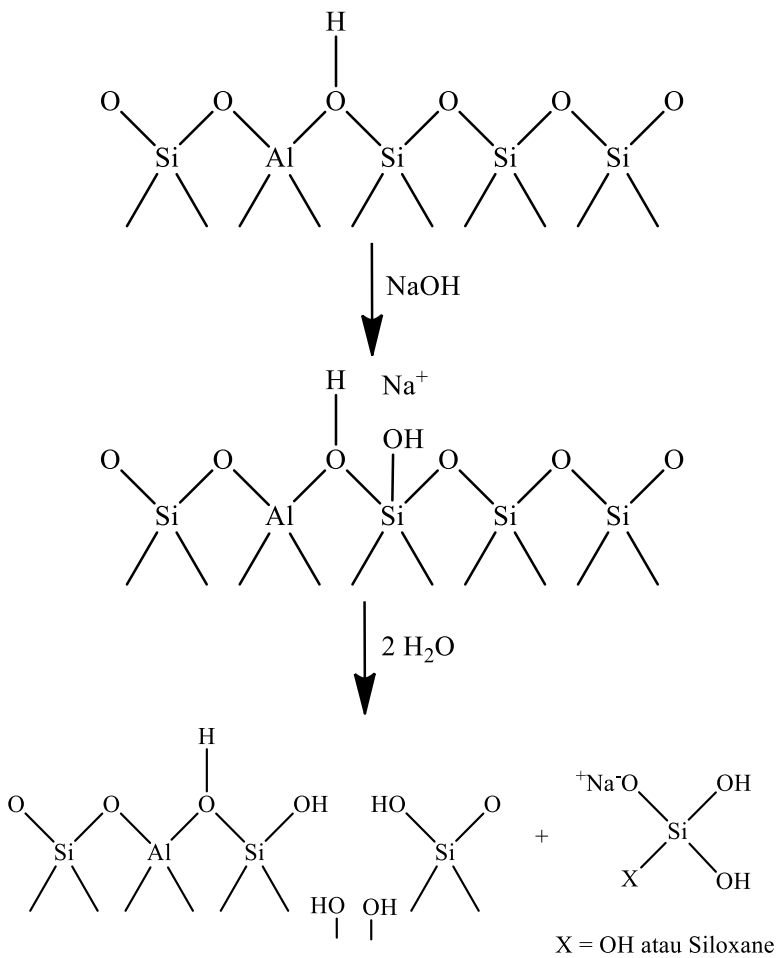
Gambar 4.2 Spektra IR ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki

Gambar 4.2, menunjukkan pita serapan yang identik satu sama lain dari ZSM-5 Komersial maupun ZSM-5 Hierarki. Terdapat pita serapan pada bilangan gelombang 450 dan 550 cm^{-1} yang

menunjukkan adanya kristal ZSM-5 yang berstruktur MFI. Mirip pada penelitian Somani dkk. (2006) yang menunjukkan adanya kristal berstruktur MFI yang didapatkan dari vibrasi kerangka pentasil pada Zeolit dengan pita serapan pada bilangan gelombang 550 cm^{-1} . Pita serapan pada bilangan gelombang 450 cm^{-1} menunjukkan vibrasi *buckling* T – O – T. Munculnya 2 pita serapan ini mirip dengan penelitian Armaroli dkk. (2016). Pada pita serapan dengan bilangan gelombang antara 1120-1070 dan 1230 - 1070 cm^{-1} , menunjukkan adanya ikatan dengan vibrasi ulur asimetrik T – O – T. Pita serapan 800 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan dengan vibrasi ulur Simetrik T – O – T. Data spektra IR ditunjukkan Tabel 4.2.

Spektra IR menunjukkan tidak adanya pembentukan gugus fungsi baru dikarenakan tidak adanya pembentukan ikatan baru pada proses hasil desilikasi. Proses desilikasi hanya merupakan proses pelarutan Silika di dalam maupun luar kristal ZSM-5. Proses desilikasi merujuk pada jurnal Feliczak-Guzik (2017) dan jurnal Koohsaryan dan Anbia (2016) ditunjukkan Gambar 4.3.

Hasil analisis FTIR ZSM-5 menunjukkan perbedaan konsentrasi NaOH tidak menyebabkan terbentuknya gugus fungsi maupun ikatan kimia baru dalam ZSM-5 Hierarki.



Gambar 4.3 Proses Desilikasi

Tabel 4.3 Data Perolehan Spektra IR ZSM-5 komersial, ZSM-5 Hierarki, dan literatur ZSM-5

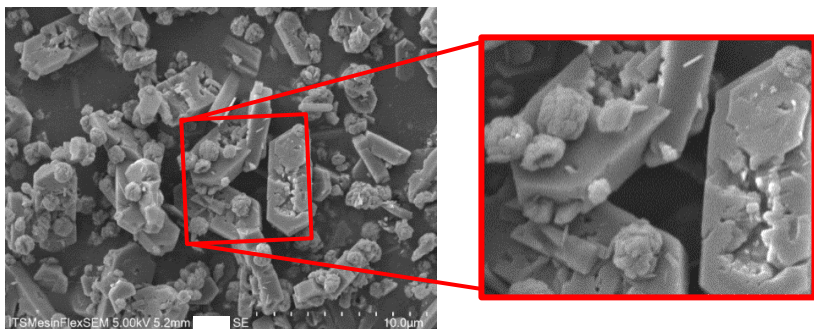
Bilangan Gelombang						Gugus Fungsi
Literatur	ZSM-5	ZSM-5 0,25	ZSM-5 0,5	ZSM-5 1	ZSM-5 2	
1230-1070	1222,91	1220,98	1222,91	1222,91	1217,12	Vibrasi ulur Asimetrik T – O – T
1120 - 1070	1097,53	1097,53	1097,53	1097,53	1099,46	Vibrasi ulur asimetrik T – O – T
800	796,63	796,63	796,63	796,63	796,63	Vibrasi ulur simetris T – O – T
550	543	543,94	545,87	545,87	545,87	Vibrasi Pentasil ZSM-5
450	451	449,43	449,43	455,22	459,07	Vibrasi perubahan ikatan Si – O, vibrasi <i>buckling</i> T – O – T

4.2.3 Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis SEM digunakan untuk mengetahui morfologi dari ZSM-5 dan Hasil ZSM-5 Hierarki. Pada gambar 4.4 ditunjukkan gambar mikrograf SEM ZSM-5 komersial. Mikrograf yang didapat sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Ogura dkk. pada tahun 2001 yang menunjukkan morfologi partikel yang berbentuk persegi panjang dan tersebar tidak merata. Partikel ZSM-5 berbentuk heksagonal.

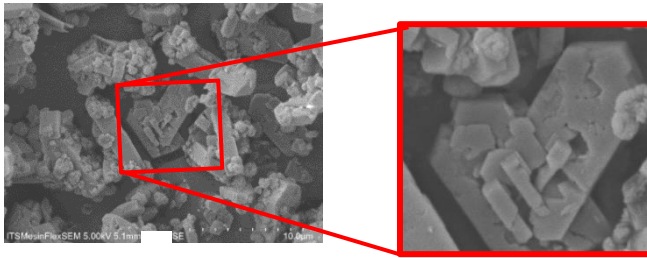
Perbedaan dengan penelitian Ogura dkk (2001) adalah pada partikel ZSM-5 komersial pada penelitian ini sedikit rusak pada beberapa bagian partikel ZSM-5 dan terdapat partikel-partikel berbentuk seperti bola dengan permukaan yang tidak rata. Hal ini disebabkan ZSM-5 komersial memiliki kemurnian yang tidak tinggi, sehingga masih terdapat fasa-fasa lain selain ZSM-5.

Gambar 4.5 menunjukkan mikrograf SEM ZSM-5 Hierarki. Pada penelitian ini sesuai dengan penelitian Ogura dkk. (2001) yang didapatkan semakin tinggi konsentrasi NaOH, terjadi peningkatan kerusakan morfologi partikel ZSM-5. Kerusakan morfologi partikel ZSM-5 ditandai dengan timbulnya lubang pada partikel yang semakin membesar hingga dinding partikel yang tergerus.

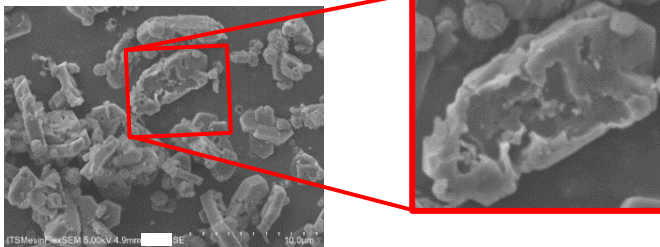


Gambar 4.4 Mikrograf SEM ZSM-5 Komersial

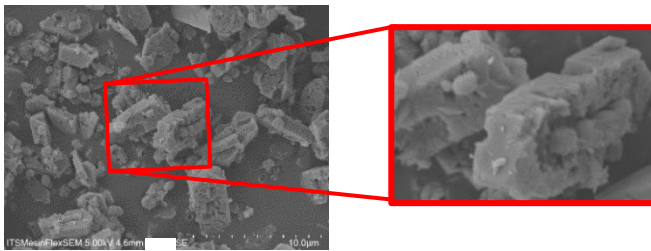
a.



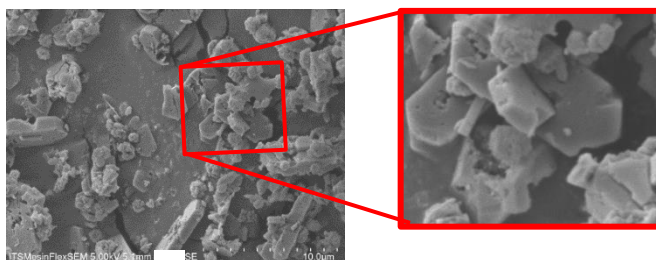
b.



c.



d.



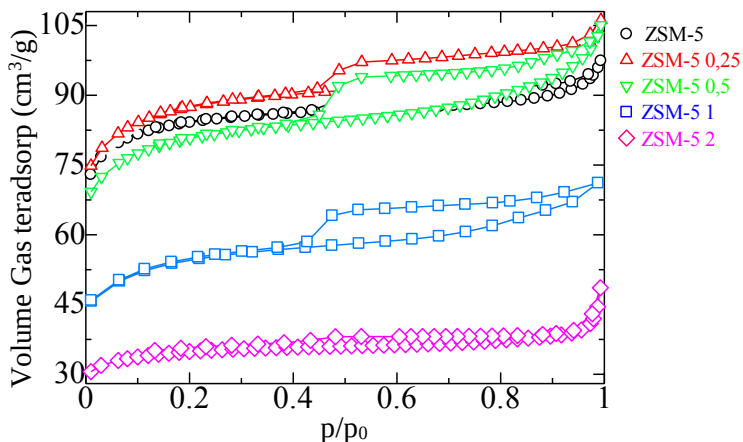
Gambar 4.5 Mikrograf SEM ZSM-5 Hierarki 0,25 (a.); ZSM-5 0,5 (b.); ZSM-5 1 (c.); ZSM-5 2 (d.)

Perbedaan dengan penelitian Ogura dkk (2001) adalah karena adanya fasa-fasa atau partikel lain selain ZSM-5 yang semakin berkurang karena terlarut oleh NaOH. Pada ZSM-5 0,25 mulai mengalami sedikit kerusakan pada partikel ZSM-5 dan mulai berkurangnya partikel-partikel berbentuk bola akibat terlarut oleh NaOH. Pada ZSM-5 0,5 sampai ZSM-5 2 mulai terdapat lubang besar pada partikel ZSM-5 dan partikel-partikel berbentuk bola yang semakin berkurang. Pada konsentrasi yang lebih besar dari 0,5 sudah terjadi pengeroposan struktur ZSM-5 dan tergerusnya dinding-dinding partikel ZSM-5. Tetapi, masih terdapat beberapa partikel-partikel berbentuk bola tak beraturan yang dimungkinkan merupakan silika (SiO_2).

Mikrograf SEM menunjukkan adanya pengurangan jumlah partikel berbentuk bola dengan permukaan tidak rata dan pengikisan partikel ZSM-5. Kerusakan partikel ZSM-5 sebanding dengan tingginya konsentrasi NaOH. Data ini mendukung data difraktogram XRD.

4.2.4 Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen

Pada penelitian ini, analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen (N_2) digunakan untuk memberikan informasi karakteristik pori dan luas permukaan material pada ZSM-5. Gas inert Nitrogen digunakan sebagai adsorbat. Pengukuran luas permukaan menggunakan metode BET (Brunauer-Emmet-Teller). Pengukuran distribusi ukuran pori menggunakan metode BJH (Barret-Joiner-Halenda). Hasil analisis BET berupa kurva isotermal dari plot grafik tekanan relatif gas (p/p_0) dengan volume gas Nitrogen yang teradsorp maupun terdesorp. Hasil kurva isotermal ZSM-5 komersial dan ZSM-5 Hierarki ditunjukkan pada Gambar 4.6.

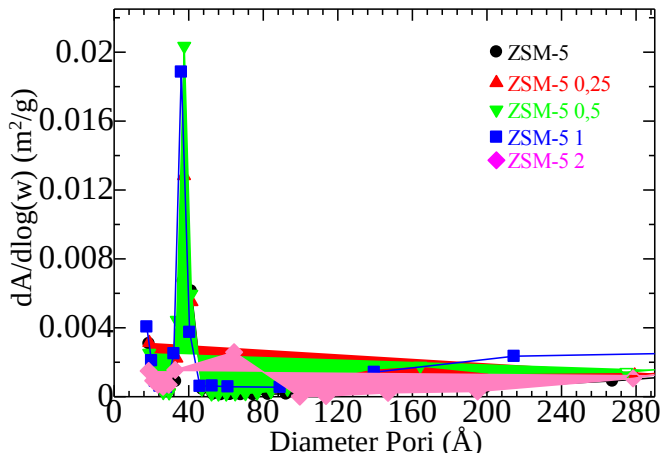


Gambar 4. 6 Kurva Isotermal Adsorpsi-Desorpsi N₂ dari material ZSM-5 komersial dan ZSM-5 Hierarki

Gambar 4.6 menunjukkan peningkatan karakteristik pori meso dikarenakan adanya pelebaran loop histerisis. Loop histerisis merupakan ciri kurva isotermal Tipe IV. Loop histerisis disebabkan adanya kondensasi kapiler dalam pori meso dengan tekanan tinggi. Loop histerisis juga menunjukkan adanya perbedaan jumlah gas yang teradsorp dan terdesorp pada tekanan relatif yang sama.

Pada ZSM-5 0,25 dan 0,5 terdapat peningkatan loop histerisis yang menunjukkan adanya peningkatan jumlah pori meso. Pada ZSM-5 1 dan 2 terdapat penurunan loop histerisis yang menunjukkan adanya penurunan jumlah pori meso (Purbaningtiast dkk., 2017). Pada ZSM-5 2 didapatkan kurva isotermal yang mirip dengan kurva isotermal Tipe I yaitu merupakan tipe pori mikro. Tetapi, terdapat sedikit loop histerisis yang menunjukkan penurunan yang signifikan jumlah pori meso pada ZSM-5 2. Hal ini didukung data volume meso pada Tabel 4.4.

Analisis distribusi ukuran pori dilakukan dengan metode BJH. Metode BJH digunakan hanya untuk analisis distribusi pori untuk ukuran meso. Kurva distribusi ukuran pori ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Distribusi ukuran Pori (BJH) pada ZSM-5 Komersial dan ZSM-5 Hierarki

Gambar 4.7 menunjukkan distribusi ukuran pori (BJH) dengan populasi terbanyak diameter pori 36-38 Å. Peningkatan populasi atau keseragaman diameter pori dengan diameter antara 36-38 Å terjadi pada material ZSM-5 0,25 dan ZSM-5 0,5 yang disertai pembentukan pori meso dengan ukuran lebih besar dari 36-38 Å. Tetapi, pada ZSM-5 0,25 diameter pori meso yang lebih besar dari 36-38 Å tidak terbentuk.

Populasi diameter pori antara 36-38 Å menurun pada material ZSM-5 1. Hal ini dikarenakan semakin tinggi konsentrasi NaOH dapat memberikan dampak rusaknya struktur porinya (Wang dkk., 2016). Pada ZSM-5 1 terbentuk pori meso dengan ukuran lebih besar dari 36-38 Å yang lebih banyak. Pada ZSM-5 2,

terjadi penurunan keseragaman pori yang signifikan dan tidak ada ukuran pori yang dominan.

Data analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N₂ berupa luas permukaan spesifik, volume pori, dan diameter pori rata-rata ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 menunjukkan peningkatan konsentrasi NaOH mengakibatkan adanya penurunan luas permukaan BET yang dimungkinkan terjadinya perusakan pori mikro membentuk pori meso yang lebih banyak.

Tabel 4.4 Data Analisis Adsorpsi-Desorpsi Isotermal N₂

Material	SBET (m ² /g)	Volume Pori (V)			Diameter pori rata- rata (Å)
		V Mikro (cm ³ /g)	V Meso (cm ³ /g)	V Total (cm ³ /g)	
ZSM-5	324,76	0,1085	0,042	0,151	18,606
ZSM-5 0,25	334,18	0,1081	0,056	0,164	19,701
ZSM-5 0,5	307,49	0,0978	0,065	0,162	21,191
ZSM-5 1	173,06	0,0620	0,047	0,110	25,436
ZSM-5 2	134,92	0,0442	0,031	0,075	22,338

Peningkatan luas permukaan spesifik BET (SBET) pada ZSM-5 0,25 menunjukkan adanya pelarutan SiO₂ selain fasa Trimydit dan ZSM-5 sehingga dapat meningkatkan luas permukaan BET. Pada ZSM-5 0,5; ZSM-5 1; dan ZSM-5 2 terjadi penurunan luas permukaan. Hal ini dimungkinkan karena rusaknya Kristal ZSM-5 dan semakin bertambahnya jumlah pori meso. Hal

tersebut dikuatkan dengan adanya mikroskop SEM ZSM-5 Hierarki pada Gambar 4.5, menjelaskan semakin tingginya konsentrasi NaOH dapat merusak morfologi ZSM-5 dan menurunkan luas permukaan spesifik BET. Peningkatan luas permukaan juga didukung data penurunan volume pori mikro dan peningkatan volume pori meso.

Penurunan volume mikro terjadi dengan semakin tingginya konsentrasi NaOH. Volume mikro mengecil dikarenakan dimungkinkan beberapa pori mikro digantikan dengan timbulnya pori meso pada hasil desilikasi. Hal ini dibuktikan dengan naiknya volume pori meso pada ZSM-5 0,25 dan 0,5. Pori meso dapat tumbuh dari pori mikro yang semakin membesar hingga membentuk pori meso. Penurunan volume pori meso terjadi pada ZSM-5 1 dan 2 dikarenakan rusaknya struktur Kristal ZSM-5. Hal ini mendukung data kurva isothermal yang mengalami penurunan loop histerisis pada dua material tersebut.

Peningkatan volume total terjadi pada ZSM-5 0,25 dan mulai menurun dengan semakin tingginya konsentrasi NaOH. Diameter rata-rata pori mengalami peningkatan sampai ZSM-5 1 dan kemudian menurun signifikan sebesar $3,1 \text{ \AA}$ pada ZSM-5 2. Penurunan ini dimungkinkan adanya pori-pori meso yang semakin membesar menjadi pori makro yang tidak dapat terdeteksi pada instrument Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen.

Berdasarkan uraian pembahasan sebelumnya, didapatkan data pengaruh konsentrasi NaOH dengan beberapa parameter yang ditunjukkan pada Tabel 4.5. Tabel 4.5 diurutkan berdasarkan hasil tertinggi pada masing-masing parameter.

Tabel 4.5 Data Pengaruh Konsentrasi NaOH pada beberapa parameter

Kristalinitas	Volume Meso	Keseragaman diameter pori 36-38 Å
0,25	0,5	0,5
0,5	0,25	0,25
1	1	1
2	2	2

Tabel 4.5 menunjukkan kristalinitas tertinggi pada konsentrasi NaOH 0,25 M. Volume pori meso tertinggi pada konsentrasi NaOH 0,5 M. keseragaman diameter pori dengan ukuran 36-38 Å tertinggi pada konsentrasi NaOH 0,5.

Desilikasi menggunakan NaOH 0,5 M menunjukkan hasil tertinggi. Karena, ZSM-5 0,5 memiliki volume pori meso dan keseragaman diameter pori dengan ukuran 36-38 Å tertinggi. Walaupun kristalinitas ZSM-5 0,5 lebih rendah ZSM-5 0,25. Tetapi, nilai kristalinitas keduanya lebih tinggi daripada ZSM-5 komersial.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

1.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian terkait pengaruh konsentrasi pada modifikasi ZSM-5 Hierarki dari ZSM-5 Komersial dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

- a. Perbedaan konsentrasi NaOH tidak memengaruhi struktur kristal yang terbentuk, namun pengaruh tampak pada perubahan kristalinitas ZSM-5, dimana kristalinitas tertinggi diperoleh pada konsentrasi NaOH 0,25 M.
- b. Perbedaan konsentrasi NaOH tidak menyebabkan terbentuknya gugus fungsi maupun ikatan kimia yang baru dalam ZSM-5 Hierarki.
- c. Semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan, semakin besar kerusakan pada partikel ZSM-5.
- d. Data Adsorpsi-Desorpsi Isotermal Nitrogen menunjukkan peningkatan tertinggi loop histerisis, volume meso, keseragaman pori 36-38 Å pada konsentrasi NaOH 0,5 M, dan peningkatan tertinggi luas permukaan spesifik pada konsentrasi NaOH 0,25 M.
- e. Pengaruh konsentrasi NaOH optimal diperoleh pada ZSM-5 0,5.

1.2 Saran

Dalam penelitian ini perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai desilikasi Hidroksida dengan dilakukan karakterisasi dengan instrumen Transmission Electron Microscopy (TEM) untuk melihat keseragaman pori dan FTIR piridin untuk keasaman.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Armaroli, T., Simon, L. J., Digne, M., Montanari, T., Bevilacqua, M., & Valtchev, V. (2016). Effects of crystal size and Si/Al ratio on the surface properties of H-ZSM-5 zeolites. *App Catal A Gen.* 306, 78-84.
- Artex, M., Lopez, G., Amutio, M., Bilbao, J., & Olazar, M. (2014). Kinetic Modelling of the Cracking of HDPE Pyrolysis Volatiles on a HZSM-5 Zeolit based catalyst. *Chemical engineering Science*, 635-644.
- Atkins, P., & Paula, J. D. (2010). *Atkins Physical Chemistry*. New York: W. H. Freeman and Company.
- Baerlocher, C., Meier, W. M., & Olson, D. H. (2001). *Atlas of Zeolite Framework Types 1st Edition*. Elsevier.
- Bansal, R. C., & Goyal, M. (2005). *Activated Carbon Adsorption*. CRC Press.
- Bariyah, U. (2014). Tesis : Pengaruh Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada Sintesis ZSM-5 dan Aktivitas Katalitiknya untuk Reaksi Esterifikasi.
- Bekkum, V. H., Flanigen, E. M., Jacobs, P. A., & Jansen, J. C. (2001). Zeolites and Molecular Sieves: An Historical Perspective. In V. H. Bekkum, E. M. Flanigen, P. A. Jacobs, & J. C. Jansen, *Studies in Surface Science and Catalysis* (p. 11). Amsterdam: Elsevier.
- Breck, D. W. (1974). *Zeolite Molecular Sieves : Structure, Chemistry and Use*. New York: Wiley.
- Byrappa, K., & Yoshimura, M. (2001). *Handbook of Hydrothermal Technology*. Norwich: William Andrew Publishing.
- Chatwall, G. (1985). *Spectroscopy Atomic and Molecule*. Bombay: Himalaya Publishing House.
- Fansuri, H. (2010). *Buku Panduan Pelatihan Instrumen Laboratorium Energi dan Rekayasa ITS*. Surabaya: ITS Press.
- Feliczak-Guzik, A. (2017). Hierarchical zeolites: Synthesis and catalytic properties. *Microporous and Mesoporous Materials*, 33-45.

- Flanigen, E. M. (2001). Studies in Surface Science and Catalysis. In H. v. Bekkum, E. Flanigen, P. Jacobs, & J. Jansen, *Studies in Surface Science and Catalysis* (p. 137). New York: White Plains.
- Fletcher, R. E., Liang, S., & Slater, B. (2017). Violations of Löwenstein's rule in zeolites. *Chemical Science*, 2.
- Garcia, J. R., Falco, M., & Sedran, U. (2016). Impact of the Desilication Treatment of Y Zeolite on the Catalytic Cracking of Bulky Hydrocarbon Molecules. *Top Catal*, 268-277.
- Gates, B. C. (1992). *Catalytic Chemistry*. New York: John Wiley & sons.
- Gedde, U. W. (1995). *Polimer Physics* (First Edition ed.). London: Chapman & Hall.
- Groen, J. C., Moulijn, J. A., & Perez-Ramirez, J. (2006). Desilication: on the controlled generation of mesoporosity in MFI zeolites. *The royal Society of Chemistry*, 2121-2131.
- Harben, P., & Kuzvart, M. (1996). *A Global Geology : Industrial minerals*. New York: Industrial Minerals Information Ltd.
- Hassaninejad-Darzi, S. K., Kavyani, S., Torkamanzadeh, M., & Tilaki, R. D. (2017). Applicability of ZSM-5 Nanozeolite to Removal of Ternary Basic Dyes : an Adsorption Study using High-accuracy UV/Vis-chemometric Methods. *Monatsh Chem*.
- Hay, R. L. (1966). *Zeolites and Zeolitic Reaction in Sedimentary Rocks*. California: Dept. Geology and Geophysics, University of California.
- Konno, H., R. O., Nishimura, J., Tago, T., Nakasaka, Y., & Masuda, T. (2014). Kinetics of the Catalytic Cracking of Naphtha over ZSM-5 Zeolite: Effect of Reduced Crystal Size on the Reaction of Naphthenes. *Catalytic Science Technology*, 4265-4273.
- Koohsaryan, E., & Anbia, M. (2016). Nanosized and Hierarchical Zeolites: A Short Review. *Chinese Journal of Catalysis*, 447-467.

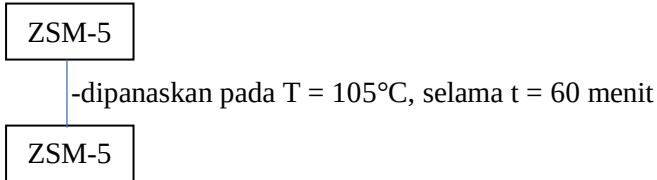
- Lucas, A. D., Canizares, P., Duran, A., & Carrero, A. (1997). Dealumination of HZSM-5 Zeolites : Effect of Steaming on Acidity and Aromatization Activity. *Applied Catalysis A : General*, 154 (1-2), 221-240.
- Marcott, C. (1986). *Metals Handbook: Materials Characterization vol. 1 InfraRed Spectroscopy*. USA: ASM International.
- Mc Cash, E. M. (2000). *Surface Chemistry* . Cambridge: Oxford University Press.
- Ogura, M., Shinomiya, S. Y., Tatenno, J., Nara, Y., Nomura, M., & Kikuchi, E. (2001). Alkali-treatment technique—new method for modification of structural and acid-catalytic properties of ZSM-5 zeolites. *Applied Catalysis A: General* 219, 33-43.
- Ogura, M., Shinomiya, S., Tatenno, J., Nara, Y., Kikuchi, E., & Matsukata, M. (2000). Formation of Uniform Mesopores in ZSM-5 Zeolite through Treatment in Alkaline Solution. *Chemistry Letters*, 882-883.
- Patterson, A. L. (1939). The Scherrer Formula for X-Ray Particle Size Determination. *Physical Review*, 978-982.
- Petushkov, A. (2011). *Synthesis and Characterization of Nanocrystalline and Mesoporous Zeolites*. Iowa.
- Prasetyoko, D. (2014). *Pentingnya Mengetahui Struktur dan Sifat Bahan*. Surabaya: Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Prasetyoko, D., Fansuri, H., Ni'mah, Y. L., & Fadlan, A. (2016). *Karakterisasi Struktur Padatan*. Yogyakarta: Deepublish.
- Purbaningtias, T., Wiyantoko, B., Kurniawati, P., Prasetoko, D., & Suprpto. (2017). The Effect of Aging Temperature on Natural Zeolite Modification. *Development of Chemical Education in 21st Century Learning* (pp. 020013-1–020013). AIP Publishing.
- Richardson, J. T. (1989). *Principles of Catalyst Development*. New York: Plenum Press.
- Sibilia, P. (1996). *Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, Second Edition*. New York: John Wiley-VCH.

- Singh, D. N., & Jha, B. (2016). *Fly Ash Zeolites : Innovations, Applications, and Directions*. Singapore: Springer.
- Somani, O. G., Choudhari, A. L., Rao, B. S., & Mirajkar, S. (2006). Enhancement of crystallization rate by microwave radiation: Synthesis of ZSM-5. *Mater. Chem. Phys.* 82(3), 538-545.
- Verboekend, D., Mitchell, S., Milina, M., Groen, J. C., & Perez-Ramirez, J. (2011). Full Compositional Flexibility in the Preparation of Mesoporous MFI Zeolites by Desilication. *The Journal of Physical Chemistry C* , 14193-14203.
- Wang, Y., Yokoi, T., Namba, S., & Tatsumi, T. (2016). Effects of Dealumination and Desilication of Beta Zeolite on Catalytic Performance in n-Hexane Cracking. *Catalysts*.
- Weitkamp, J., Fritz, M., & Ernst, S. (1995). Zeolites As Media For Hydrogen Storage. *International Journal of Hydrogen Storage*, 967-970.
- Zhang, X., Cheng, D., Chen, F., & Zhan, X. (2017). n-Heptane Catalytic Cracking on Hierarchical ZSM-5 Zeolites: The Effect of Micropore. *Chemical Engineering Science*, 352-359.
- Zhu, H., AbouHamad, E., Chen, Y., Saih, Y., Liu, W., Samal, A. K., & Basset, J. M. (2016). Organosilane with Gemini-Type Structure as the Mesoporegen for the Synthesis of the Hierarchical Porous ZSM-5 Zeolite. 2085-2092.

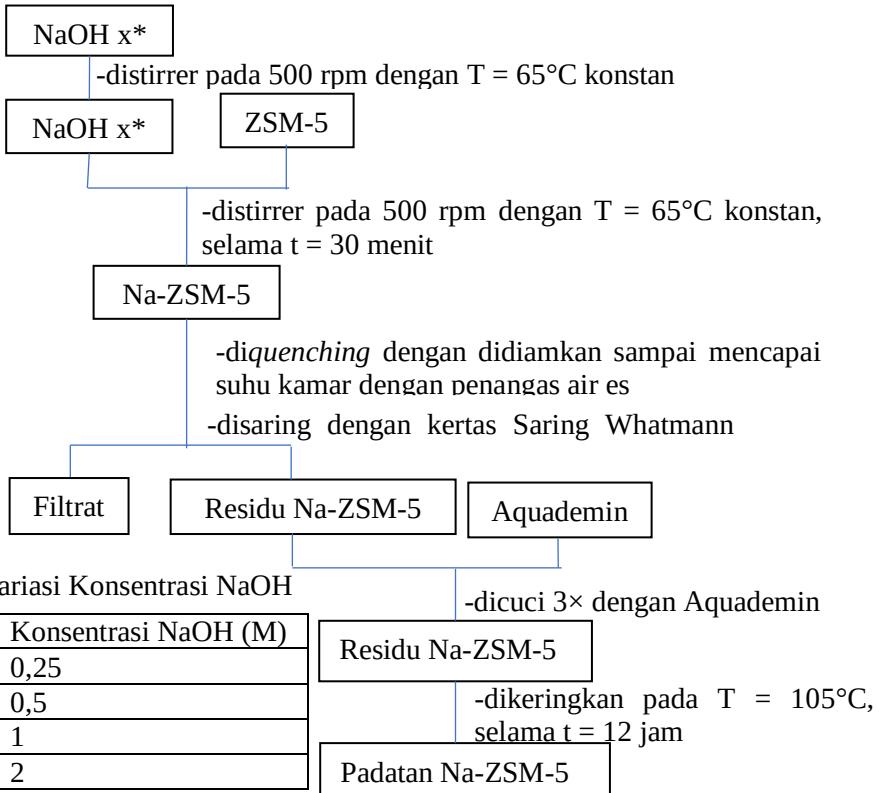
LAMPIRAN

A. SKEMA KERJA

A.1 Preparasi Modifikasi ZSM-5 Hierarki



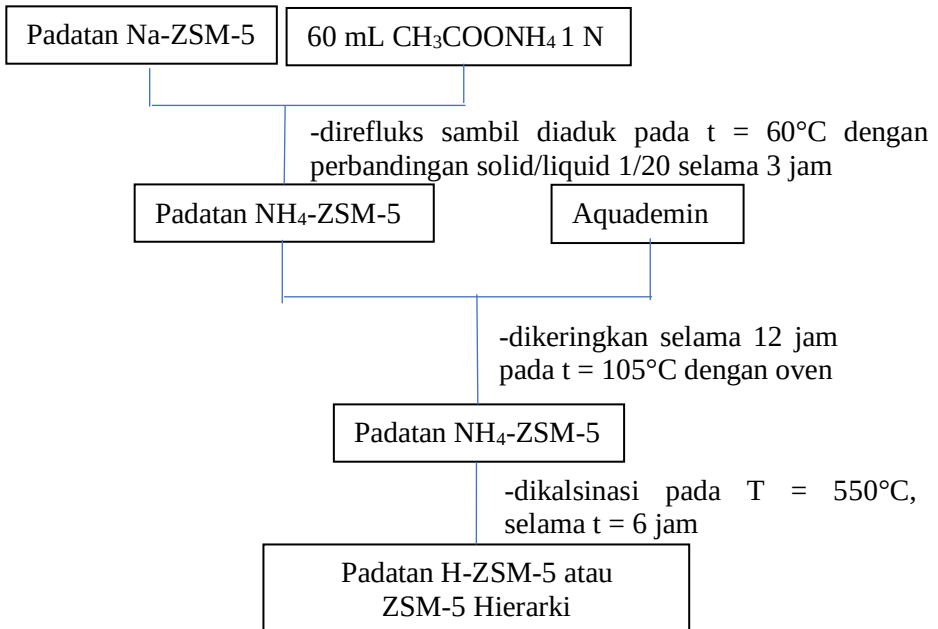
A.2 Modifikasi Hierarki ZSM-5 dengan Variasi konsentrasi NaOH



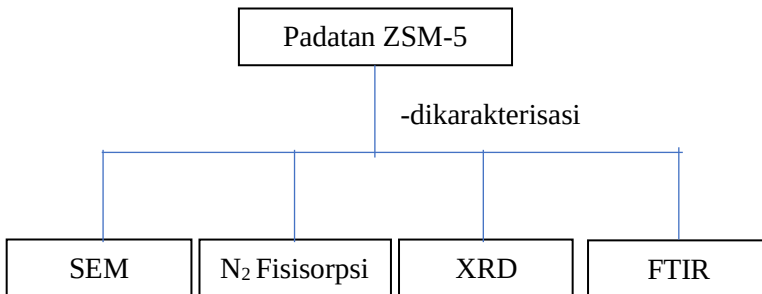
*Variasi Konsentrasi NaOH

Konsentrasi NaOH (M)
0,25
0,5
1
2

A.3 Penukaran Kation Na-ZSM-5 menjadi H-ZSM-5

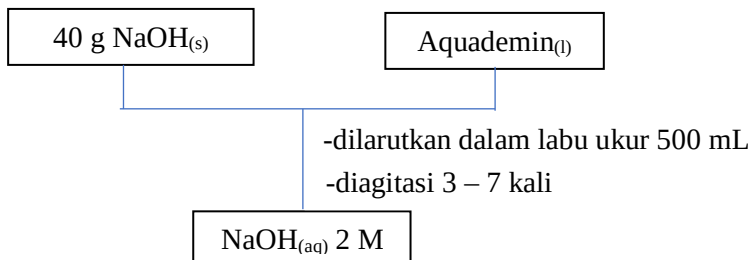


A.4 Karakterisasi ZSM-5 Hierarki

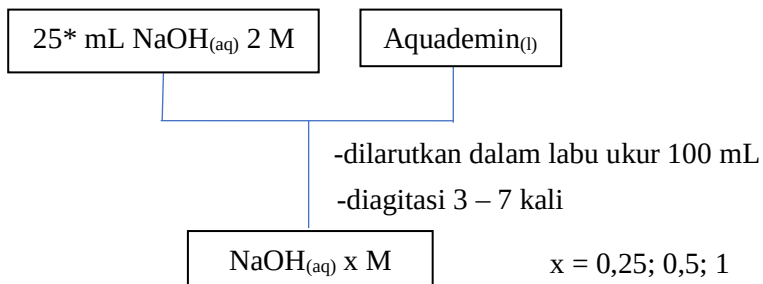


A.5 Pembuatan dan Pengenceran Larutan NaOH

A.5.1 Pembuatan Larutan Stok NaOH 2 M



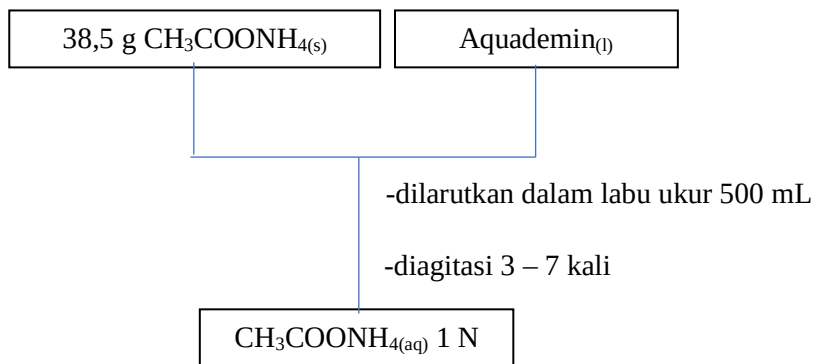
A.5.2 Pengenceran larutan NaOH 0,25; 0,5; 1 M



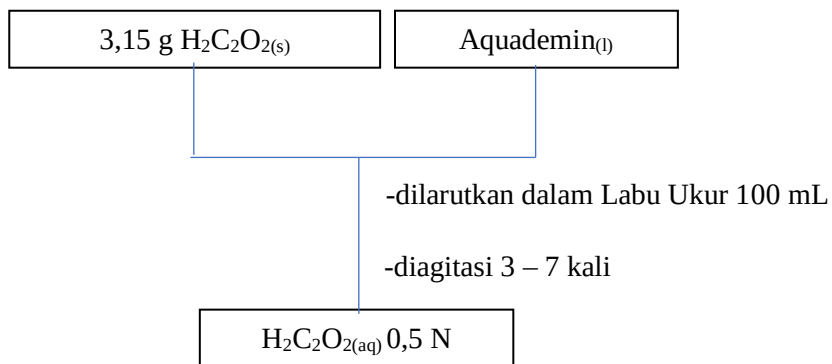
*Volume NaOH

Volume NaOH (mL)
12,5
25
50

A.6 Pembuatan Ammonium Asetat 1 N



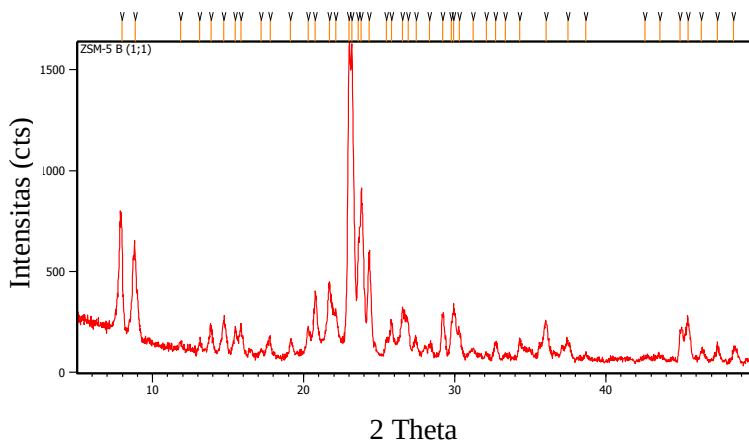
A.7 Pembuatan Asam Oksalat 0,5 N



B. HASIL KARAKTERISASI

B.1 X-Ray Diffraction (XRD)

B.1.1 Difraktogram ZSM-5 Komersial



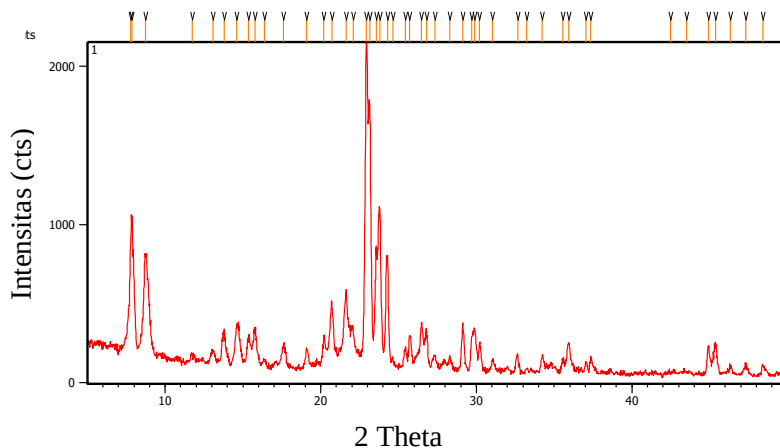
Gambar B.1.1 Difraktogram ZSM-5 Komersial

Tabel B.1.1 Data Difraktogram ZSM-5 Komersial

2Theta	Intensitas (cts)	FWHM (2Theta)
7,9763	462,21	0,1840
8,8360	434,58	0,2007
11,8697	26,99	0,2676
13,1225	39,86	0,1338
13,8671	110,60	0,1673
14,7044	148,65	0,2342
15,4690	129,57	0,0836
15,8454	136,28	0,1673
17,2021	30,80	0,2007
17,7754	88,23	0,1338
19,1284	75,18	0,2007
20,2863	146,20	0,0836
20,7658	328,57	0,0836
21,7096	347,19	0,1004

22,1438	234,23	0,1338
23,0012	1515,42	0,1171
23,2080	1552,46	0,0836
23,6317	584,94	0,0502
23,8216	837,59	0,0836
24,3388	511,54	0,1004
25,4750	90,79	0,1338
25,8291	173,01	0,1338
26,5352	236,04	0,2342
26,9205	182,82	0,1673
27,4398	103,03	0,1673
28,3267	64,46	0,2342
29,2138	217,69	0,2007
29,7848	176,46	0,1338
29,9430	252,47	0,1673
30,3220	132,14	0,1673
31,2100	52,84	0,3346
32,1071	28,23	0,2007
32,7058	82,57	0,2342
33,3432	24,84	0,2342
34,3101	96,88	0,1004
36,0707	181,69	0,2007
37,5158	84,61	0,3346
38,6989	34,02	0,2007
42,5947	16,78	0,4015
43,5952	24,80	0,4015
44,9085	147,94	0,0612
45,4539	205,84	0,1673
46,3321	43,64	0,2007
47,3973	82,62	0,1004
48,4750	59,26	0,1673

B.1.2 Difraktogram ZSM-5 0,25



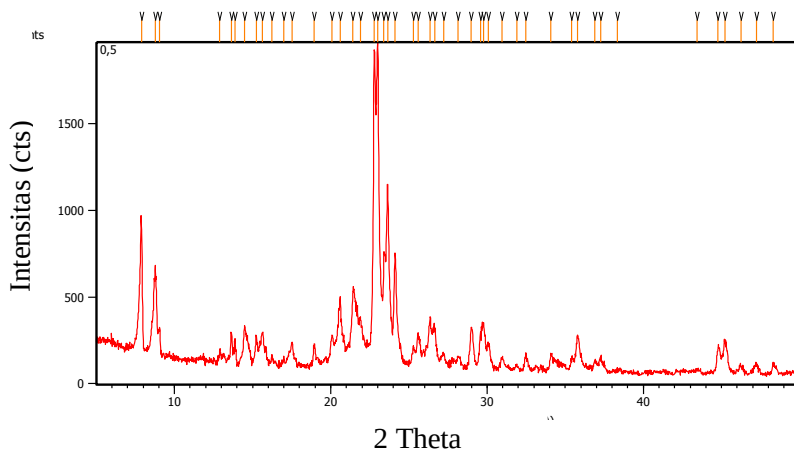
Gambar B.1.2 Difraktogram ZSM-5 0,25

Tabel B.1.2 Data Difraktogram ZSM-5 0,25

2Theta	Intensitas [cts]	FWHM (2Theta)
7,7971	693,95	0,0669
7,8784	834,82	0,0669
8,7403	625,33	0,3011
11,7378	51,63	0,1171
13,0919	77,03	0,3011
13,8046	196,31	0,2007
14,5813	239,19	0,1171
15,3563	169,76	0,1673
15,7676	220,38	0,1673
16,3697	41,82	0,2342
17,5868	120,75	0,2676
19,1059	119,34	0,1673
20,2062	206,15	0,0669
20,7113	427,54	0,0502
21,6457	506,44	0,1004
22,0749	243,74	0,1338
22,9361	2068,35	0,1673

23,1697	1573,16	0,1338
23,5710	780,72	0,1004
23,7979	1007,17	0,1338
24,2973	715,24	0,1673
24,6259	81,50	0,1004
25,4373	131,48	0,1338
25,6986	218,89	0,0669
26,4754	294,33	0,1004
26,8082	236,94	0,1338
27,3268	94,52	0,1338
28,2954	87,65	0,1004
29,1270	303,18	0,1338
29,7049	213,80	0,1338
29,9050	254,66	0,1673
30,2061	168,08	0,1506
31,0528	69,97	0,1673
32,6585	115,06	0,0669
33,2505	18,59	0,1338
34,2372	108,89	0,1673
35,5577	78,24	0,1338
35,9597	185,94	0,1338
37,0620	62,44	0,1673
37,3560	90,90	0,1338
42,4764	13,32	0,4015
43,5055	16,62	0,4015
44,9026	183,20	0,1004
45,3807	187,49	0,2007
46,3328	49,49	0,1338
47,3232	58,90	0,1338
48,4066	63,16	0,1338

B.1.3 Difraktogram ZSM-5 0,5



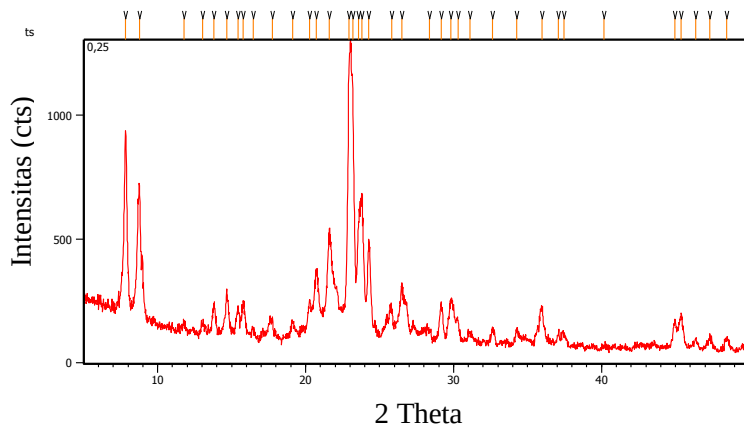
Gambar B.1.3 Difraktogram ZSM-5 0,5

Tabel B.1.3 Data Difraktogram ZSM-5 0,5

2 Theta	Intensitas (cts)	FWHM (2Theta)
7,8971	699,04	0,1171
8,7862	468,98	0,0836
9,0596	158,36	0,0669
12,8955	44,44	0,3346
13,6590	168,43	0,1004
13,8692	110,70	0,0669
14,4880	211,65	0,1004
15,2359	160,74	0,0669
15,6348	181,64	0,1171
16,2416	50,85	0,1004
16,9789	35,62	0,1004
17,5334	132,49	0,1004
18,9505	129,58	0,1171
20,0578	164,67	0,1338
20,6022	401,99	0,0669
21,4174	431,67	0,1171

21,8850	286,52	0,1338
22,7728	1756,81	0,1004
23,0089	1856,62	0,1004
23,4023	669,50	0,1004
23,6384	1063,97	0,0836
24,1042	626,31	0,1171
25,2716	120,71	0,1338
25,5859	210,61	0,1673
26,3641	301,63	0,1171
26,6416	238,43	0,1673
27,2109	94,15	0,1338
28,1496	70,96	0,2007
28,9619	230,86	0,0836
29,5813	197,66	0,1338
29,7936	256,85	0,1673
30,1017	144,21	0,1338
30,9472	67,08	0,2007
31,9114	27,08	0,2007
32,4747	89,23	0,2007
34,0937	97,29	0,1004
35,4189	76,63	0,1673
35,7905	218,93	0,0836
36,8823	64,10	0,1338
37,2663	84,39	0,1338
38,3362	14,52	0,4015
43,4366	20,14	0,4015
44,7713	142,19	0,1673
45,2236	184,85	0,1338
46,2701	40,42	0,2676
47,2359	52,25	0,2007
48,3160	52,48	0,1338

B.1.4 Difraktogram ZSM-5 1



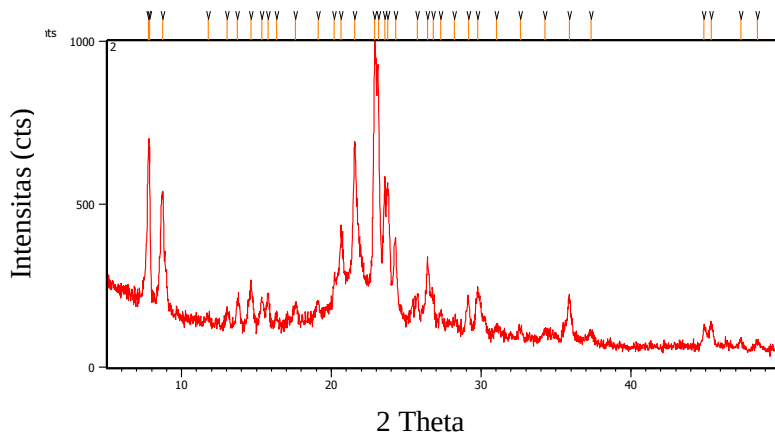
Gambar B.1.4 Difraktogram ZSM-5 1

Tabel B.1.4 Data Difraktogram ZSM-5 1

2 Theta	Intensitas (cts)	FWHM (2Theta)
7,8162	740,13	0,1338
8,7650	535,29	0,0836
11,7994	24,73	0,2007
13,0430	36,27	0,2676
13,8062	109,10	0,2007
14,6771	169,07	0,2007
15,4448	111,03	0,2007
15,7948	128,14	0,2342
16,4573	32,32	0,2007
17,7523	75,38	0,2676
19,1130	68,27	0,2007
20,2649	158,30	0,1673
20,7417	290,21	0,2342
21,5797	407,98	0,2007
22,9263	1079,12	0,0836
23,1940	965,66	0,1171
23,5737	459,34	0,1338

23,8223	585,30	0,1673
24,2568	381,08	0,1171
25,8095	134,44	0,1673
26,5035	223,63	0,1338
28,3530	50,65	0,2007
29,1568	160,80	0,1338
29,8062	167,25	0,3011
30,3062	95,10	0,1171
31,1066	44,93	0,2676
32,6211	67,77	0,1338
34,2635	61,49	0,1338
35,9620	156,31	0,2007
37,0867	53,21	0,1004
37,4450	57,85	0,2676
40,1806	2,94	0,4015
44,9463	109,93	0,1673
45,3898	131,94	0,2007
46,3617	42,30	0,1004
47,3043	45,32	0,2007
48,4702	40,84	0,2676

B.1.5 Difraktogram ZSM-5 2



Gambar B.1.5 Difraktogram ZSM-5 2

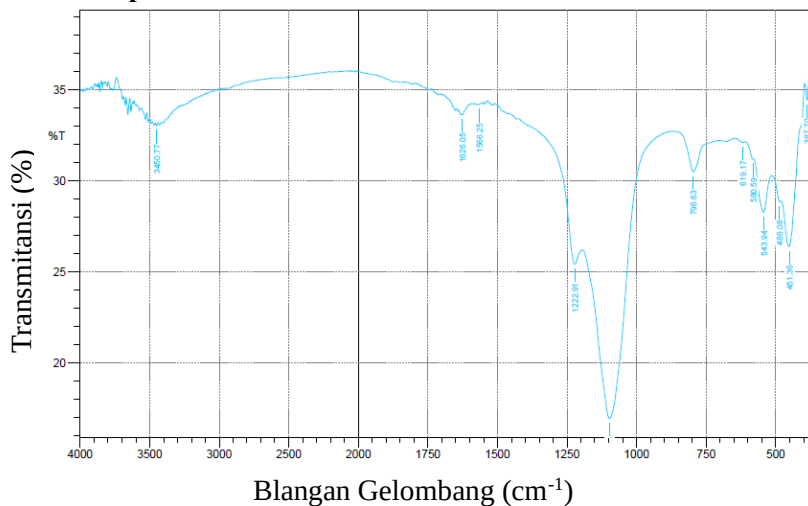
Tabel B.1.5 Data Difraktogram ZSM-5 2

2 Theta	Intensitas (cts)	FWHM (2Theta)
7,7962	470,86	0,0836
7,8772	388,16	0,0669
8,7493	359,34	0,1004
11,7994	11,86	0,3346
13,0275	43,96	0,1673
13,7347	71,16	0,2007
14,6447	131,63	0,2007
15,3502	82,19	0,2007
15,7712	97,88	0,1004
16,3425	34,30	0,2007
17,5989	69,38	0,2676
19,1205	85,60	0,2342
20,1810	145,31	0,1338
20,6648	296,98	0,2007
21,5586	578,63	0,1004
22,8939	897,89	0,1171

23,1402	748,62	0,1004
23,5849	478,49	0,0502
23,7721	448,42	0,1673
24,2904	294,47	0,1338
25,7628	121,51	0,2007
26,4372	234,48	0,1004
26,8115	110,31	0,2007
27,3244	70,72	0,2007
28,2149	51,10	0,4015
29,1526	123,20	0,1673
29,7802	140,03	0,2342
31,0439	38,45	0,4015
32,6269	33,00	0,2676
34,2569	36,98	0,3346
35,8928	147,19	0,1338
37,3633	33,56	0,2676
44,8825	65,05	0,1338
45,3900	67,55	0,1673
47,3398	28,91	0,2007
48,4627	22,55	0,2676

B.2 Fourier transform Infra Red (FTIR)

B.2.1 Spektrum FTIR ZSM-5 Komersial

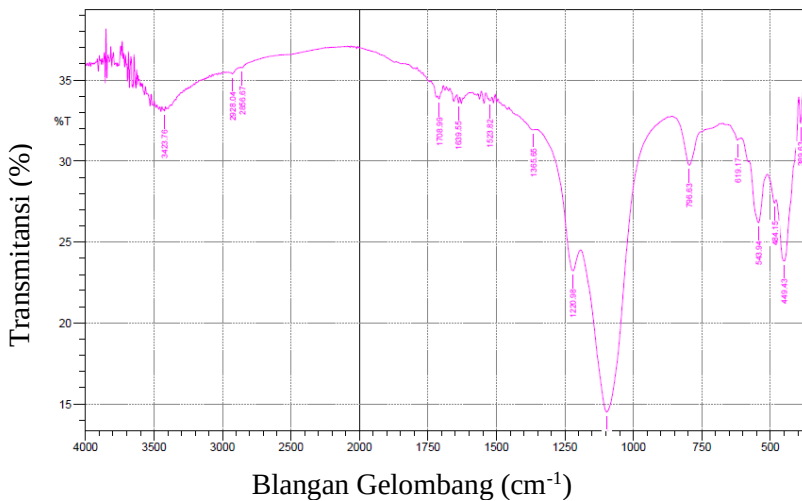


Gambar B.2.1 Spektrum FTIR ZSM-5 Komersial

Tabel B.2.1 Data FTIR ZSM-5 Komersial

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Transmitansi (%)
1.	387,7	34,432
2.	451,36	26,375
3.	486,08	28,846
4.	543,94	28,267
5.	580,59	31,177
6.	619,17	32,101
7.	796,63	30,476
8.	1097,53	16,926
9.	1222,91	25,403
10.	1566,25	34,174
11.	1626,05	33,636

B.2.2 Spektrum FTIR ZSM-5 0,25

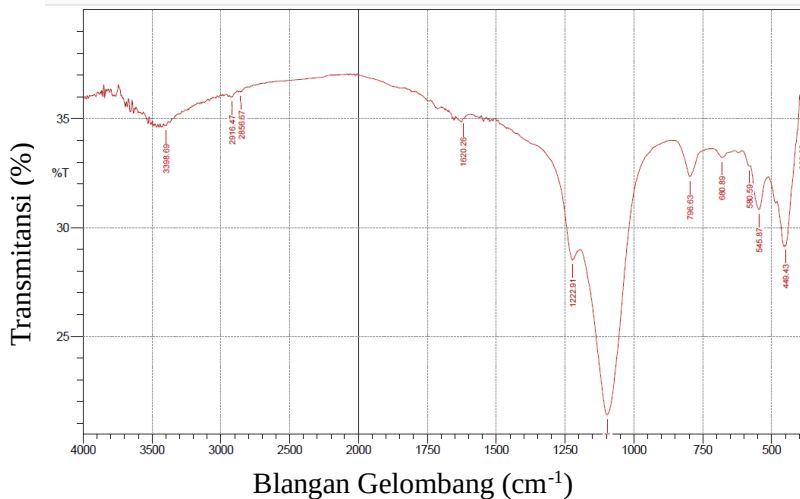


Gambar B.2.2 Spektrum FTIR ZSM-5 0,25

Tabel B.2.2 Data FTIR ZSM-5 0,25

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Transmitansi (%)
1.	389.63	32.304
2.	449.43	23.839
3.	484.15	27.408
4.	543.94	26.193
5.	619.17	31.307
6.	796.63	29.748
7.	1097.53	14.517
8.	1220.98	23.217
9.	1365.65	31.917
10.	1523.82	33.712
11.	1639.55	33.593
12.	1708.99	33.825
13.	3423.76	33.076

B.2.3 Spektrum FTIR ZSM-5 0,5

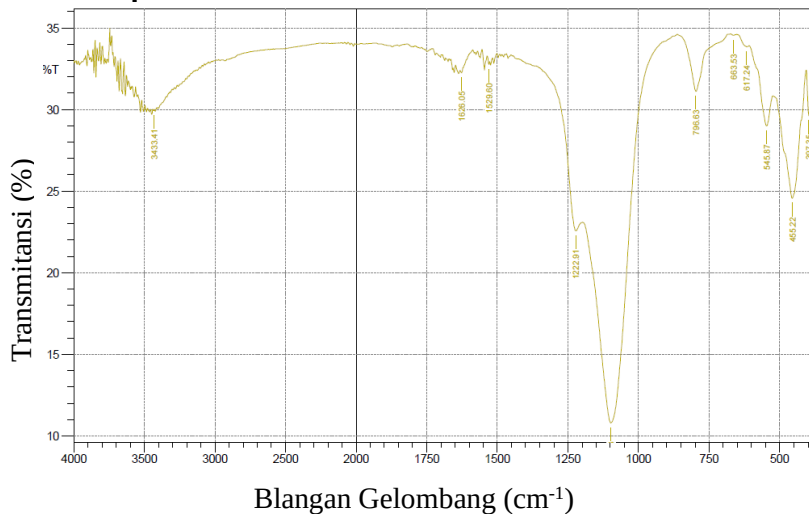


Gambar B.2.3 Spektrum FTIR ZSM-5 0,5

Tabel B.2.3 Data FTIR ZSM-5 0,5

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Transmitansi (%)
1.	389.63	34.638
2.	449.43	29.154
3.	545.87	30.827
4.	580.59	32.825
5.	680.89	33.216
6.	796.63	32.334
7.	1097.53	21.403
8.	1222.91	28.505
9.	1620.26	34.982
10.	2856.67	36.225
11.	2916.47	36
12.	3398.69	34.67

B.2.4 Spektrum FTIR ZSM-5 1

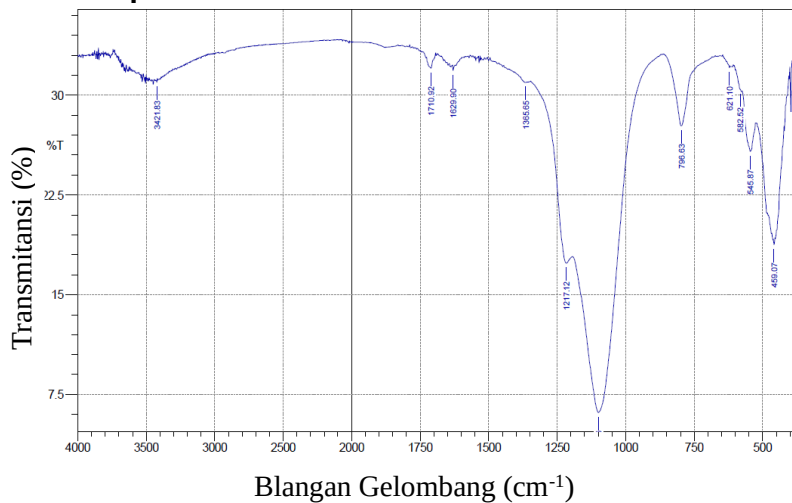


Gambar B.2.4 Spektrum FTIR ZSM-5 1

Tabel B.2.4 Data FTIR ZSM-5 1

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Transmitansi (%)
1.	397,35	29,609
2.	455,22	24,560
3.	545,87	28,897
4.	617,24	33,848
5.	663,53	34,548
6.	796,63	31,120
7.	1097,53	10,808
8.	1222,91	22,574
9.	1529,6	32,748
10.	1626,05	32,260
11.	3433,41	29,938

B.2.5 Spektrum FTIR ZSM-5 2



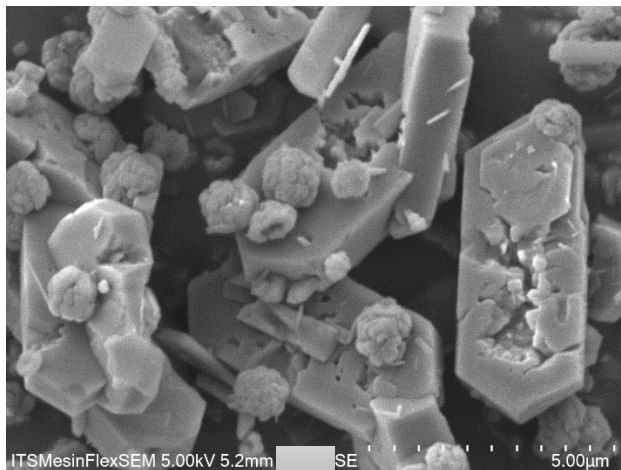
Gambar B.2.5 Spektrum FTIR ZSM-5 2

Tabel B.2.5 Data FTIR ZSM-5 2

No.	Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)	Transmitansi (%)
1.	459,07	18,744
2.	545,87	25,779
3.	582,52	30,432
4.	621,10	32,048
5.	796,63	27,694
6.	1099,46	6,139
7.	1217,12	17,367
8.	1365,65	30,964
9.	1629,90	31,861
10.	1710,92	32,033
11.	3421,83	30,961

B.3 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

B.3.1 Mikrograf ZSM-5 Komersial



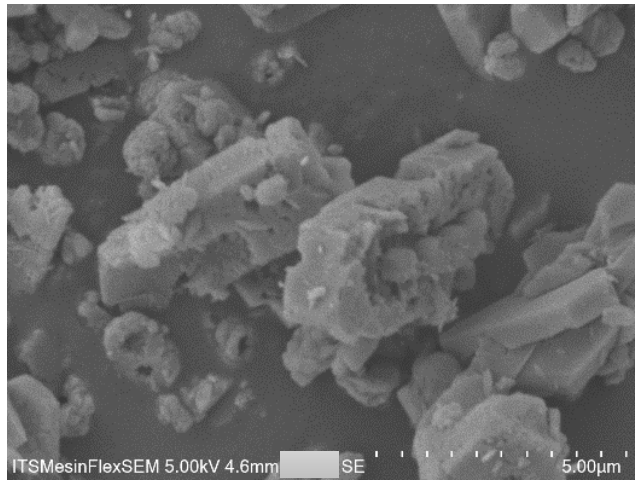
Gambar B.3.1 Mikrograf ZSM-5 Komersial

B.3.2 Mikrograf ZSM-5 0,25



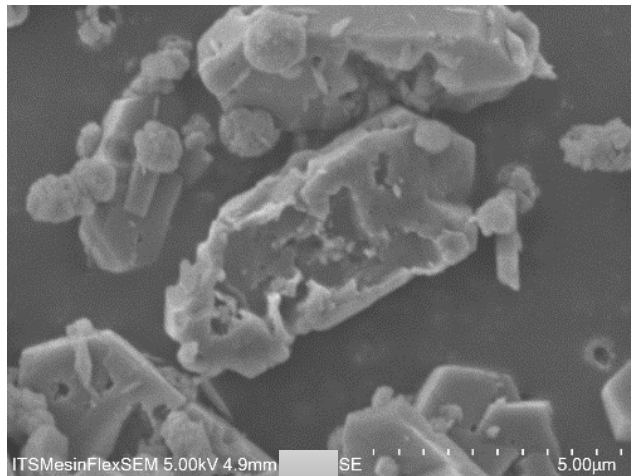
Gambar B.3.2 Mikrograf ZSM-5 0,25

B.3.3 Mikrograf ZSM-5 0,5



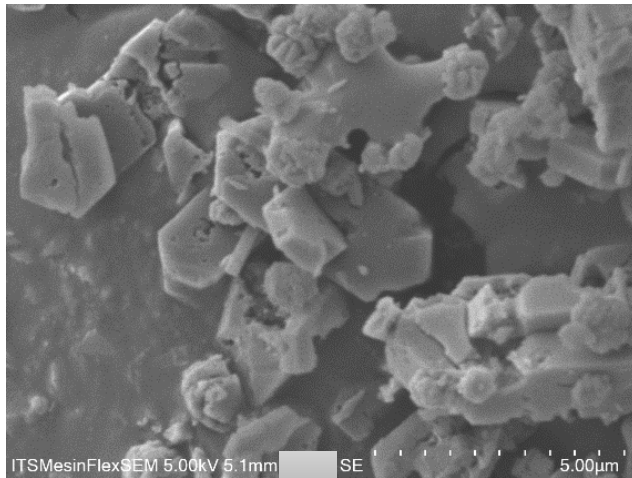
Gambar B.3.3 Mikrograf ZSM-5 0,5

B.3.4 Mikrograf ZSM-5 1



Gambar B.3.4 Mikrograf ZSM-5 1

B.3.5 Mikrograf ZSM-5 2



Gambar B.3.5 B.3.4 Mikrograf ZSM-5 2

C. PERHITUNGAN

C.1 Pembuatan Larutan NaOH 2 M

$$M_{NaOH} = \frac{n_{NaOH}}{V}$$

$$2 M_{NaOH} = \frac{n_{NaOH}}{0.5 L}$$

$$n_{NaOH} = 1 \text{ mol}$$

$$n_{NaOH} = \frac{m_{NaOH}}{Mr_{NaOH}}$$

$$1 \text{ mol} = \frac{m_{NaOH}}{40 \text{ g/mol}}$$

$$m_{NaOH} = 40 \text{ g}$$

C.2 Pengenceran NaOH 0,25; 0,5; dan 1 M

C.2.1 NaOH 0,25 M dari NaOH 2 M

$$M_{NaOH \text{ 2 M}} \times V_{NaOH \text{ 2 M}} = M_{NaOH \text{ 0,25 M}} \times V_{NaOH \text{ 0,25 M}}$$

$$2 M_{NaOH \text{ 2 M}} \times V_{NaOH \text{ 2 M}} = 0,25 M \times 100 \text{ mL}$$

$$V_{NaOH \text{ 2 M}} = 12,5 \text{ mL}$$

C.2.2 NaOH 0,5 M dari NaOH 2 M

$$M_{NaOH \text{ 2 M}} \times V_{NaOH \text{ 2 M}} = M_{NaOH \text{ 0,5 M}} \times V_{NaOH \text{ 0,5 M}}$$

$$2 M_{NaOH \text{ 2 M}} \times V_{NaOH \text{ 2 M}} = 0,5 M \times 100 \text{ mL}$$

$$V_{NaOH \text{ 2 M}} = 25 \text{ mL}$$

C.2.3 NaOH 1 M dari NaOH 2 M

$$M_{NaOH \text{ 2 M}} \times V_{NaOH \text{ 2 M}} = M_{NaOH \text{ 1 M}} \times V_{NaOH \text{ 1 M}}$$

$$2 M_{NaOH \text{ 2 M}} \times V_{NaOH \text{ 2 M}} = 1 M \times 100 \text{ mL}$$

$$V_{NaOH \text{ 2 M}} = 50 \text{ mL}$$

C.3 Pembuatan Ammonium Asetat 1 N

$$M_{\text{Ammonium Asetat}} = \frac{n}{V}$$

$$1 M_{\text{Ammonium Asetat}} = \frac{n}{0,5 L}$$

$$n_{\text{Ammonium Asetat}} = 0,5 \text{ mol}$$

$$n_{\text{Ammonium Asetat}} = \frac{m_{\text{Ammonium Asetat}}}{Mr_{\text{Ammonium Asetat}}}$$

$$0,5 \text{ mol} = \frac{m_{\text{Ammonium Asetat}}}{77 \text{ g/mol}}$$

$$m_{\text{Ammonium Asetat}} = 38,5 \text{ g}$$

C.4 Pembuatan Asam Oksalat 0,5 N

$$M_{\text{Asam Oksalat}} = \frac{n_{\text{Asam Oksalat}}}{V}$$

$$0,25 M = \frac{n_{\text{Asam Oksalat}}}{0,1 L}$$

$$n_{\text{Asam Oksalat}} = 0,25 \text{ mol}$$

$$n_{\text{Asam Oksalat}} = \frac{m_{\text{Asam Oksalat}}}{Mr_{\text{Asam Oksalat}}}$$

$$0,25 \text{ mol} = \frac{m_{\text{Asam Oksalat}}}{126 \text{ g/mol}}$$

$$m_{\text{Asam Oksalat}} = 3,15 \text{ g}$$

$$M_{\text{Asam Oksalat}} \times \text{valensi} = N_{\text{Asam Oksalat}}$$

$$0,25 \text{ mol}_{\text{Asam Oksalat}} \times 2 = 0,5 N$$

C.5 Standarisasi larutan NaOH 2 M dengan H₂C₂O₄

$$N_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} = N_{\text{Asam Oksalat}} \times V_{\text{Asam Oksalat}}$$

$$2 N \times V_{\text{NaOH}} = 0,5 N \times V_{\text{Asam Oksalat}}$$

$$V_{\text{Asam Oksalat}} = 2,5 \text{ mL}$$

Volume NaOH titrasi (mL)
2,7
2,6
2,6

D. Spesifikasi ZSM-5 Komersial

Pingxiang Naike Chemical Industry Equipment
Packing Co.,Ltd

No.91 Anyuan west street, Pingxiang City,
Jiangxi Province, China

www.laiko.net Email: cathy@nkchem.com

Tel: [+86 799 3673808](tel:+867993673808) Fax: [+86 799](tel:+867993673808)

[3673808](tel:+867993673808)

ZSM-5

Introduction:

Zeolite ZSM-5 are mainly applied for catalytic cracking, catalytic dewaxing, toluene disproportionation, xylene isomerization, ethylene- benzene alkylation, methanol converting to gasoline, methanol catalytic dehydration to produce dimethyl ether, and lower carbon hydrocarbon aromatization. Zeolite ZSM-5 with the properties of good thermotolerance, acid resistance and thermostability, they can be used as catalytic cracking active component to improve the gasoline octane number, propylene yield or hydrocarbons isomerization ability.



(technical data)

产品名称(Zeolite Type)	ZSM-5				
产品组分(Product Components)	SiO ₂ /Al ₂ O ₃ /H ₂ O/Na ₂ O				
外观(Shape)	White powder				
直径(Diameter), μm	2-5				
阳离子型(Cation Type)	H	H	H	H	H
硅铝比(SiO ₂ /Al ₂ O ₃), mol/mol	32-40	50	80	150	≥300
相对结晶度(Crystallinity), %	98	95	90	95	98
晶体尺寸(Crystal Size), μm	1.0	0.5-1.0	0.5-1.0	0.5-1.0	0.5
比表面积(Surface Area, BET), m ² /g	≥340	≥340	360	≥340	≥365
氧化钠(Na ₂ O), % m/m	0.07	0.08	0.07	0.05	0.03
灼减(LOI), % m/m (1000 °C, 1h)	9.0	<10	<10	<10	≤10

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Penulis yang bernama Denny Okta Kusuma Wardhana yang biasa dipanggil Dhana. Penulis merupakan putra kedua dari dua bersaudara keluarga Bapak Koeswadji B.Sc. dan Ibu Sulastri S.Sos.. Penulis diterima di Jurusan Kimia (sekarang: Departemen Kimia), Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (sekarang: Fakultas Ilmu Alam), Institut Teknologi Sepuluh Nopember tahun 2014 dengan NRP 1414100080 (sekarang: 01211440000080). Penulis pernah menempuh pendidikan pada TK Negeri Pembina Nganjuk (2002-2003), SD Negeri Payaman II Nganjuk (2003-2009), SMP Negeri 1 Nganjuk (2009-2012), SMA Negeri 2 Madiun (2012-2014), Kimia FIA ITS (2014-sekarang). Penulis pernah aktif menjadi staff Departemen Perekonomian HIMKA-ITS 2015 - 2016, Staff Departemen Syiar CIS Kimia-ITS 2015 – 2016, Staff SC Kaderisasi HIMKA-ITS 2015 – 2016, Ketua UKM CMC Kimia-ITS 2015-2016, Koordinator Sie 3D big event Jurusan Chemistry Week 8 2015-2016. Penulis pernah melakukan kerja praktik pada Laboratorium Forensik POLRI cabang Surabaya. Penulis pernah menjadi penulis kedua pada artikel ilmiah berjudul “Magnesium *Biodegradable* yang Disintesis melalui Elektrolisis Air Laut sebagai Material Berkelanjutan untuk Aplikasi Ortopedik: Studi Potensi“. Penulis dapat berdiskusi masalah Zeolit, kimia, lingkungan, peradaban, dan ekonomi melalui email dennywardhana79@gmail.com.