



---

## SKRIPSI

# PENGARUH RASIO MOL $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ PADA SINTESIS ZEOLIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG

PRIMA KIRANA DEWI  
NRP 012 1 12 4000 0106

Dosen Pembimbing  
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc  
Drs. Eko Santoso, M.Si

DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOEMBER  
SURABAYA  
2019



---

## SCRIPT

# INFLUENCE OF $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MOLE RATIO ON THE SYNTHESIS OF ZEOLITE FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG DIRECTLY

PRIMA KIRANA DEWI  
NRP 012 1 12 4000 0106

Advisor Lecturer  
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc  
Drs. Eko Santoso, M.Si

DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
FACULTY OF SCIENCE  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019

**PENGARUH RASIO MOL Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> PADA SINTESIS  
ZEOLIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA  
LANSUNG**

**SKRIPSI**

Disusun untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Gelar  
Sarjana Program Studi S-1  
Departemen Kimia  
Fakultas Sains  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Oleh:

**PRIMA KIRANA DEWI  
NRP 012 1 12 4000 0106**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS SAINS  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2019**

## LEMBAR PENGESAHAN

### PENGARUH RASIO MOL Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> PADA SINTESIS ZEOLIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG

SKRIPSI

Oleh:

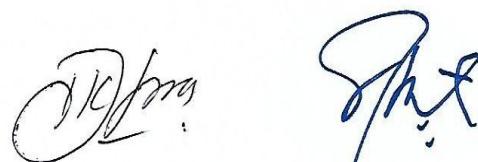
PRIMA KIRANA DEWI

NRP 012 1 12 4000 0106

Surabaya, 02 Juli 2019

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 002

Drs. Eko Santoso, M.Sc

NIP. 19640115 198910 1 001



Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 00

# **PENGARUH RASIO MOL Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> PADA SINTESIS ZEOLIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG**

**Nama : Prima Kirana Dewi**  
**NRP : 01211240000106**  
**Departemen : Kimia**  
**Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc**  
**Drs. Eko Santoso, M.Si**

## **ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> terhadap pembentukan zeolit dari kaolin Bangka Belitung secara langsung. Variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> yang digunakan sebesar 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3. Sintesis zeolit dilakukan dengan kaolin sebagai prekursor melalui tahap pengadukan dan hidrotermal pada suhu 100°C selama 120 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX). Hasil karakterisasi dengan XRD dan spektroskopi inframerah menunjukkan fase zeolit Na-P terbentuk pada variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,5; 0,7 dan 0,9. Pada variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,3; 0,4; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3 terbentuk fase sodalit, selain itu pada rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,3 juga terbentuk fase zeolit Na-A. Hasil SEM-EDX menunjukkan morfologi hasil sintesis pada variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,5 dan 0,7 dengan bentuk beraneka ragam dan tidak beraturan dengan adanya agregat. Rasio mol SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sampel rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,5 dan 0,7 berturut-turut sebesar 0,77 dan 0,78.

**Kata kunci:** zeolit, kaolin, variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>, zeolit Na-P, sodalit

# INFLUENCE OF $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ MOLE RATIO ON THE SYNTHESIS OF ZEOLITE FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG DIRECTLY

**Name** : Prima Kirana Dewi  
**NRP** : 01211240000106  
**Department** : Chemistry  
**Advisor Lecture** : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc  
                          Drs. Eko Santoso, M.Si

## ABSTRACT

The purpose of this research was studied the effect of variation Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio towards synthesis zeolite from kaolin Bangka Belitung through direct synthesis. Variation of Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio were used are 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 and 1,3. Synthesis of zeolite was done with kaolin as precursor by stirring and hydrothermal process at 100°C for 120 hours. Solid products were characterized using infrared spectroscopy (*FTIR*), X-ray diffraction (*XRD*), Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (*SEM-EDX*). The result of XRD difractometer and infrared spectroscopy showed zeolite Na-P was formed at Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio = 0,5; 0,7 and 0,9. On Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio = 0,3; 0,4; 0,7; 0,9; 1,1 and 1,3 sodalite were formed, furthermore on Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio = 0,3 also formed zeolite Na-A. The result of SEM-EDX showed that the morphology of samples on Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio = 0,5 and 0,7 are various shape and irregular shape with aggregate. SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mole ratio of sample on Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio = 0,5 and 0,7 are 0,77 and 0,78 respectively.

**Keywords:** zeolite, kaolin, variation of  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  mole ratio, zeolite Na-P, sodalite

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul “PENGARUH RASIO MOL  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  PADA SINTESIS ZEOLIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG SECARA LANGSUNG”. Tugas akhir ini dibuat sebagai syarat untuk mendapatkan gelar Sarjana di Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Dengan penuh kerendahan hati, penulis menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. selaku dosen pembimbing sekaligus Kepala Departemen Kimia yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah tugas akhir ini.
2. Bapak Drs. Eko Santoso, M.Si. selaku dosen pembimbing II yang telah memberikan dukungan dan bimbingan dalam penyusunan naskah tugas akhir ini.
3. Bapak Drs. Agus Wahyudi, M.S. selaku dosen wali yang telah membantu dan membimbing saya dalam hal akademik selama kuliah di Departemen Kimia ITS.
4. Bapak Dr. Djoko Hartanto, M.Si. selaku Kepala Laboratorium Kimia Material dan Energi yang telah memberikan fasilitas selama penggerjaan tugas akhir ini.
5. Kedua orang tua dan keluarga besar yang tiada henti memberikan doa dan dukungan.
6. Teman-teman Kimia angkatan 2012, 2013, 2014, anggota DPRG dan mahasiswa anggota Lab KME yang selalu memberikan saran dan dukungan.
7. Semua pihak yang membantu dalam penyelesaian tugas akhir ini.

Penulis menyadari bahwa penulisan naskah tugas akhir ini tidak lepas dari kekurangan karena keterbatasan kemampuan, pengetahuan, dan pengalaman yang penulis miliki. Oleh karena itu

penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun untuk dapat meningkatkan kualitas naskah tugas akhir ini.

Akhir kata, penulis berharap agar tugas akhir ini dapat memberikan manfaat dan pengetahuan bagi para pembaca.

Surabaya, 02 Juli 2019

Prima Kirana Dewi

## DAFTAR ISI

<b>LEMBAR PENGESAHAN.....</b>	<b>iv</b>
<b>ABSTRAK.....</b>	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR .....</b>	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR GAMBAR .....</b>	<b>xi</b>
<b>DAFTAR TABEL.....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Penelitian .....	3
1.4 Tujuan Penelitian .....	3
1.5 Manfaat .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....</b>	<b>5</b>
2.1 Kaolin.....	5
2.2 Zeolit .....	6
2.3 Sintesis Zeolit.....	11
2.4 Metode Hidrotermal.....	15
2.5 Tinjauan Karakterisasi Zeolit.....	16
2.5.1 Difraksi sinar-X ( <i>X-Ray Diffraction / XRD</i> ) .....	16
2.5.2 <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	18
2.5.3 <i>Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX) .....	20
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>23</b>

3.1 Alat dan Bahan.....	23
3.1.1 Alat .....	23
3.1.2 Bahan.....	23
3.2 Prosedur Penelitian .....	23
3.2.1 Sintesis Zeolit.....	23
3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis.....	24
3.3.1 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	24
3.3.2 Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR) ....	25
3.3.3 Scanning Electron Microscopy-Enegy Dispersive X-ray (SEM-EDX) .....	25
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>27</b>
4.1 Sintesis Zeolit.....	27
4.2 Tinjauan Karakterisasi Zeolit.....	29
4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD) .....	29
4.2.2 Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR).. ..	33
4.2.3 Karakterisasi SEM-EDX .....	38
<b>BAB V KESIMPULAN.....</b>	<b>41</b>
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>43</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>53</b>
Lampiran A.     Diagram Alir Penelitian.....	53
Lampiran B.     Perhitungan Sintesis Zeolit.....	54
Lampiran C.     Data Karakterisasi .....	56
<b>BIODATA PENULIS .....</b>	<b>75</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur (a) kaolinit, (b) lapisan tetrahedral dan (c) lapisan oktahedral .....	6
Gambar 2.2 Gabungan unit bangun primer $(\text{SiO}_4)^{4+}$ membentuk unit bangun sekunder .....	8
Gambar 2.3 Ukuran relatif beberapa cincin $n$ zeolit dan penyaring molekul .....	10
Gambar 2.4 Struktur kristal zeolit A .....	10
Gambar 2.5 Grafik kristalinitas zeolit beta dengan rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ yang berbeda.....	13
Gambar 2.6 Difraksi sinar-X .....	17
Gambar 2. 7 Difraktogram XRD sampel yang disintesis dengan konsentrasi NaOH (S3) 1 M, (S5) 3 M, (S6) 4M dan (S7) 5 M (P1: NaP1 dan S: hidroksi sodalit) .....	18
Gambar 2.8 Spektra FTIR zeolit Na-P .....	20
Gambar 2.9 Morfologi SEM zeolit NaP1 dari metakaolin yang disintesis 100°C selama 20 jam .....	21
Gambar 3.1 Pengadukan sampel pada reaktor botol PP .....	24
Gambar 4.1 Difraktogram XRD sampel a) kaolin; b) rasio 0,3; c) ratio 0,4; d) rasio 0,5; e) rasio 0,7; f) rasio 0,9; g) ratio 1,1; h) rasio 1,3 .....	31
Gambar 4.2 Grafik rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ terhadap intensitas fase .....	33
Gambar 4.3 Spektra inframerah sampel a) kaolin; b) rasio 0,3; c) ratio 0,4; d) rasio 0,5; e) rasio 0,7; f) rasio 0,9; g) ratio 1,1 dan h) rasio 1,3.....	35
Gambar 4.4 Morfologi SEM sampel zeolit $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5 .....	39
Gambar 4.5 Morfologi SEM sampel zeolit $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,7 .....	39
Gambar 4.6 Pemetaan unsur sampel zeolit a) rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,5 dan b) rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 0,7 .....	40

## **DAFTAR TABEL**

Tabel 2.1 Rumus kimia beberapa jenis zeolit alam .....	7
Tabel 2.2 Jenis-jenis zeolit komersil dan karakteristiknya.....	8
Tabel 2. 3 Klasifikasi zeolit berdasarkan unit bangun sekundernya (SBU) .....	9
Tabel 2.4 Zeolit dari kaolin dan metode sintesis .....	11
Tabel 2.5 Pembentukan zeolit dengan variasi rasio mol Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub> .....	14
Tabel 2.6 Pita vibrasi zeolit.....	19
Tabel 4.1 Komposisi kaolin Bangka Belitung.....	28
Tabel 4.2 Sudut refleksi hasil sintesis .....	32
Tabel 4.3 Intensitas puncak tertinggi fase zeolit Na-P dan sodalit. .....	33
Tabel 4.4 Data FTIR hasil sintesis sampel zeolit referensi dan zeolit variasi rasio mol Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub> .....	36
Tabel 4.5 Hasil analisis EDX sampel zeolit variasi rasio mol Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub> 0,5 dan 0,7. ....	40

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran A.	Diagram Alir Penelitian.....	53
Lampiran B.	Perhitungan Sintesis Zeolit.....	54
Lampiran C.	Data Karakterisasi .....	56

*Karya ini kupersembahkan untuk  
Ayah dan Ibu tercinta  
Adekkku tersayang  
serta teman-teman sekalian yang telah berkontribusi  
dalam penyelesaian tugas akhir ini.*

## **BAB I**

### **PENDAHULUAN**

#### **1.1 Latar Belakang**

Kaolin merupakan material bahan alam berupa butiran halus berwarna putih yang mengandung mineral kaolinit, halloysit, dickit dan nakrit. Pengotor yang ada pada kaolin antara lain kuarsa, mika, illit, montmorillonit, goethiet, hematit, pyrit, anatase, rutil, ilmenit, tourmalin, zirkon dan mineral-mineral lainnya. (Murray, 1999). Kandungan mineral utama kaolin berupa kaolinit yang merupakan aluminium silikat hidrat dengan komposisi  $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (Prasad dkk., 1991). Kaolinit memiliki komposisi kimia, antara lain:  $\text{SiO}_2$  46,54%;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  39,50%;  $\text{H}_2\text{O}$  13,96% (Bhattacharyya dan Gupta, 2008). Kandungan  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  yang cukup tinggi pada kaolin menjadikannya sebagai material untuk mensintesis zeolit arena kelimpahannya di alam yang cukup banyak serta lebih ekonomis (Iftitahiyah dkk., 2018).

Zeolit dapat diklasifikasikan berdasarkan asal usulnya, yakni zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam pada umumnya berasal dari batuan yang berada di gunung berapi. Zeolit sintetik merupakan zeolit yang diproduksi di laboratorium guna menirukan zeolit alam (Montalvo dkk., 2012). Zeolit dapat juga diklasifikasikan berdasarkan kandungan silika dan alumina yang dimiliki. Zeolit dengan silika rendah ( $\text{Si}/\text{Al} = 1-1,5$ ), zeolit dengan kandungan silika menengah ( $\text{Si}/\text{Al} = \sim 2-5$ ) dan zeolit dengan kandungan silika tinggi ( $\text{Si}/\text{Al} = \sim 10-100$ ) (Auberbach dkk., 2003).

Alkalinitas sangat berpengaruh terhadap pembentukan zeolit. Alkalinitas yang tinggi menyebabkan kelarutan silika dan alumina yang tinggi, mengurangi derajat polimerisasi anion silikat dan mempercepat polimerisasi polisilikat dan anion aluminat. Peningkatan alkalinitas juga dapat mempersingkat periode induksi dan nukleasi dan mempercepat proses kristalisasi zeolit. Selain itu peningkatan alkalinitas dapat memperkecil ukuran partikel dan mempersempit distribusi ukuran partikel (Johnson dan Arshad, 2014).

Sintesis zeolit dengan variasi rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  dapat dilakukan dengan perlakuan hidrotermal melalui proses kalsinasi kaolin terlebih dahulu. Shalihah (2017) melaporkan bahwa sintesis zeolit dari kaolin Bangka Belitung melalui proses *leaching* asam sulfat dengan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,5$  diperoleh fase zeolit Na-P. Vučinić dkk. (2003) mensintesis zeolit dengan variasi rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  dari abu layang batu bara. Hasil yang diperoleh pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,7$  berupa fase zeolit Na-P. Sedangkan pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1,3$  dihasilkan fase sodalit. Ali dkk. (2015) telah melakukan penelitian mengenai sintesis zeolit menggunakan prekursor silika fume, natrium aluminat dan natrium hidroksida dengan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 1,1$ . Hasil yang diperoleh berupa zeolit Na-P yang memiliki intensitas tinggi.

Hansen dkk. (1993) melakukan penelitian mengenai sintesis zeolit Na-P dengan prekursor sintetis. Rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  yang digunakan sebesar 0,3; 0,4 dan 0,9. Hasil yang diperoleh berupa zeolit Na-P sebagai fase utama untuk konsentrasi  $\text{NaOH}$  2 M untuk rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,4 dan 0,9. Sedangkan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,3 menggunakan  $\text{NaOH}$  dengan konsentrasi 0,25 M. Namun, prekursor sintetis membutuhkan biaya yang cukup besar.

Berdasarkan hal di atas, perlu adanya penelitian lebih lanjut mengenai sintesis zeolit dari kaolin Bangka Belitung dengan perlakuan hidrotermal secara langsung untuk menghasilkan zeolit dengan intensitas tinggi dan meminimalisir terbentuknya fase pengotor. Maka, pada penelitian ini akan mengkaji pengaruh rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  terhadap produk sintesis yang dihasilkan.

## 1.2 Rumusan Masalah

Beberapa peneliti telah mempelajari pengaruh rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1$  dan  $1,3$  terhadap sintesis zeolit. Rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,3 diperoleh fase zeolit Na-P<sub>2</sub>, sedangkan pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,4; 0,5; 0,7; 0,9$  dan  $1,1$  diperoleh fase zeolit Na-P. Sodalit terbentuk pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  1,3. Oleh karena itu, dilakukan penelitian mengenai

pengaruh rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> dalam sintesis zeolit dari kaolin Bangka Belitung secara langsung.

### **1.3 Batasan Penelitian**

Batasan penelitian ini adalah sintesis zeolit secara langsung dengan variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3.

### **1.4 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> terhadap pembentukan zeolit dari kaolin Bangka Belitung secara langsung (tanpa kalsinasi).

### **1.5 Manfaat**

Manfaat penelitian ini yaitu memberikan rujukan mengenai pengaruh variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> pada sintesis zeolit dari kaolin Bangka Belitung dengan perlakuan hidrotermal secara langsung.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## BAB II

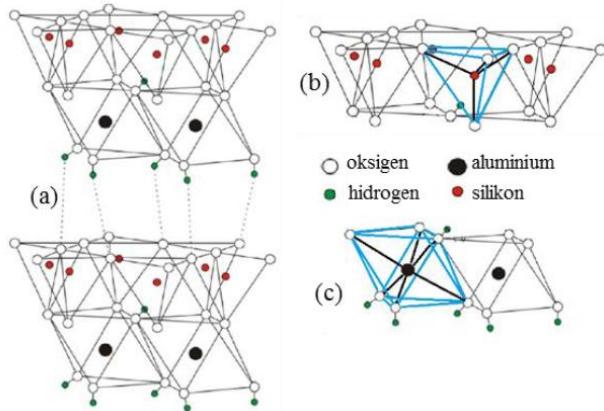
### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Kaolin

Kaolin merupakan mineral lempung dengan komposisi kimia  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  dengan kandungan silika dan alumina yang tinggi (Qoniah dkk., 2015). Kaolin umumnya mengandung kuarsa, mika, illit, montmorillonit, goethit, hematit, pyrit, anatase, rutile, ilmenit, tourmalin, zirkon dan mineral-mineral lainnya. Sifat-sifat yang dimiliki oleh kaolin antara lain: luas permukaan rendah, kapasitas absorpsi sangat rendah, viskositas rendah, kapasitas pertukaran basa rendah, memiliki jumlah lapisan muatan yang cukup rendah dengan perbandingan 1 : 1 (Murray, 1999). Kaolin merupakan hasil tambang dan biasanya bercampur dengan kalsium oksida, magnesium oksida, kalium oksida, natrium oksida, besi oksida, dan lain-lain (Othmer, 1993).

Kaolin diklasifikasikan menjadi dua tipe, yaitu primer dan sekunder. Kaolin primer terbentuk melalui perubahan batuan-batuan kristalin, seperti granit. Kaolin sekunder berbentuk endapan di alam dan terbentuk akibat erosi dari kaolin primer. Kaolin primer mengandung granit, kuarsa, muskovit dan feldspar dengan kandungan kaolinit sebesar 15-30%. Sedangkan kaolin primer memiliki kandungan kaolinit yang lebih tinggi (85-95%) dengan kontaminan berupa kuarsa, muskovit, smektit, anatase, pyrit dan grafit (Prasad dkk., 1991). Sifat fisik dan kimia kaolin dapat diubah secara kimiawi dan termal. Proses kalsinasi kaolin dapat mengubah struktur kaolin menjadi amorf sehingga lebih reaktif (Chandrasekhar, 1999).

Kaolin dapat dimanfaatkan dalam industri material. Pada industri kertas, kaolin digunakan sebagai pengisi dan pelapis material pada permukaan kertas untuk meningkatkan kualitas hasil cetakan pada kertas (Prasad dkk., 1991). Dipakai dalam industri keramik, karet, cat, tinta, katalis, *fiberglass*, semen Portland dan lain sebagainya (Murray, 2006).



Gambar 2.1 Struktur (a) kaolinit, (b) lapisan tetrahedral dan (c) lapisan oktahedral (Cheng dkk., 2012).

Kandungan mineral utama kaolin berupa kaolinit dengan komposisi  $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$  (Prasad dkk., 1991). Kaolinit memiliki lapisan siloksan dan gibbsit. Kaolinit terbentuk dari lembaran silika tetrahedral dan lapisan aluminium oktahedral. Tiap lembarannya dihubungkan oleh gaya van der Waals dan ikatan hidrogen (Hartanto dkk., 2016). Pada Gambar 2.1, kaolinit memiliki struktur lapisan 1 : 1 yang tersusun atas lembaran  $\text{SiO}_4$  tetrahedral dan lembaran oktahedral dengan  $\text{Al}^{3+}$  sebagai kation oktahedral (Cheng dkk., 2012).

## 2.2 Zeolit

Zeolit pertama kali dideskripsikan sebagai kelompok mineral oleh *Swedish Mineralogist* Baron Axel Crondest pada tahun 1756 (Smart dan Moore, 1992). Zeolit merupakan kristalin aluminosilikat dengan struktur kerangka tiga dimensi yang terdiri atas  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$  dihubungkan dengan atom O. Kation yang terdapat dalam zeolit merupakan logam golongan IA dan IIA, seperti natrium, kalium, magnesium dan kalsium. Zeolit umumnya disintesis menggunakan metode hidrotermal dengan kandungan

silika, alumina, kation, *template* dan air (Kulprathipanja, 2010; Prasetyoko dkk., 2006).

Berdasarkan ukuran pori-pori intra kristalin, zeolit dibagi menjadi tiga macam. Zeolit dengan ukuran pori besar (FAU, MOR dengan ukuran pori 0,7-0,8 nm), zeolit dengan ukuran pori sedang (MFI, ZSM dengan ukuran pori 0,5-0,6 nm) dan zeolit dengan ukuran pori kecil (LTA, DDR, SAPO-34 dengan ukuran pori 0,3-0,4 nm) (Pal dkk., 2013), contoh zeolit dengan ukuran porinya ditunjukkan pada Tabel 2.2. Zeolit juga dapat dikategorikan berdasarkan rasio mol Si/Al. Zeolit dengan rasio mol Si/Al rendah (<2), zeolit dengan rasio mol Si/Al sedang (2-5) dan zeolit dengan rasio mol Si/Al tinggi (10-100) (Kulprathipanja, 2010).

Selain itu zeolit dapat diklasifikasikan berdasarkan asal usulnya, yakni zeolit alam dan zeolit sintetik. Zeolit alam pada umumnya berasal dari batuan yang berada di gunung berapi dan memiliki rasio Si/Al yang rendah. Sifat fisik dari zeolit alam, antara lain: memiliki saluran dan ruang kosong, memiliki diameter pori-pori (3-10 Å), luas permukaan berkisar 24,9 m<sup>2</sup>/g, memiliki kapasitas pertukaran kation (CEC) yang tinggi dan memiliki kapasitas adsorpsi (Montalvo dkk., 2012; Auberbach dkk., 2003). Jenis-jenis zeolit alam dapat dilihat pada Tabel 2.1. Zeolit alam dapat digunakan untuk material bangunan, produk pertanian, suplemen binatang dan pengolahan air limbah (Colella dkk., 1999). Selain itu zeolit alam dapat digunakan sebagai *filler* kertas, semen pozzolanik dan beton (Kulprathipanja, 2010).

Tabel 2.1 Rumus kimia beberapa jenis zeolit alam (Wang dan Peng., 2010)

Zeolit alam	Rumus kimia
Klinoptilolit	(K <sub>2</sub> ,Na <sub>2</sub> ,Ca) <sub>3</sub> Al <sub>6</sub> Si <sub>30</sub> O <sub>72</sub> .21H <sub>2</sub> O
Mordenit	(Na <sub>2</sub> ,Ca) <sub>4</sub> Al <sub>8</sub> Si <sub>40</sub> O <sub>96</sub> .28H <sub>2</sub> O
Kabazit	(Ca,Na <sub>2</sub> ,K <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Al <sub>4</sub> Si <sub>8</sub> O <sub>24</sub> .12H <sub>2</sub> O
Phillipsit	K <sub>2</sub> (Ca,Na <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> Al <sub>8</sub> Si <sub>10</sub> O <sub>32</sub> .12H <sub>2</sub> O
Analsim	Na <sub>16</sub> Al <sub>16</sub> Si <sub>26</sub> O <sub>72</sub> .30H <sub>2</sub> O
Erionit	(NaK <sub>2</sub> MgCa <sub>1,5</sub> ) <sub>4</sub> Al <sub>8</sub> Si <sub>28</sub> O <sub>72</sub> .28H <sub>2</sub> O
Ferrierit	(Na <sub>2</sub> ,K <sub>2</sub> ,Ca,Mg) <sub>3</sub> Al <sub>6</sub> Si <sub>30</sub> O <sub>72</sub> .20H <sub>2</sub> O

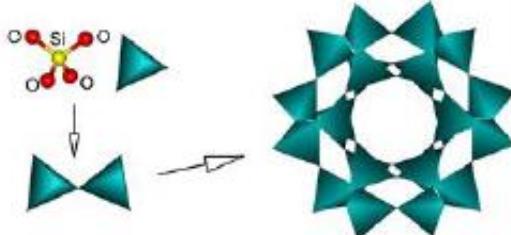
Tabel 2.2 Jenis-jenis zeolit komersil dan karakteristiknya (Chen dkk., 1994)

Zeolit	Rasio SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ukuran pori (Å)
Zeolit X	2-3	7,4
Zeolit Y	3-6	7,4
Zeolit A	2	3-4,5
Zeolit beta	20	6,8
ZSM-5	>20	5,5
Zeolit LTL	6-7	6

Zeolit sintetik merupakan zeolit yang diproduksi di laboratorium guna menirukan zeolit alam. Zeolit sintetik terbentuk oleh kristalisasi gel alumino silikat yang dipreparasi dari natrium aluminat, natrium silikat dan larutan natrium hidroksida. Zeolit sintetik dapat diaplikasikan salah satunya sebagai material penyimpan hidrogen, contohnya zeolit Na-A, zeolit Na-X dan sodalit (Musyoka, 2009; Widiastuti dkk., 2014).

### 2.2.1 Struktur Zeolit

Zeolit memiliki struktur berupa unit bangun primer (*primary building unit*), unit bangun sekunder (*secondary building unit*) dan unit bangun tersier (*tertiary unit building*). Unit bangun primer berbentuk tetrahedra TO<sub>4</sub> tiga dimensi seperti yang terlihat pada Gambar 2.3. Atom T merupakan atom Si atau Al. Setiap atom T terkoordinasi dengan 4 atom oksigen, dengan setiap atom oksigen menghubungkan dua atom T yang membentuk sudut antara 125°-180°. (Xu dkk., 2007; Kaučič, 1994).



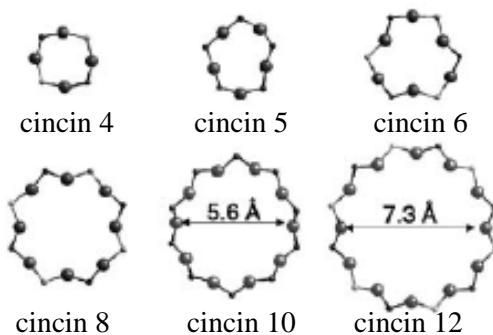
Gambar 2. 2 Gabungan unit bangun primer (SiO<sub>4</sub>)<sup>4-</sup> membentuk unit bangun sekunder (Moshoeshoe dkk., 2017)

Unit bangun sekunder merupakan susunan geometrik dari beberapa unit bangun primer zeolit. Pada mineral silikat, tetrahedra dapat membentuk cincin, rantai, lembaran atau kerangka. Bentuk unit bangun sekunder yang paling sederhana adalah cincin. Pada umumnya, cincin memiliki  $n$  tetrahedra yang disebut  $n$  cincin.

Zeolit umumnya memiliki 4, 5, 6, 8, 10 atau 12 cincin tetrahedra seperti yang tercantum pada Tabel 2.4 dan Gambar 2.4. Zeolit dengan cincin 6 misalnya mengandung 6 atom T dan 6 atom O, meskipun zeolit tersebut biasanya diartikan memiliki 6 atom T. Contohnya zeolit CaA, ZSM-5 dan Na-X berturut-turut memiliki cincin dengan 4, 5 dan 6 atom T (Auberbach dkk., 2003; Armbruster dan Gunter, 2001; Kaučič, 1994).

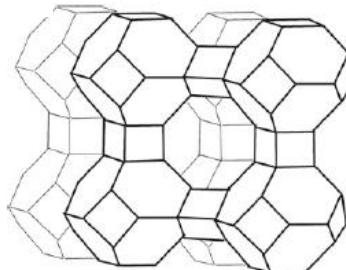
Tabel 2. 3 Klasifikasi zeolit berdasarkan unit bangun sekundernya (SBU) (Armbruster dan Gunter, 2001)

Grup SBU	Zeolit
Grup 1 (S4R-cincin 4 tunggal)	Analsim, harmotom, phillipsit, gismondin, paulingit, laumontit, yugawaralit
Grup 2 (S6R-cincin 6 tunggal)	Erionit, offretit, levynit, sodalit hidrat, (T, omega, losod)
Grup 3 (D4R-cincin 4 ganda)	Zeolit A, N-A, ZK-4
Grup 4 (D6R-cincin 6 ganda)	Faujasit, khabazit, gmelinit, zeolit ZK-5, L
Grup 5 ( $T_5O_{10}$ )	Natrolit, skolesit, mesolit, thomsonit, gonnardit, edingtonit
Grup 6 ( $T_8O_{16}$ )	Mordenit, dakhiardit, ferrierit, epistilbit, bikaitit
Grup 7 ( $T_{10}O_{20}$ )	Heulandit, klinoptilolit, stilbit, brewsterit



Gambar 2.3 Ukuran relatif beberapa cincin  $n$  zeolit dan penyaring molekul (Auberbach dkk., 2003).

Unit bangun tersier merupakan gabungan dari unit bangun sekunder yang saling berikatan membentuk struktur tetrahedra tiga dimensi atau polihedral. Polihedral tersebut membentuk kerangka kristal zeolit dengan ukuran yang spesifik. Gambar 2.4 menggambarkan unit bangun tersier zeolit A.



Gambar 2.4 Struktur kristal zeolit A (Jha dan Singh, 2016)

## 2.2.2 Zeolit dari Kaolin

Penggunaan kaolin sebagai prekursor untuk mensintesis zeolit telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebagai prekursor alternatif seperti yang tercantum pada Tabel 2.5. Kaolin dapat digunakan sebagai prekursor dalam mensintesis zeolit karena memiliki kandungan silika dan alumina. Zeolit dengan rasio Si/Al rendah dapat disintesis dari kaolin menjadi zeolit A dan zeolit X

(Belviso dkk., 2013). Ma dkk. (2014) berhasil mensintesis zeolit X dari kaolin dengan metode alkali fusi diikuti oleh metode hidrotermal. Penelitian ini dilakukan dengan variasi waktu suhu hidrotermal. Pada variasi waktu hidrotermal, kristalinitas maksimum zeolit X terjadi pada waktu hidrotermal 6 jam. Sedangkan pada variasi suhu hidrotermal, kristalinitas zeolit X meningkat dari suhu 70-90°C.

Kaolin juga dapat digunakan untuk mensintesis zeolit yang memiliki rasio Si/Al yang tinggi, seperti zeolit beta dan ZSM-5. Holmes dkk. (2011) telah mensintesis zeolit ZSM-5 menggunakan prekursor kaolin dan template organik TPAOH. Sedangkan dengan metode transport fase cairan didapatkan ZSM-5 murni.

Tabel 2.4 Zeolit dari kaolin dan metode sintesis

Zeolit	Metode	Referensi
ZSM-5	Hidrotermal	Feng dkk., 2009
Zeolit beta	Hidrotermal	Duan dkk., 2011
Zeolit A	Hidrotermal	Alkan dkk., 2005 Gougazeh dkk., 2014
	Konvensional dan alkali fusi	Ayele dkk., 2016
Zeolit X	Hidrotermal	Caballero dkk., 2007
	Alkali fusi	Ríos dkk., 2012
Zeolit Y	Alkali fusi, <i>seed gel</i> dan hidrotermal	Tavasoli dkk., 2014
	Alkali fusi dan hidrotermal	Doyle dkk., 2016
Zeolit Na-P	Hidrotermal	Bessa dkk., 2017
Sodalit	Hidrotermal	Maia dkk., 2015

### 2.3 Sintesis Zeolit

Sintesis zeolit menggunakan reagen-reagen yang mengandung komponen-komponen oksida. Sumber silika diperlukan dalam sintesis zeolit, seperti NaOH, LUDOX, *fumed silica*, atau tetraalkaliortosilikat. Sumber alumina diperoleh dari

natrium aluminat, larutan aluminum sulfat, aluminum oksida hidrat. Selain itu, zeolit juga dapat disintesis dari beberapa bahan alam, seperti abu layang batu bara (CFA), sekam padi dan kaolin (Petrov dan Michalev, 2012). Pada prinsipnya sintesis zeolit dipengaruhi oleh tiga faktor, yaitu komposisi material, suhu dan waktu (Szostak, 1989). Pada proses sintesis zeolit berbahan dasar kaolin, terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi keberhasilan sintesis zeolit tersebut, diantaranya yaitu:

1. Metakaolinisasi dan suhu

Metakaolinisasi atau kalsinasi merupakan proses pengubahan kaolinit menjadi fase amorf dengan menghilangkan gugus hidroksil pada kaolinit. Proses aktivasi ini dapat meningkatkan reaktivitas pada fase metastabil, sehingga dengan mudah membentuk zeolit.

2. Rasio mol  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Rasio Si/Al rendah ( $\text{Si}/\text{Al} \leq 5$ ) dan alkalinitas yang tinggi dapat menghasilkan zeolit, seperti zeolit A dan X. Sedangkan zeolit dengan rasio  $\text{Si}/\text{Al} > 10$  dan alkalinitas yang rendah atau adanya media  $\text{F}^-$  menghasilkan zeolit, seperti zeolit beta dan ZSM-5.

3. Pemeraman

Pemeraman dapat mempengaruhi nukleasi dan kristalisasi zeolit, dimana *seed* nuklei akan terbentuk selama pemeraman berlangsung. Pemeraman juga dapat meningkatkan derajat kristalinitas serta waktu kristalisasi. Waktu pemeraman yang berlangsung lebih dari 12 jam dapat meningkatkan intensitas zeolit. Suhu pemeraman juga mempengaruhi intensitas zeolit yang terbentuk. Peningkatan suhu pemeraman juga berdampak pada ukuran partikel zeolit yang semakin besar.

4. Waktu kristalisasi dan suhu

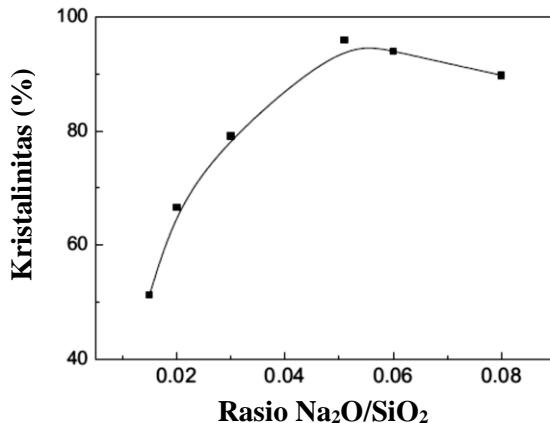
Suhu kristalisasi sangat berpengaruh terhadap nukleasi dan pertumbuhan kristal. Jika suhu kristalisasi meningkat, maka laju pertumbuhan kristal dan nukleasi

juga akan meningkat. Pada umumnya kristalinitas zeolit akan meningkat dengan bertambah lamanya waktu kristalinisasi.

#### 5. Rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>

Rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> yang tinggi menyebabkan kelarutan Si dan Al meningkat, derajat polimerisasi anion silikat berkurang dan mempercepat polimerisasi polisilikat dan aluminat. Selain itu dengan meningkatnya rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> dapat memperkecil ukuran partikel, mempercepat kristalinitas dan mempersingkat periode induksi (Johnson dan Arshad, 2014).

Pada Gambar 2.6 terlihat bahwa terjadi peningkatan intensitas zeolit beta hingga rasio 0,05. Pada rasio Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,05 kristalinitas mencapai titik maksimum. Pada rasio Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,06 dan 0,08 terjadi penurunan kristalinitas zeolit beta (Duan dkk., 2011).



Gambar 2.5 Grafik kristalinitas zeolit beta dengan rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> yang berbeda (Duan dkk., 2011).

Tabel 2.5 Pembentukan zeolit dengan variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>

Jenis zeolit	Prekursor	Metode	Rasio mol Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	Referensi
Na-P dan sodalit	Abu layang batu bara (CFA)	Hidrotermal	0,7 dan 1,3	Vučinić dkk., 2003
Na-P	Natrium aluminat dan <i>silica fume</i>	Hidrotermal	1,04; 1,07; 1,10 dan 1,13	Ali dkk., 2015
Mordenit	H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> Si, Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> , <i>o</i> -phenylenediamin	Hidrotermal	0,450; 0,475 dan 0,50	Mohamed dkk., 2005
Hierarchical zeolit beta	Natrium aluminat, <i>colloidal silica</i> dan PDADMA	Hidrotermal	0,25; 0,28; 0,32 dan 0,40	Yuan dkk., 2015
Zeolit Na-X	Water glass, Al(OH) <sub>3</sub>	Hidrotermal	1,25 dan 1,50	Masoudian dkk., 2013
Zeolit Na-Y	Kaolin, natrium silikat dan natrium aluminat	Hidrotermal	0,37; 0,40; 0,43 dan 0,45	Qiang dkk., 2010
Zeolit Na-A	Natrium Aluminat, natrium silikat	Hidrotermal	1,6 dan 2,4	Kostinko, 1983
Zeolit Na-A	Kaolin dan bauksit	Hidrotermal (dua tahap)	1,5; 1,7; 2,3 dan 2,8	Zhu dkk., 2011

Beberapa peneliti telah melakukan penelitian mengenai sintesis zeolit yang dipengaruhi oleh rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ . Qiang dkk. (2010) telah mensintesis zeolit Na-Y dengan variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,37; 0,40; 0,43$  dan  $0,45$ . Seiring dengan peningkatan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ , kristalinitas relatif meningkat kemudian menurun pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$   $0,43$  dan  $0,45$ . Rasio mol  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  berkurang seiring dengan meningkatnya rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ . Secara umum, dengan berkurangnya rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  dapat menurunkan kelarutan silika dan alumina serta mengurangi reaktifitas.

## 2.4 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal merupakan perlakuan sintesis zeolit yang diperkenalkan oleh Barrer pada tahun 1948 dan Milton pada tahun 1949 dimana reaksi berlangsung pada suhu kamar dengan tekanan 1 bar (sistem tertutup) dalam larutan (Johnson dan Arshad, 2014). Berdasarkan rentang suhu reaksi, sintesis hidrotermal digolongkan menjadi reaksi sintesis subkritikal dan superkritikal. Sintesis subkritikal melibatkan suhu pada rentang  $100\text{--}240\text{ }^\circ\text{C}$ , sedangkan sintesis superkritikal mencapai lebih dari  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  dan tekanan yang digunakan lebih dari 3000 bar (Xu dkk., 2007).

Zeolit aluminasilikat pada umumnya disintesis melalui metode hidrotermal. Silika dan alumina akan membentuk kerangka mikropori yang diubah ke dalam bentuk oksida. Bentuk oksida tersebut pada umumnya mengandung ikatan Si-O dan Al-O. Prekursor yang memiliki ikatan Si-O dan Al-O akan berubah menjadi zeolit kristalin dengan ikatan Si-O-Al akibat adanya larutan *mineralising* ( $\text{M}^+\text{OH}^-$  atau  $\text{M}^+\text{F}^-$ ) (Cundy dan Cox, 2005).

Kelebihan dari perlakuan hidrotermal antara lain : reaktan memiliki reaktivitas yang tinggi, energi yang dibutuhkan relatif rendah, polusi udara yang dihasilkan sedikit, mudah dalam mengontrol larutan dan memiliki fase metastabil (Abdullahi dkk., 2017). Metode hidrotermal banyak diaplikasikan dalam proses sintesis karena memiliki beberapa keunggulan pada pertumbuhan

kristal yang penting untuk efisiensi pembentukan kristal tunggal yang lebih besar dan lebih murni (Byrappa, 2001).

Secara umum, waktu hidrotermal berpengaruh terhadap pembentukan zeolit dan kristalisasinya. Melalui peningkatan waktu hidrotermal, dapat diketahui pula perubahan ukuran partikel (Kartimi dkk., 2012), pertumbuhan kristal (Wang dkk., 2007), serta perubahan fase yang terbentuk (Rustam., 2013). Suhu hidrotermal juga dapat mempengaruhi pembentukan kristal zeolit. Menurut Caballero dkk. (2007), sintesis zeolit pada suhu 80°C menghasilkan zeolit X kristalin, namun pada suhu 70°C hanya terbentuk aluminum silikat amorf.

## 2.5 Tinjauan Karakterisasi Zeolit

### 2.5.1 Difraksi sinar-X (*X-Ray Diffraction / XRD*)

XRD adalah suatu instrumen yang menggunakan sinar-X sebagai sumber sinar. Sinar-X adalah bagian dari radiasi gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang berkisar antara  $10^{-10}$  m sampai dengan  $10^{-8}$  m (1-100 Å). Namun hanya 0,3 – 0,25 Å yang digunakan sebagai sumber sinar untuk XRD. Sinar-X dihasilkan akibat adanya perbedaan potensial antara filamen yang bertindak sebagai katoda dengan anoda berupa logam pada suatu ruang vakum, sehingga terjadi pergerakan elektron dengan energi besar diantara kedua elektroda tersebut (West, 1984).

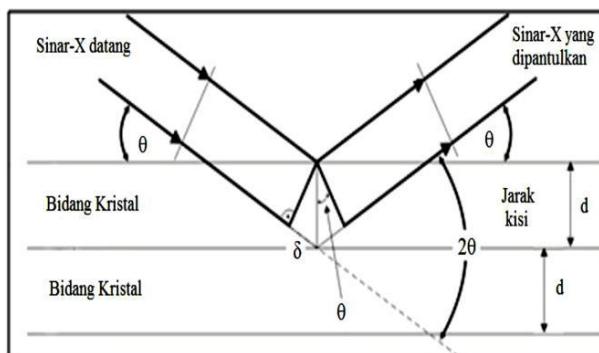
XRD digunakan untuk mengidentifikasi material kristalin dan karakterisasi fase-fase polikristalin. XRD menghasilkan pola difraksi dengan cara menembak kristal tunggal dengan sinar X-ray untuk menentukan struktur kristal. Ketika sinar X-ray berinteraksi dengan fase kristalin, pola difraksi terekam kemudian dianalisis untuk menunjukkan sifat kristal. Sinar X-ray didifraksi oleh tiap mineral dengan cara yang berbeda, tergantung pada atom-atom mana yang menyusun kisi-kisi kristal (Maingaye, 2012).

Dasar dari penggunaan difraksi sinar-X untuk mempelajari kisi kristal berdasarkan persamaan Bragg. Menurut pendekatan hukum Bragg, kristal dalam suatu material terdiri atas bidang-bidang datar berupa kisi kristal, yang setiap kisi kristalnya masing-masing berfungsi sebagai cermin. Jika suatu material ditumbuk

oleh berkas sinar-X maka sebagian sinar-X dihamburkan oleh bidang yang merupakan atom-atom penyusun material dengan sudut pantul sama dengan sudut datangnya. Bagian yang tidak dihamburkan akan menembus menuju lapisan kedua atom-atom dan dihamburkan sebagian sehingga yang tidak terhambur selanjutnya akan lewat menuju lapisan ketiga dan seterusnya. seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.6. Hubungan antara jarak antar bidang pada kristal dengan sudut difraksi di dalam kristal adalah:

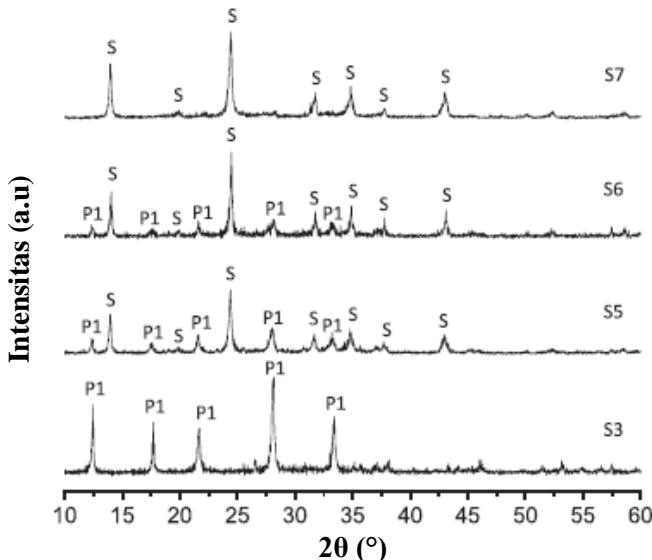
$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

dengan  $n$  = bilangan bulat,  $\lambda$  = panjang gelombang sinar-X,  $\theta$  = sudut dan  $d$  = jarak antar bidang. Persamaan ini dikenal dengan Hukum Bragg (Ismunandar, 2004).



Gambar 2.6 Difraksi sinar-X (Sibilia, 1996).

Pola difraktogram XRD sampel yang disintesis dari limbah alumunium pada suhu 120°C selama 6 jam dengan variasi konsentrasi NaOH digambarkan pada Gambar 2.8. Ketika konsentrasi NaOH meningkat, maka intensitas puncak dan ukuran kristal zeolit NaP1 semakin menurun. Hal ini akibat pembentukan fase sodalit pada konsentrasi NaOH yang lebih besar dari 1 M (Sánchez-Hernández dkk., 2016).



Gambar 2. 7 Difraktogram XRD sampel yang disintesis dengan konsentrasi NaOH (S3) 1 M, (S5) 3 M, (S6) 4M dan (S7) 5 M (P1: NaP1 dan S: hidroksi sodalit) (Sánchez-Hernández dkk., 2016).

### 2.5.2 Fourier Transform Infrared (FTIR)

*Fourier Transform Infrared* (FTIR) digunakan untuk mengidentifikasi material, menentukan komposisi senyawa dan memperkirakan gugus fungsi yang ada pada suatu senyawa. Karakterisasi menggunakan FTIR didasarkan pada fakta bahwa molekul memiliki frekuensi spesifik yang berhubungan dengan vibrasi internal dari atom gugus fungsi. Identifikasi senyawa dapat dilakukan akibat perbedaan struktur kimia material yang akan memberikan vibrasi karakteristik, yang kemudian menghasilkan spektra IR pada daerah *fingerprint*. Pengukuran FTIR standar berada pada daerah  $7000$ - $400$   $\text{cm}^{-1}$  (Sibilia, 1996).

Kelebihan dari penggunaan instrumen FTIR yaitu, mudah dioperasikan, cepat dan sangat sensitif. FTIR memberikan

spektrum yang jelas dengan akurasi panjang gelombang yang lebih baik dari instrumen IR sebelumnya. Instrumen FTIR juga memiliki beberapa kelemahan. Pertama tidak dapat mendeteksi atom, ion-ion monoatomik, elemen dan gas inert. Kedua tidak dapat mendeteksi molekul-molekul diatomik, seperti N<sub>2</sub> dan O<sub>2</sub>. Ketiga karena pada umumnya FTIR adalah instrumen *single beam*, adanya pengaruh uap air dan CO<sub>2</sub> dapat mempengaruhi spektra (Sibilia, 1996).

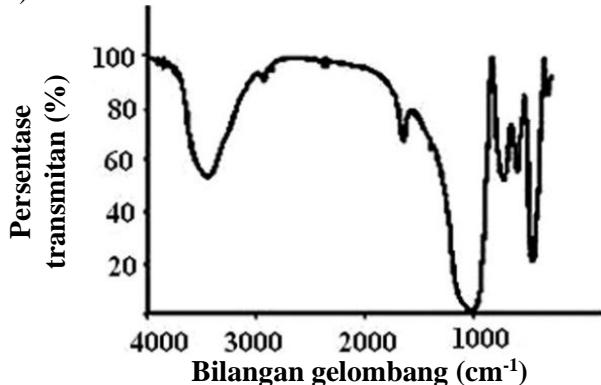
Tabel 2. 6 Pita vibrasi zeolit (Kulprathipanja, 2010)

Mode vibrasi	Frekuensi (cm <sup>-1</sup> )
<b>Internal tetrahedra</b>	
Ulur asimetri	1250-950
Ulur simetri	720-650
T-O tekuk	500-420
<b>Hubungan eksternal</b>	
Cincin ganda	650-500
Pori terbuka	420-300
Ulur simetri	820-750
Ulur asimetri	1150-1050

Zeolit memiliki bilangan gelombang antara 1400-400 cm<sup>-1</sup> dimana pita vibrasinya memiliki karakteristik gugus fungsi yang berbeda seperti yang tercantum pada Tabel 2.7. Substitusi atom Al dari atom Si pada kerangka zeolit dapat mengubah sudut ikatan T-O-T, dimana T merupakan atom tetrahedral berupa Si atau Al. Hal tersebut akibat dari perbedaan densitas atom Al jika dibandingkan dengan atom Si. Selain itu, pengurangan jumlah kerangka aluminum dapat dideteksi melalui karakterisasi dengan sinar infra merah. Hal tersebut ditandai dengan pita vibrasi bergeser ke frekuensi yang lebih tinggi (Kulprathipanja, 2010).

Gambar 2.9 didapatkan puncak serapan karakteristik zeolit Na-P yang disintesis dari perlit Iran pada bilangan gelombang 439, 589, 741, 1019, 1637 dan 3448 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 439 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi tekuk T-O. Kemudian pada bilangan

gelombang  $589\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi cincin ganda. Lalu pada bilangan gelombang  $749\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur simetri  $\text{TO}_4$ , sedangkan pada bilangan gelombang  $1019\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri  $\text{TO}_4$ . Pada pita serapan  $1637\text{ cm}^{-1}$  merupakan pita deformasi molekul air dan pada pita serapan  $3448\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur OH (Azizi dan Asemi, 2014).



Gambar 2.8 Spektra FTIR zeolit Na-P (Azizi dan Asemi, 2014).

### 2.5.3 Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

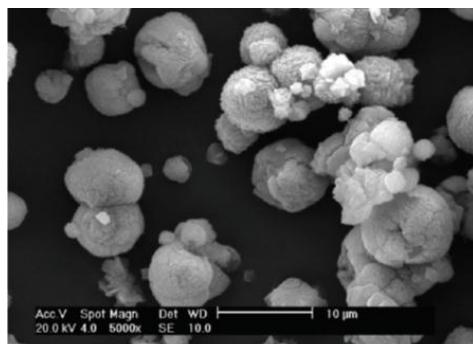
*Scanning electron microscope* (SEM) merupakan instrumen yang dapat memberikan informasi tentang topografi permukaan, struktur kristalin, komposisi kimia dan *electrical behaviour* pada spesi berukuran  $1\mu\text{m}$ . Resolusi SEM mencapai beberapa nm dan dapat dioperasikan pada magnifikasi  $10\times$  sampai  $300.000\times$ . Mikroskop elektron dioperasikan melalui transmisi atau refleksi. Transmisi sampel sebaiknya lebih kecil dari  $\sim 2000\text{ \AA}$  karena elektron berinteraksi kuat dengan material padatan dan terabsorb ke partikel (Brundle dkk., 1992; West, 2014).

Terdapat beberapa keuntungan penggunaan instrumen SEM. Pertama instrumen SEM memberikan kedalaman dasar yang begitu besar pada sebagian besar spesimen bersamaan dengan fokus pada permukaan yang kasar. Kedua, magnifikasi yang

dimiliki mencapai lebih dari 1.000.000 kali dengan resolusi yang paling baik yaitu 1 nm (Vernon-Parry, 2000).

Tahap preparasi sampel instrumen SEM, yaitu pembersihan permukaan sampel, pengeringan, perekatan sample menggunakan *tape* agar sample tidak berpindah dari *sample holder* dan pelapisan sampel dengan material yang bersifat konduktor terhadap listrik (Stadtlander, 2007). Prinsip kerja SEM adalah elektron ditembakkan dari katoda filamen ke arah sampel. Saat terjadi interaksi antara elektron dengan sampel, elektron kehilangan sejumlah energi sehingga terjadi pemantulan dan emisi elektron. Hasil pemantulan dan emisi elektron akan terdeteksi oleh detektor yang dapat divisualisasikan menjadi gambar morfologi kristal (Smith dan Oatley, 1955).

SEM dilengkapi dengan instrumen *energy dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra X-ray. EDX digunakan untuk mengetahui komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen SEM yang dilengkapi dengan detektor EDX yang digunakan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel (West, 2014). Adapun analisis morfologi zeolit Na-P yang disintesis menggunakan metakaolin diperlihatkan pada Gambar 2.10, dimana partikelnya berbentuk mirip bola. Polikristal yang terbentuk memiliki ukuran berkisar 7-9  $\mu\text{m}$  (Hildebrando dkk., 2014).



Gambar 2.9 Morfologi SEM zeolit NaP1 dari metakaolin yang disintesis 100°C selama 20 jam (Hildebrando dkk., 2014).

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas *beaker*, botol *Polypropylene* (PP), erlenmeyer, indikator universal, kertas saring Whatman No 42, spatula, botol semprot, *magnetic stirrer*, timbangan analitik, corong, botol Falcon, *hotplate*, *sentrifuge* dan oven. Instrumen yang digunakan untuk sampel dan hasil sintesis adalah Philips Xpert MPD untuk *X-ray Diffraction* (XRD), Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S untuk spektroskopi *Fourier Transform Infrared* (FTIR), Zeiss EVO MA 10 dan BRUKER 129 untuk *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kaolin Bangka Belitung, aqua demineralisasi (aqua DM) dan natrium hidroksida (NaOH 98%, SAP Chemical).

#### **3.2 Prosedur Penelitian**

##### **3.2.1 Sintesis Zeolit**

Metode sintesis zeolit mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Shalihah (2017). Komposisi rasio molar zeolit yang dibuat yaitu  $1,14\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 3,8\text{SiO}_2 : 50\text{H}_2\text{O}$  dengan rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  sebesar 0,3. Natrium hidroksida sebanyak 0,912 gram dilarutkan dengan aqua demineralisasi sebanyak 9 gram dalam botol PP, ditambahkan kaolin sebanyak 2,864 gram, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 15 jam. Selanjutnya, dilakukan kristalisasi melalui proses hidrotermal pada suhu 100°C selama 120 jam. Setelah proses hidrotermal selesai, botol PP didinginkan dalam *water bath* dan hasil sintesis dicuci dengan aqua demineralisasi menggunakan *sentrifuge* hingga pH 7. Kemudian padatan disaring menggunakan kertas saring Whatman no 42 dan

corong pisah. Filtrat yang diperoleh ditampung dalam erlenmeyer. Padatan yang diperoleh kemudian dikeringkan pada suhu 80°C selama 4 jam. Selanjutnya, padatan yang telah kering dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD, FTIR dan SEM-EDX.

Sintesis selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama dengan variasi rasio konsentrasi Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>. Variasi rasio konsentrasi untuk mengetahui pengaruh dalam pembentukan zeolit Na-P. Variasi rasio Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> dalam penelitian ini adalah ( $x$ ) ~ 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3. Variasi massa natrium hidroksida secara berurutan sebanyak 1,216; 1,520; 2,218; 2,736; 3,344 dan 3,952 gram.



Gambar 3.1 Pengadukan sampel pada reaktor botol PP

### 3.3 Karakterisasi Hasil Sintesis

#### 3.3.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi padatan dilakukan untuk menentukan fase-fase yang terdapat pada padatan serta intensitas kristal. Sebanyak ± 1 gram sampel padatan ditumbuk sampai halus kemudian diletakkan pada *sample holder* dan diratakan. Selanjutnya padatan hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X dengan CuK $\alpha$  pada panjang gelombang 1,5406 Å, tegangan 40 kV, kuat arus 30 mA dan rentang sudut 2 $\theta$  = 5-50°.

### **3.3.2 Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR)**

Hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrumen FTIR untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang terdapat pada material. Karakterisasi padatan dilakukan dengan teknik pelet KBr sebagai pendispersi. Padatan dan KBr dihaluskan lalu dibentuk *pellet* kemudian diletakkan pada *sample holder* dan dianalisa dengan spektrofotometer inframerah. Pelet tersebut selanjutnya diukur dengan pada bilangan gelombang 4000-400 cm<sup>-1</sup>. Karakterisasi menggunakan instrumen FTIR Shimadzu Spectrum One 8400S.

### **3.3.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)**

Karakterisasi SEM digunakan untuk mengetahui morfologi material, sedangkan karakterisasi EDX digunakan untuk mengetahui komposisi yang terkandung pada material. Sebelum dilakukan analisis, padatan hasil sintesis terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan proses *coating* dengan Pd/Au selama 15 menit pada tekanan  $6 \times 10^{-2}$  mBar. Instrumen yang digunakan adalah SEM ZEISS EVO MA 10 dan EDX BRUKER 129 EV.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini telah dilakukan sintesis zeolit dari prekursor kaolin Bangka Belitung dengan metode hidrotermal secara langsung. Komposisi rasio molar diadaptasi dari penelitian yang telah dilakukan Shalihah (2017). Proses sintesis dilakukan pada suhu 100° C selama 120 jam. Sintesis dilakukan dengan variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> ( $x$ ) ~ 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3 untuk mempelajari pengaruh rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> terhadap pembentukan zeolit. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan instrumen XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk mengetahui fasa dan kristalinitas kristal yang terbentuk. Gugus fungsi yang terdapat pada hasil sintesis dianalisis dengan instrumen FTIR (*Fourier Transform Infrared*). Morfologi, kandungan dan distribusi unsur sampel hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan instrumen SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray*).

#### **4.1 Sintesis Zeolit**

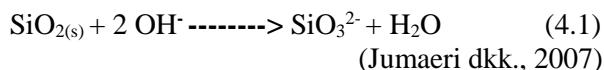
Kaolin Bangka Belitung yang digunakan pada penelitian ini telah dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen XRF (*X-Ray Fluorescence*) untuk mengetahui persentase kandungan Si dan Al. Hasil analisis kaolin Bangka Belitung menggunakan XRF tercantum pada Tabel 4.1. Pada Tabel 4.1 persentase SiO<sub>2</sub> sebesar 59,3% dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sebesar 35,6%. Unsur lain yang terdapat di dalam kaolin seperti K<sub>2</sub>O, CaO, TiO<sub>2</sub>, V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan BaO tidak mempengaruhi kondisi sintesis karena kandungannya yang sangat sedikit. Hasil XRF berupa persentase kandungan Si dan Al digunakan untuk menghitung massa kaolin yang dibutuhkan untuk mensintesis zeolit.

Sintesis zeolit dari kaolin Bangka Belitung menggunakan komposisi molar bahan yang mengacu pada penelitian yang telah dilakukan oleh Shalihah (2017) dengan komposisi molar 2,1 Na<sub>2</sub>O : Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 3,8 SiO<sub>2</sub> : 50 H<sub>2</sub>O. Sumber alkali Na<sup>+</sup> berasal darinatrium hidroksida dan aqua demineralisasi sebagai sumber H<sub>2</sub>O.

Tabel 4.1 Komposisi kaolin Bangka Belitung

Senyawa	Persentase (%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,6
SiO <sub>2</sub>	59,3
K <sub>2</sub> O	1,99
CaO	0,31
TiO <sub>2</sub>	0,35
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,02
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0655
MnO	0,039
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,065
BaO	0,26

Sintesis diawali dengan melarutkan padatan NaOH ke dalam aqua demineralisasi pada botol PP (*polypropilen*) pada suhu ruang. NaOH berfungsi sebagai pembentuk garam silikat dan aluminat serta sebagai *mineralizer*. *Mineralizer* adalah suatu senyawa yang ditambahkan pada larutan yang encer untuk mempercepat proses kristalisasi dengan cara meningkatkan kemampuan larut. Reaksi yang terjadi saat SiO<sub>2</sub> larut :



Proses selanjutnya dilakukan sintesis zeolit dengan memvariasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> sebesar 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3. Tahap selanjutnya dilakukan proses pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* hingga homogen selama 15 jam. Pada saat proses pengadukan terjadi proses nukleasi dan polimerisasi spesi silikat dan aluminat menjadi gel aluminosilikat.

Proses selanjutnya dengan melakukan kristalisasi melalui metode hidrotermal pada suhu 100°C selama 120 jam. Proses hidrotermal terjadi reaksi antara material dengan pelarut air pada tekanan tinggi dan wadah tertutup. Pada proses hidrotermal terjadi kristal zeolit dengan ikatan Si-O-Al terbentuk. Setelah proses

hidrotermal, hasil sintesis dinetralkan dengan cara dicuci dengan aqua demineralisasi dengan alat *sentrifuge* hingga pH 7 kemudian padatan disaring dengan kertas Whatman no 42. Proses penetralan hasil sintesis dilakukan untuk menghilangkan basa. Selanjutnya, padatan dikeringkan pada suhu 80°C selama 4 jam untuk menghilangkan kadar air. Padatan yang kering dikarakterisasi menggunakan instrumen difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR), *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray* (SEM-EDX).

## 4.2 Tinjauan Karakterisasi Zeolit

### 4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Karakterisasi difraksi sinar-X dilakukan untuk mengetahui fase kristal dan intensitas yang terbentuk pada hasil sintesis. Pola difraktogram diamati pada sudut  $2\theta = 5-50^\circ$  dengan panjang gelombang radiasi Cu K $\alpha$  (1,5406 Å). Difraktogram hasil sintesis disesuaikan dengan puncak yang muncul di setiap sudut referensi zeolit standar dan prekursornya berupa kaolin.

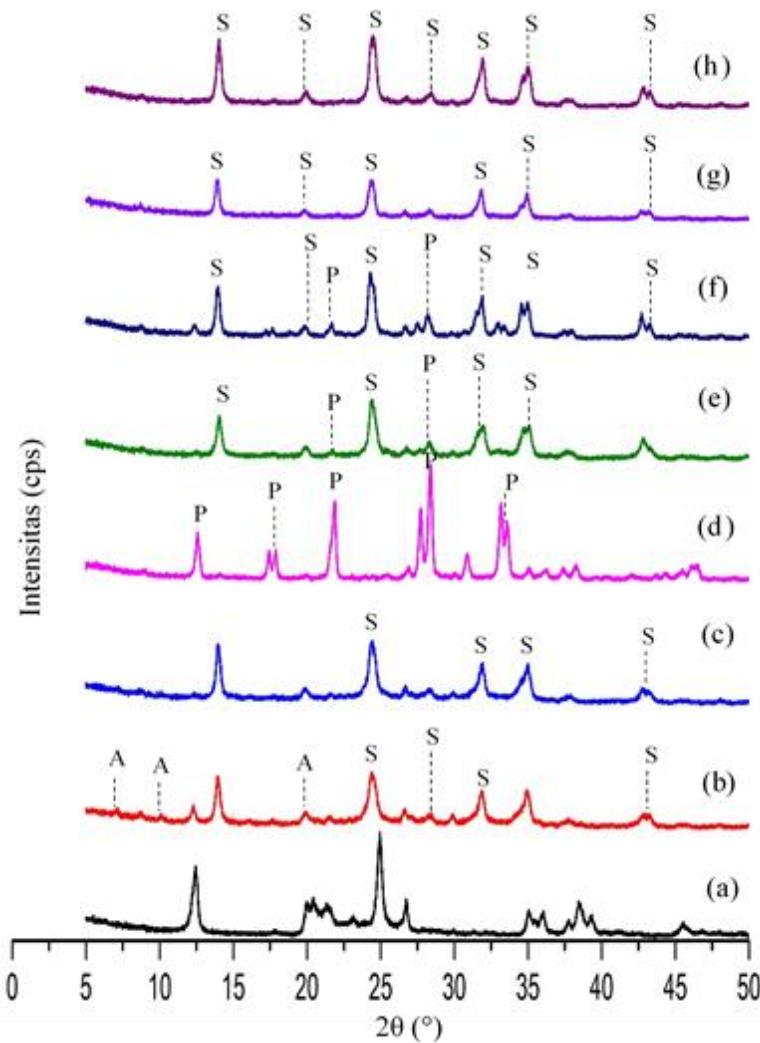
Menurut Treacy dkk. (2007), puncak zeolit Na-P muncul pada  $2\theta$  sekitar 12,46; 17,66; 21,67; 28,10; 33,38; 38,01; 46,08° dengan puncak utama pada  $2\theta = 28,10^\circ$  kemudian puncak sodalit muncul pada  $2\theta$  sekitar 14,16; 20,07; 24,65; 28,53; 31,99; 35,13; 38,05; 43,39° dengan puncak utama pada  $2\theta = 24,65^\circ$  serta puncak zeolit Na-A muncul pada  $2\theta = 7,18; 10,17; 12,46; 16,11; 21,67; 23,99; 27,11; 29,94; 34,18^\circ$ . Perbandingan difraktogram sampel zeolit per rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> digambarkan pada Gambar 4.1.

Difraktogram hasil sintesis menunjukkan bahwa sampel memiliki fase zeolit Na-P (ditandai dengan P) seperti yang tercantum pada Tabel 4.2. Hasil tersebut sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Faghihian dan Kamali (2003) dimana puncak karakteristik zeolit Na-P terletak pada sudut  $2\theta = 12,2; 17,9; 21,5; 28,2; 33,1^\circ$ . Puncak spesifik zeolit Na-P muncul pada variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,5; 0,7 dan 0,9 dimana rasio Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> yang cukup tinggi mengakibatkan kelarutan silika dan alumina yang tinggi. Kelarutan silika dan alumina yang tinggi mengakibatkan peningkatan polimerisasi polisilikat dan aluminat sehingga

pembentukan kristal zeolit Na-P semakin meningkat. Selain itu rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  yang tinggi juga dapat mempercepat periode nukleasi dan kristalisasi zeolit (Johnson dan Arshad, 2014). Intensitas zeolit Na-P paling tinggi terdapat pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,5. Namun pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,9 terjadi peningkatan intensitas zeolit Na-P dibandingkan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,7 dan intensitas kembali menurun pada rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  1,1.

Pola difraktogram XRD sampel pada Gambar 4.1 juga menunjukkan fase sodalit (ditandai dengan S) seperti yang tertulis pada Tabel 4.2. Puncak karakteristik tersebut sesuai dengan yang dilaporkan oleh Li dkk. (2015). Pembentukan sodalit pada penelitian tersebut yang disintesis dari kaolin terobservasi pada sudut refleksi 14,16; 24,65; 28,53; 31,99 dan 35,13°. Pada penelitian ini fase sodalit terbentuk pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,3; 0,4; 0,7; 0,9; 1,1$  dan 1,3 dengan intensitas tertinggi dimiliki oleh rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,9. Menurut Inada dkk. (2005) semakin tinggi alkalinitas maka semakin besar pula intensitas sodalit yang terbentuk.

Zeolit Na-A (ditandai dengan A) terbentuk pada sampel dengan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,3 pada sudut  $2\theta = 7,13; 10,10; 21,49; 36,50^\circ$ . Pada sampel dengan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,3; 0,7 dan 0,9 terbentuk beberapa fase zeolit akibat tingkat alkalinitas yang terlalu rendah dan tinggi. Alkalinitas yang terlalu rendah dan tinggi mengakibatkan silika dan alumina yang bersumber dari kaolin kurang larut atau terlalu banyak ion  $\text{OH}^-$ , sehingga proses kristalisasi untuk membentuk zeolit Na-P terhambat. Rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  yang terlalu tinggi mengakibatkan pembentukan fase sodalit yang merupakan kerangka awal zeolit (Johnson dan Arshad, 2014). Zeolit Na-P dan sodalit memiliki intensitas puncak tertinggi seperti yang tercantum pada Tabel 4.3. Sedangkan grafik rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  terhadap intensitas fase yang terbentuk dapat dilihat pada Gambar 4.2.



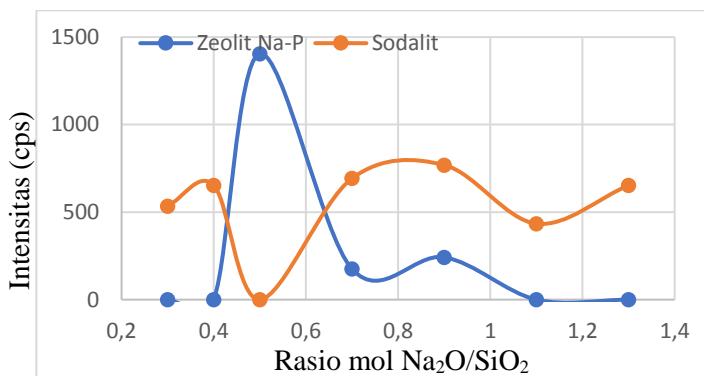
Gambar 4.1 Difraktogram XRD sampel a) kaolin; b) rasio 0,3; c) rasio 0,4; d) rasio 0,5; e) rasio 0,7; f) rasio 0,9; g) rasio 1,1; h) rasio 1,3

Tabel 4.2 Sudut refleksi hasil sintesis

Sampel Ratio $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	2θ (°)		
	Zeolit Na-P	Sodalit	Zeolit Na-A
0,3	-	24,28; 28,45; 31,89; 43,30; 48,03	7,13; 10,10; 21,49; 36,50
0,4	-	24,32; 28,42; 31,88; 35,00; 43,25; 48,01	-
0,5	12,59; 17,89; 21,92; 28,25; 33,63; 46,05	-	-
0,7	12,54; 17,74; 21,75; 28,33	14,07; 24,36; 31,54; 35,07; 37,93; 48,20	-
0,9	17,66; 21,70; 28,10; 33,39	13,98; 19,90; 24,29; 31,91; 35,05; 38,10; 42,69; 43,31; 48,16	-
1,1	-	14,00; 19,85; 24,47; 28,38; 31,85; 34,90; 43,24; 48,12	-
1,3	-	14,05; 19,92; 24,29; 28,48; 31,90; 43,31	-

Tabel 4.3 Intensitas puncak tertinggi fase zeolit Na-P dan sodalit.

Sampel (rasio mol $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ )	Intensitas puncak (cps)	
	Zeolit Na-P ( $2\theta = \sim 28,10^\circ$ )	Sodalit ( $2\theta = \sim 24,65^\circ$ )
0,3	-	535
0,4	-	653
0,5	1405	-
0,7	175	693
0,9	242	769
1,1	-	434
1,3	-	653

Gambar 4.2 Grafik rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  terhadap intensitas fase

#### 4.2.2 Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR)

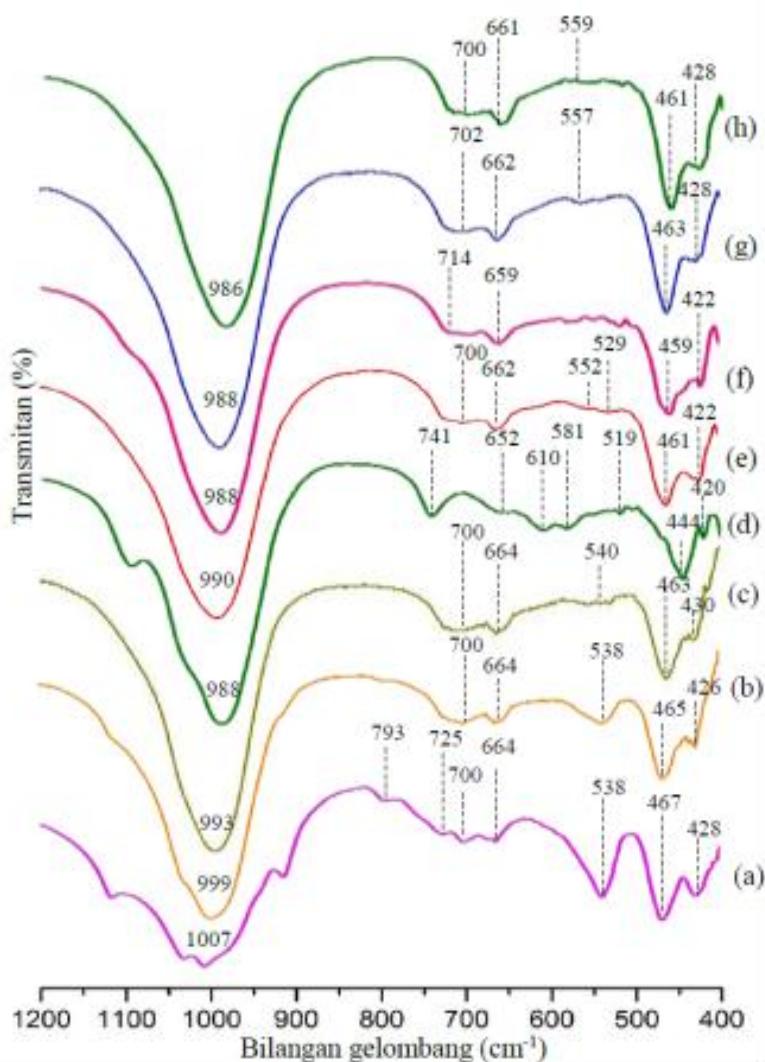
Karakterisasi instrumen spektroskopi inframerah digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada sampel hasil sintesis. Karakterisasi dengan FTIR didasarkan pada penyerapan radiasi inframerah oleh suatu molekul pada energi (frekuensi) tertentu. Gugus fungsi yang terdeteksi pada hasil sintesis dibandingkan dengan spektrum standar. Karakterisasi dilakukan pada serapan bilangan gelombang  $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ .

Spektra inframerah kaolin dan ketujuh sampel zeolit ditunjukkan oleh Gambar 4.3. Pada spektrum kaolin teridentifikasi

puncak karakteristik pada bilangan gelombang 428, 467, 538, 664, 700, 793, 912, 1007, 1030 dan 1115 cm<sup>-1</sup>. Menurut Vaculíková dkk (2011) puncak khas kaolin muncul pada bilangan gelombang 433, 468, 540, 645, 694, 752, 791, 913, 937, 1009, 1033, 1098 dan 1113 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 433, 468, 645, 694, 752 dan 791 cm<sup>-1</sup> merupakan vibrasi Si-O, sedangkan pada bilangan gelombang 913 dan 937 cm<sup>-1</sup> merupakan deformasi OH gugus hidroksil. Vibrasi ulur Si-O ditandai pada bilangan gelombang 1009, 1003, 1098 dan 1113 cm<sup>-1</sup>.

Spektra inframerah hasil sintesis yang ditunjukkan oleh Gambar 4.3 dan Tabel 4.3 mengindikasikan adanya puncak spesifik dari zeolit Na-P. Spektrum inframerah pada zeolit Na-P pembanding (Shalihah, 2017) memiliki puncak serapan yang muncul pada daerah bilangan gelombang 419, 606, 684, 744 dan 1001 cm<sup>-1</sup>. Pada spektra sampel zeolit variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,5; 0,7 dan 0,9 memiliki puncak yang sejajar dengan zeolit Na-P pembanding. Hasil tersebut sesuai dengan data XRD yang menunjukkan adanya puncak karakteristik zeolit Na-P. Pergeseran puncak serapan yang terbentuk pada variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,7 dan 0,9 mengindikasikan bahwa terjadi penurunan fase zeolit Na-P dan terbentuk fase lain.

Gambar 4.3 menggambarkan spektra sampel variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,3; 0,4; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3 dengan adanya puncak yang sejajar dengan puncak sodalit referens (Sari, 2016) pada bilangan gelombang sekitar 430, 463, 664, 741 dan 990 cm<sup>-1</sup>. Seiring dengan peningkatan rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> semakin tajam pula puncak yang sejajar dengan puncak khas sodalit. Hal ini mengindikasikan pada sampel variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,3; 0,4; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3 berhasil dalam pembentukan sodalit. Hasil tersebut sesuai dengan data XRD yang menunjukkan bahwa intensitas sodalit semakin besar seiring dengan bertambahnya rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>. Spektrum sampel zeolit variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,3 terdapat puncak yang sejajar dengan zeolit Na-A referens (Setyaningsih, 2015). Puncak sampel yang sejajar terletak pada bilangan gelombang sekitar 465 cm<sup>-1</sup>.



Gambar 4.3 Spektra inframerah sampel a) kaolin; b) rasio 0,3; c) rasio 0,4; d) rasio 0,5; e) rasio 0,7; f) rasio 0,9; g) rasio 1,1 dan h) rasio 1,3

Tabel 4.4 Data FTIR hasil sintesis sampel zeolit referensi dan zeolit variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub>

Jenis vibrasi	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )									
	Na-P	Sodalit	Zeolit Na-A	0,3	0,4	0,5	0,7	0,9	1,1	1,3
Vibrasi tekuk T-O <sub>4</sub> (T = Si, Al) (420-500 cm <sup>-1</sup> )	419	432 463	465	426 465	430 463	420 444	422 461	422 459	428 463	428 461
Vibrasi eksternal cincin ganda D4R dan D6R (500-650 cm <sup>-1</sup> )	606	-	552	538	540	581 610	529	-	557	559

Vibrasi simetris dan asimetris O-T-O (650-820 cm <sup>-1</sup> )	684 744	662 729	654 860	664 700	664 700	652 741	661 700	660 714	662 702	662 700
Vibrasi asimetris T-O-T (950-1250 cm <sup>-1</sup> )	1001	981	1011	999	993	988	990	988	988	986

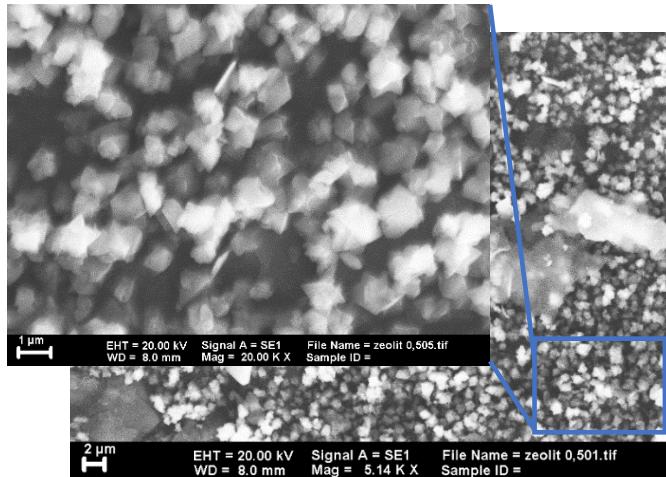
#### 4.2.3 Karakterisasi SEM-EDX

Karakterisasi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi struktur dan ukuran partikel sedangkan EDX (*Energy Dispersive X-Ray*) digunakan untuk mengetahui distribusi unsur yang terkandung di dalam sampel. Pada penelitian ini sampel yang dikarakterisasi adalah variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,5 dan 0,7. Morfologi sampel zeolit rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,5 ditunjukkan pada Gambar 4.4 mengindikasikan adanya zeolit Na-P dengan bentuk yang beraneka ragam. Gambar 4.4 menunjukkan distribusi partikel yang seragam. Hal ini menunjukkan bahwa rasio Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> berpengaruh terhadap kristalinitas hasil sintesis. Penelitian yang telah dilakukan Zubowa dkk. (2008) menyatakan bahwa morfologi zeolit Na-P menyerupai bola. Morfologi pada Gambar 4.4 memperkuat hasil karakterisasi XRD dimana terdapat puncak khas zeolit Na-P pada  $2\theta = \sim 12,59; 17,89; 21,92; 28,25; 33,63; 46,05$ .

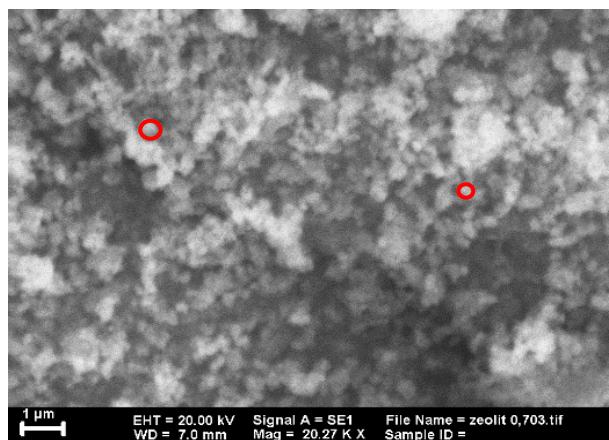
Morfologi sampel zeolit rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,7 ditunjukkan pada Gambar 4.5. Terlihat bahwa sampel terdapat sodalit dengan bentuk yang tidak beraturan dengan adanya agregat. Bentuk tersebut sesuai dengan penelitian yang dilaporkan oleh Li dkk. (2015) bahwa sodalit memiliki bentuk yang tidak beraturan dengan adanya agregat dalam jumlah yang besar. Hal tersebut memperkuat informasi yang ditunjukkan oleh data XRD dimana terdapat puncak khas sodalit pada  $2\theta = \sim 14,07; 24,36; 31,54; 35,07; 37,93; 48,20$ .

Analisis EDX digunakan untuk mengetahui distribusi dan komposisi unsur yang terdapat pada sampel zeolit variasi rasio mol. Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> 0,5 dan 0,7. Hasil analisis EDX terlihat bahwa kedua sampel tersebut mengandung Si, O, Al, dan Na. Data persentase perhitungan atom Si dan Al tercantum pada Tabel 4.5 yang diperoleh rata-rata rasio mol SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dari kedua sampel sebesar 0,775. Distribusi unsur hasil sintesis kedua variasi tersebut dapat dilihat pada Gambar 4.6 menunjukkan bahwa unsur Si dan Al terdistribusi pada sampel hasil sintesis. Sampel zeolit dengan variasi rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> = 0,5 dan 0,7 memiliki distribusi Si

dan Al yang sama. Hasil tersebut tidak sesuai dengan rasio mol Si/Al saat sintesis yaitu sebesar 3,8. Hal ini diakibatkan rasio mol Si/Al yang terdeteksi oleh instrumen EDX hanya pada permukaan sampel saja.



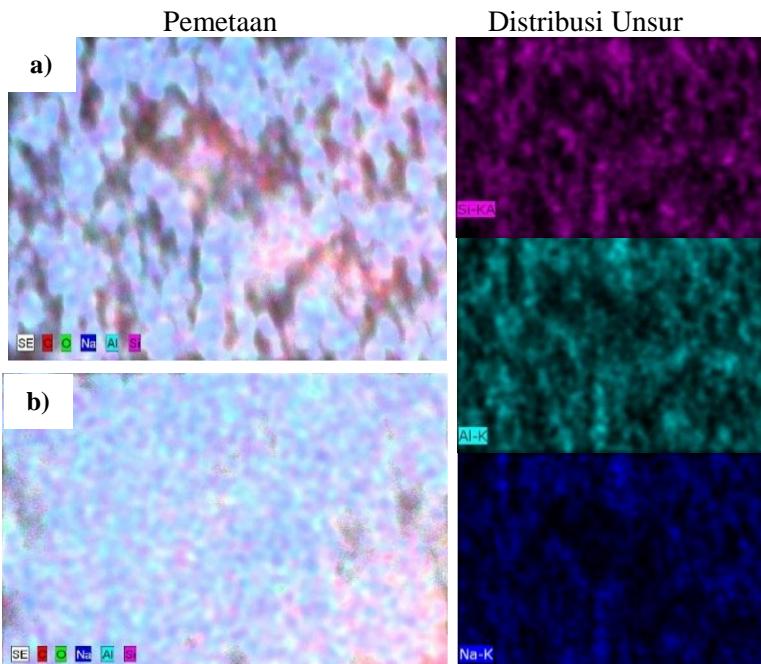
Gambar 4.4 Morfologi SEM sampel zeolit  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,5



Gambar 4.5 Morfologi SEM sampel zeolit  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,7

Tabel 4.5 Hasil analisis EDX sampel zeolit variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,5 dan 0,7.

Sampel	Distribusi Unsur (% Atom)				Rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
	Si	Al	Na	O	
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,5$	2,21	2,87	4,21	53,99	0,77
$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,7$	3,71	4,75	6,50	69,19	0,78



Gambar 4.6 Pemetaan unsur sampel zeolit a) rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,5 dan b) rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  0,7

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1      Kesimpulan**

Variasi rasio  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  berpengaruh terhadap kelarutan silika dan alumina yang terdapat pada kaolin. Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,3; 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1$  dan  $1,3$  dibandingkan dengan zeolit pembanding terbentuk fase sodalit, zeolit Na-P dan zeolit Na-A. Hasil karakterisasi difraksi sinar-X dan spektroskopi inframerah menunjukkan bahwa fase zeolit Na-P mulai tampak pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,5; 0,7; 0,9$  dengan intensitas paling tinggi terdapat pada sampel rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,5$ . Fase sodalit muncul pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,3; 0,4; 0,7; 0,9; 1,1$  dan  $1,3$  dengan intensitas paling tinggi terdapat pada sampel rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,9$ . Pada variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,3$  terbentuk fase zeolit Na-A. Morfologi SEM sampel dengan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,5$  beraneka ragam yang merupakan morfologi zeolit Na-P, sedangkan pada sampel dengan rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,7$  tidak beraturan dengan agregat yang mengindikasikan morfologi sodalit. Hasil analisis EDX menunjukkan sampel variasi rasio mol  $\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2 = 0,5$  dan  $0,7$  memiliki rasio mol  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  berturut-turut sebesar  $0,77$  dan  $0,78$ .

#### **5.2      Saran**

Pada penelitian selanjutnya yang berkaitan tentang sintesis zeolit disarankan untuk dilakukan studi lebih lanjut tentang pengaruh penambahan mol  $\text{Na}_2\text{O}$  yang dapat menghasilkan zeolit tertentu. Adapun faktor-faktor lain antara lain adalah prekursor, rasio  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , waktu pemeraman, serta suhu hidrotermal untuk mengetahui kondisi optimal agar diperoleh zeolit tertentu dengan kemurnian yang tinggi.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullahi, T., Harun, Z., Orthman, Mohd. H.D. (2017). "A review on sustainable synthesis of zeolite from kaolinite resources via hydrothermal process". *Advanced Powder Technology*, 28, 1827-1840.
- Ali, I.O., El-Sheikh, S.M., Salama, T.M., Bakr, M.F., Fodial, M.H. (2015). "Controllable synthesis of NaP zeolite and its application in calcium adsorption". *Science China Materials*, 58, 621-633.
- Alkan, M., Hopa, Ç., Yilmaz, Z., Güller, H. (2005). "The effect of alkali concentration and solid/liquid ratio on the hydrothermal synthesis of zeolite NaA from natural kaolinite". *Microporous and Mesoporous Materials*, 86, 176-184.
- Armbruster, T., Gunter, M.E. (2001). "Crystal Structures of Natural Zeolites". *Reviews in Mineralogy and Geochemistry. Natural Zeolites: Occurrence, Properties, Applications*. 45, 1-67.
- Auberbach, S.M., Carrado, K.A., Dutta, P.K. (2003). "Handbook of Zeolite Science and Technology". USA: Marcel Dekker, Inc.
- Ayele, L., Pérez-Pariente, J., Chebude, Y., Díaz, I. (2016). "Conventional versus alkali fusion synthesis of zeolite A from low grade kaolin". *Applied Clay Science*, 132-133, 485-490.
- Azizi, S.N., Asemi, N. (2014). "The Effect of Ultrasonic and Microwave -Assisted Aging on the Synthesis of Zeolite P from Iranian Perlite Using Box-Behnken Experimental Design". *Chemical Engineering Communications*, 201, 909-925.
- Belviso, C., Cavalcante, F., Lettino, A., Fiore, S. (2013). "A and X-type zeolites synthesised from kaolinite at low temperature". *Applied Clay Science*, 80-81, 162-168.

- Bessa, R.de Andrea., Costa, L.de Sousa., Oliveira, C.P., Bohn, F., do Nascimento, R.F., Sasaki, J.M., Loiola, A.R. (2017). "Kaolin-based magnetic zeolites A and P as water softeners". *Microporous and Mesoporous Materials*, 245, 64-72.
- Bhattacharyya, K.G., dan Gupta, S.G. (2008). "Adsorption of a few heavy metals on natural and modified kaolinite and montmorillonite: A review". *Advances in Colloid and Interface Science*, 140, 114-131.
- Brundle, C.R., Evans Jr, C.A., Wilson, S. (1992). "Encyclopedia of Materials Characterization". USA: Butterworth-Heinemann.
- Byrappa, K., Yoshimura, M. (2001). "HANDBOOK OF HYDROTHERMAL TECHNOLOGY. A Technology for Crystal Growth and Materials Processing". USA: Noyes Publications.
- Caballero, I., Colina, F.G., Costa, J. (2007). "Synthesis of X-type Zeolite from Dealuminated Kaolin by Reaction with Sulfuric Acid at High Temperature". *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 46, 1029-1038.
- Chandrasekhar, S., Pramada, P.N. (1999). "Investigation on Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin". *Journal of Porous Materials*, 6, 283–297.
- Chen, N.Y., Degnan, Jr, T.F., Smith, C.M. (1994). "Molecular Transport and Reaction in Zeolites". New York, USA: VCH Publishers.
- Colella, C., Kiricsi, G. Pa'l-Borbe'ly, J.B., Nagy, H.G., Karge (Eds). (1999). "Porous materials in environmental friendly processes". *Studies in Surface Science and Catalysis*, 125, 641.
- Cundy, C.S., Cox, P.A. (2005). "The hydrothermal synthesis of zeolites: Precursors, intermediates and reaction mechanism". *Microporous and Mesoporous Materials*, 82, 1-78.

- Doyle, A.M., Albayat, T.M., Abbas, A.S., Alimaeel, Z.T. (2016). "Biodiesel production by esterification of oleic acid over zeolite Y prepared from kaolin". *Renewable Energy*, 97, 19-23.
- Duan, A., Wan, G., Zhang, Y., Zhao, Z., Jiang, G., Liu. (2011). "Optimal synthesis of micro/mesoporous beta zeolite from kaolin clay and catalytic performance for hydrodesulfurization of diesel". *Catalysis Today*, 175, 485-493.
- Faghihian, H., Kamali, M. (2003). "Synthesis of Na-P<sub>c</sub> zeolite from perlite and study of its ability to remove cyanide from liquid wastes". *International Journal of Environment and Pollution*, 19, 557-566.
- Feng, H., Li, C., Shan, H. (2009). "In-situ synthesis and catalytic activity of ZSM-5 zeolite". *Applied Clay Science*, 42, 439-445.
- Gougazeh, M., Buhl, J.-Ch. (2014). "Synthesis and characterization of zeolite A by hydrothermal transformation of natural Jordanian kaolin". *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences*, 15, 35-42.
- Hansen, S., Hakansson, U., Landa-Canovas, A.R., Fälth, L. (1993). "On the crystal chemistry of NaP zeolites". *Zeolites*, 13, 276-280.
- Hartanto, D., Yuan, L.S., Sari, S.M., Sugiarso, D., Murwani, I.K., Ersam, T., Prasetyoko, D., Nur, H. (2016). "Can kaolin function as source of alumina in the synthesis of ZSM-5 without an organic template using a seeding technique?". *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 12, 85-90.
- Hildebrando, E.A., Andrade, C.G.B., Junior, C.A.F. da Rocha, Angélica, R.S., Valenzuela-Diaz, F.R., Neves, R. de Freitas. (2014). "Synthesis and Characterization of Zeolite NaP Using Kaolin Waste as a Source of Silicon and Aluminum". *Materials Research*. 17, 174-179.

- Holmes, S.M., Khoo, S.H., Kovo, A.S. (2011). “The direct conversion of impure natural kaolin into pure zeolite catalysts”. *Green Chemistry*, 13, 1152-1154.
- Iftitahiyah, V.N., Prasetyoko, D., Nur, H., Bahruji, H., Hartati. (2018). “Synthesis and characterization of zeolite NaX from Bangka Belitung Kaolin as alternative precursor”. *Malaysian Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 14, 414-418
- Inada, M., Eguchi, Y., Enomoto, N., Hojo, J. (2005). “Synthesis of zeolite from coal fly ashes with different silica-alumina composition”. *Fuel*, 84, 299-304.
- Ismunandar. (2004). “Padatan Oksida Logam : Struktur, Sintesis dan Sifat-Sifatnya”. Bandung : Departemen Kimia FMIPA ITB.
- Jha, B., Singh, D.N. (2016). “Fly Ash Zeolites Innovations, Applications, and Direction, Singapore: Springer.
- Johnson, E.G.B., Arshad, S.E. (2014). “Hydrothermally synthesized zeolites based on kaolinite: A review”. *Applied Clay Science*, 97-98, 215-221.
- Jumaeri, W., Astuti., Lestari, W.T.P. (2007). “Preparasi dan Karakterisasi Zeolit dari Abu Layang Batu Bara Secara Alkali Hidrotermal”. *Reaktor*, 11, 38-44.
- Kahraman, Sibel, Önal, M., Sarıkaya, Y., Bozdoğan, I. (2005). “Characterization of Silica Polymorphs in Kaolins by X-ray Diffraction Before and After Phosphoric Acid Digestion and Thermal Treatment”. *Analytica Chimica Acta*, 552, 201–206.
- Kartimi, R., Bayati, B., Aghdam, N.C., Ejtemaei, M., Babaluo, A.A. (2012). “Studies of the Effect of Synthesis Parameters on ZSM-5 Nanocrystalline Material During Template-hydrothermal Synthesis in the Presence of Chelating Agent”. *Powder Technology*, 229, 229-236.
- Kaučič, Venčeslav. (1994). “The Structure of Zeolites and Aluminophosphate Molecular Sieves”. *Croatica Chemica Acta*, 67, 241-261.

- Kostinko, John. A. (1983). "Factors Influencing the Synthesis of Zeolites A, X, and Y". *ACS Symposium*, 218, 3-19.
- Kulprathipanja, Santi. (2010). "Zeolites in Industrial Separation and Catalysis". Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA.
- Li, J., Zeng, X., Yang, X., Wang, C., Luo, X. (2015). "Synthesis of pure sodalite with wool ball morphology from alkali fusion kaolin". *Materials Letters*, 161, 157-159.
- Ma, Y., Yan, C., Alshameri, A., Qiu, X., Zhou, C., Li, D. (2014). "Synthesis and characterization of 13X zeolite from low-grade natural kaolin". *Advanced Powder Technology*, 25, 495-499.
- Maia, A.A.B., Neves, R.F., Angélica, R.S., Pöllmann, H. (2015). "Synthesis of sodalite from Brazilian kaolin wastes". *Clay Minerals*, 50, 663-675.
- Maingaye, Dakalo. (2012). "Synthesis of Zeolites from South African Coal Fly Ash: Investigation of Scale-Up Conditions". Cape Town : Chemical Engineering Cape Peninsula University of Technology.
- Masoudian, S.M., Sadighi, S., Abbasi, A. (2013). "Synthesis and Characterization of High Aluminum Zeolite X from Technical Grade Materials". *Bulletin of Chemical Reaction Engineering & Catalysis*, 8, 54-60.
- Mohamed, M.M., Salama, T.M., Othman, I., Ellah, I.A. (2005). "Synthesis of high silica mordenite nanocrystals using o-phenylenediamine template". *Microporous and Mesoporous Materials*, 84, 84-96.
- Montalvo, S., Guerrero, L., Borja, R., Sánchez, E., Milán, Z., Cortés, I., Angeles de la la Rubia, M. (2012). "Application of natural zeolites in anaerobic digestion processes: A review". *Applied Clay Science*, 58, 125-133.
- Moshoeshoe, M., Nadiye-Tabbiruka, M.S., Obuseng, V. (2017). "A Review of the Chemistry, Structure, Properties and

- Applications of Zeolites". *American Journal of Materials Science*, 7, 196-221.
- Murray, H.H. (1999). "Applied clay mineralogy today and Tomorrow". *Clay Minerals*, 34, 39-49.
- Murray, H.H. (2006). "Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays". Oxford: Elsevier.
- Musyoka, N.M. (2009). "Hydrothermal synthesis and optimisation of zeolite Na-P1 from South African coal fly ash". Cape Town: University of Western Cape.
- Othmer, K., (1993). *Encyclopedia of Chemical Technology*. New York: Wiley Interscience.
- Pal, P., Das, J.K., Das, N., Bandyopadhyay, S. (2013). "Synthesis of NaP at room temperature and short crystallization time by sonochemical method". *Ultrasonics Sonochemistry*, 20, 314-321.
- Petrov, Ivan., Michalev, Todor. (2012). "Synthesis of Zeolite A: A Review". НАУЧНИ ТРУДОВЕ НА РУСЕНСКИЯ УНИВЕРСИТЕТ. 51, 30-35.
- Prasad, M.S., Reid, .K.J., Murry, H.H. (1991). "Kaolin: processing, properties and applications". *Applied Clay Science*, 6, 87-119.
- Prasetyoko, D., Ramli, Z., Endud, S., Hamdan, H., Sulikowski, B. (2006). "Conversion of rice husk ash to zeolite beta". *Waste Management*, 26, 1173-1179.
- Qiang, L., Ying, Z., Zhijun, C., Wei, G., Lishan, C. (2010). "Influence of synthesis parameters on the and Si/Al rasio of NaY zeolite synthesized from kaolin". *Petroleum Science*, 403-409.
- Qoniah, I., Prasetyoko, D., Bahruji, H., Triwahyono, S., Jalil, A.A., Suprapto., Hartati., Purbaningtias, T.E. (2015). "Direct synthesis of mesoporous aluminosilicates from Indonesian

- kaolin clay without calcination”. *Applied Clay Science*, 118, 290-294.
- Rasouli, M., Yaghobi, N., Chitsazan, S., Sayyar, M.H. (2012). “Effect of nanocrystalline zeolite Na-Y on meta-xylene separation”. *Microporous and Mesoporous Materials*, 152, 141-147.
- Ríos, C.A., Williams, C.D., Catellanos, O.M. (2012). “Crystallization of low silica Na-A and Na-X zeolites from transformation of kaolin and obsidian by alkaline fusion”. *Ingeniería y Competitividad*. 14, 125-137.
- Rustum., Ediati, R., Septiyana, B., Zein, Y.M., Bahruji, A., Qoniah, I., dkk. (2013). “Direct Synthesis of ZSM-5 from kaolin the presence of TPABr and TPAOH as Organic Templates”. Thesis Kimia ITS, Surabaya.
- San Cristóbal, A.G., Castello, R., Martín Luengo, M.A., Vizcayno, C. (2010). “Zeolites prepared from calcined and mechanically modified kaolins A comparative study”. *Applied Clay Science*, 49, 239-246.
- Sánchez-Hernández, R., López-Delgado, A., Padilla, I., Galindo, R., López-Andrés, S., (2016). “One-step synthesis of NaP1, SOD and ANA from a hazardous aluminum solid waste”. *Microporous and Mesoporous Materials*, 226, 267-277.
- Sari, M.E.F. (2016). “Pengaruh Alkalinitas Pada Sintesis Sodalit Menggunakan Kaolin Secara Langsung dan Aplikasinya untuk Adsorpsi Pb<sup>2+</sup>”. Thesis Kimia ITS, Surabaya.
- Setyaningsih, Sri. (2015). “Pengaruh Waktu Kristalisasi Terhadap Pembentukan Zeolit A dari Pasir Vulkanik Gunung Kelud”. Skripsi Kimia ITS, Surabaya.
- Shalihah, Raudhatus. (2017). “Sintesis Zeolit Na-P dari Kaolin Bangka Belitung dengan Variasi Konsentrasi Leaching Asam Sulfat dan Waktu Kristalisasi”. Skripsi Kimia ITS, Surabaya.

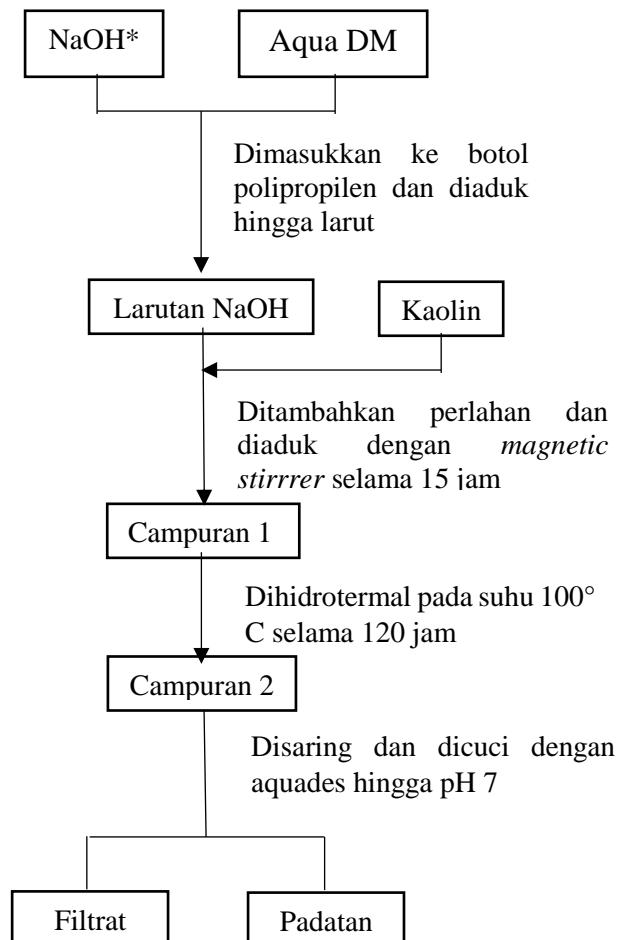
- Sibilia, P. (1996). “*Guide To Material Characterization and Chemical Analysis 2nd edition*”. New York: John Wiley-VCH.
- Smart, L., dan Moore, E. (1992). “Solid State Chemistry, First edition”. London: Chapman and Hall University and Professional Division.
- Smith., K.C.A., Oatley, C.W. (1955). “The Scanning Electron Microscope and It's Fields of Application”. *British Journal of Applied Physics*. 6, 391.
- Stadtlander, C.T.K-H. (2007). “Scanning Microscopy and Transmission Electron Microscopy of Mollicutes: Challenges and Opportunities”. *Modern Research and Educational Topics in Microscopy*, 122-131.
- Szostak, R. (1989). “Molecular Sieves. Principles of Synthesis and Identification”. Ed. Van Nonstrand Reinhold, Netherlands: Springer.
- Tavasoli, M., Kazemian, H., Sadjadi, S., Tamizifar, M. (2014). “Synthesis and Characterization of Zeolite NaY Using Kaolin With Different Synthesis Methods”. *Clays and Clay Minerals*, 62, 508-518.
- Treacy, M.M.J., Higgins, J.B. (2007). “Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites”. Amsterdam: Elsevier.
- Vaculíkova, L., Plevová, E., Vallová, S., Koutník, I. (2011). “Characterization and Differentiation of Kaolinites from Selected Czech Deposits Using Infrared Spectroscopy and Differential Thermal Analysis”. *Acta Geodynamica et Geomaterialia*, 8, 59-67.
- Vernon-Parry, K.D. (2000). “Scanning Electron Microscopy: an introduction”. *III-Vs Review*, 13, 40-44.
- Vučinić, D., Miljanović, I., Rosić, A., Lazić P. (2003). “Effect of Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> mole ratio on the crystal type of zeolite synthesized from coal fly ash”. *Journal of Serbian Chemical Society*, 68, 471-478.

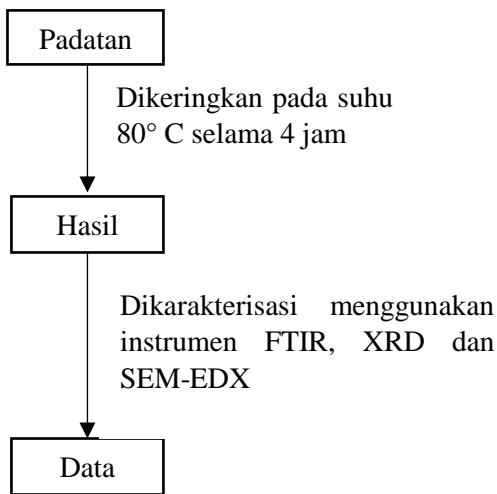
- Wang, P., Shen, B., Shen, D., Gao, J. (2007). "Synthesis of ZSM-5 Zeolit from Expanded Perlite and its Catalytic Performance in FCC Gasoline Aromatization". *Catalysis Today*, 125, 155-162.
- Wang, Shaobin., Peng, Yuelian. (2010). "Natural zeolites as effectife adsorbents in water and wastewater treatment". *Chemical Engineering Journal*, 156, 11-24.
- West, A.R. (1984). "Solid State Chemistry and Its Applications". New York: John Wiley & Sons.
- West, A.R. (2014). "Fundamental of Analytical Chemistry 9th Edition" USA : Brooks/Cole – Thomson Learning.
- Widiastuti, N., Hidayah, M.Z.N., Prasetyoko, D., Fansuri, H. (2014). "Synthesis of zeolite X-carbon from coal bottom ash for hydrogen storage material". *Advanced Materials Letters*, 5, 453-458.
- Xu, R., Yu, J., Huo, Q., Chen, J.J., Pang, W. (2007). "Chemistry and Molecular Sieves : Zeolites and Related Porous Materials. New York : John & Wiley Sons Inc.
- Yuan, Y., Tian, P., Yang, M., Fan, D., Wang, L., Xu, S., Wang, C., Wang, D., Yang, Y., Liu, Z. (2015). "Synthesis of hierarchical beta zeolite by using bifunctional cationic polymer and the improved catalytic performance". *RSC Advances*, 5, 9852-9860.
- Zhu, Y., Chang, Z., Pang, J., Xiong, C. (2011). "Synthesis of Zeolite 4A from Kaolin and Bauxite by Alkaline Fusion at Low Temperature". *Materials Science Forum*, 685, 298-306.
- Zubowa, H.L., Kosslick, H., Muller, D., Richter, M., Wilde, L., Fricke, R.. (2008). "Crystallization of phase-pure zeolite NaP from MCM-22-type gel compositions under microwave radiation". *Microporous and Mesoporous Materials*, 109, 542-548.

*“Halaman ini sengaja dikosongkan”*

## LAMPIRAN

### Lampiran A. Diagram Alir Penelitian Prosedur Sintesis Zeolit





## Lampiran B. Perhitungan Sintesis Zeolit

### B1. Persentase Komposisi Bahan

a) Kaolin

- $\text{Al}_2\text{O}_3 = 35,6\% \ (\text{Mr} = 101,96 \text{ g/mol})$
- $\text{SiO}_2 = 59,3\% \ (\text{Mr} = 60,09 \text{ g/mol})$

b) Aqua DM ( $\text{Mr} = 18 \text{ g/mol}$ )

c) NaOH pellet = 98 % ( $\text{Mr} = 40 \text{ g/mol}$ )

### B2. Sintesis Zeolit

Komposisi molar bahan untuk sintesis zeolit

$\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O} = 1,14 : 1 : 3,8 : 50$

Rasio  $\text{Na}_2\text{O} / \text{SiO}_2 = 0,3$

a) 1 mol  $\text{Al}_2\text{O}_3$

$$\begin{aligned}
 \text{massa } \text{Al}_2\text{O}_3 &= n \times \text{Mr} \\
 &= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ g/mol} \\
 &= 101,960 \text{ g}
 \end{aligned}$$

Persentase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dalam kaolin adalah 35,6 %, maka massa kaolin yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned}\text{massa kaolin} &= \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{35,6 \%} \\ &= \frac{101,96 \text{ g}}{35,6 \%} \\ &= 286,404 \text{ gram}\end{aligned}$$

b) 3,8 mol SiO<sub>2</sub>

Massa kaolin yang diperlukan:

$$\begin{aligned}\text{massa SiO}_2 &= n \times M_r \\ &= 3,8 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol} \\ &= 228,342 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase SiO<sub>2</sub> dalam kaolin adalah 59,3 %, maka massa kaolin yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned}\text{massa kaolin} &= \frac{\text{massa SiO}_2}{59,3 \%} \\ &= \frac{228,342 \text{ g}}{59,3 \%} \\ &= 385,062 \text{ gram}\end{aligned}$$

c) 1,14 mol Na<sub>2</sub>O

$$\begin{aligned}\text{penambahan NaOH} &= 2 \times 1,14 \text{ mol} \\ &= 2,28 \text{ mol}\end{aligned}$$

Massa NaOH yang harus ditambahkan

$$\begin{aligned}&= 2,28 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= 91,2 \text{ gram}\end{aligned}$$

d) 50 mol H<sub>2</sub>O

Massa H<sub>2</sub>O yang diperlukan:

$$\begin{aligned}\text{massa H}_2\text{O} &= n \times M_r \\ &= 50 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol} \\ &= 900 \text{ gram}\end{aligned}$$

Perhitungan untuk variasi rasio Na/Si 0,4; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 dan 1,3 sama dengan perhitungan rasio Na/Si = 0,3. Semua massa bahan

dibagi dengan 100 dan untuk massa kaolin berdasarkan perhitungan dari mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, sehingga massa yang dibutuhkan:

Komposisi molar	Rasio Na/Si	Massa kaolin	Massa NaOH	Massa H <sub>2</sub> O
1,14 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	0,3	2,864 g	0,912 g	9,00 g
1,52 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	0,4	2,864 g	1,216 g	9,00 g
1,9 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	0,5	2,864 g	1,520 g	9,00 g
2,66 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	0,7	2,864 g	2,218 g	9,00 g
3,42 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	0,9	2,864 g	2,736 g	9,00 g
4,18 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	1,1	2,864 g	3,344 g	9,00 g
4,94 Na <sub>2</sub> O : Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 3,8 SiO <sub>2</sub> : 50 H <sub>2</sub> O	1,3	2,864 g	3,952 g	9,00 g
Total		20,048 g	15,898 g	63,00 g

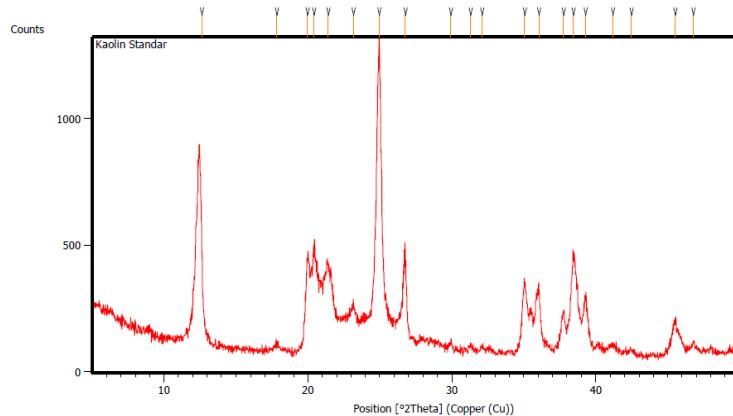
### Lampiran C. Data Karakterisasi

#### C1. Data XRF Kaolin Bangka Belitung

Unsur			Oksida		
Compound	Conc	Unit	Compound	Conc	Unit
Al	30,65	0%	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,6	0%
Si	58,4	0%	SiO <sub>2</sub>	59,3	0%
K	4,495	0%	K <sub>2</sub> O	1,99	0%
Ca	0,595	0%	CaO	0,31	0%
Ti	0,625	0%	TiO <sub>2</sub>	0,35	0%
V	0,03	0%	V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,02	0%
Cr	0,13	0%	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,0655	0%
Mn	0,088	0%	MnO	0,039	0%
Fe	4,39	0%	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,065	0%
Ba	0,62	0%	BaO	0,26	0%

## C2. Data Difraksi Sinar-X

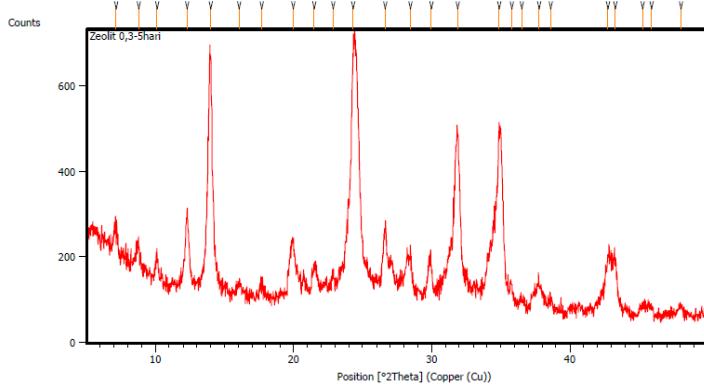
### C2.1 Data Difraksi Sinar-X Kaolin Bangka Belitung



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
12.6059	450.71	0.1171	7.02220	37.00
17.8252	25.49	0.4015	4.97612	2.09
19.9731	370.14	0.2007	4.44556	30.39
20.4320	415.69	0.1004	4.34675	34.13
21.3978	330.60	0.4015	4.15269	27.14
23.1696	163.14	0.3346	3.83898	13.39
24.9431	1218.13	0.0836	3.56990	100.00
26.7550	375.98	0.1673	3.33212	30.87
29.9316	22.32	0.2007	2.98532	1.83
31.3052	23.99	0.2676	2.85740	1.97
32.1053	21.83	0.2007	2.78799	1.79
35.0538	288.49	0.2342	2.55995	23.68
36.0483	272.74	0.1338	2.49157	22.39
37.7837	172.10	0.2342	2.38103	14.13
38.4629	393.62	0.3011	2.34054	32.31
39.3087	228.31	0.2007	2.29210	18.74
41.1827	41.48	0.5353	2.19203	3.41
42.4983	23.92	0.4015	2.12717	1.96
45.5385	132.46	0.2676	1.99198	10.87
46.8020	46.21	0.2007	1.94110	3.79

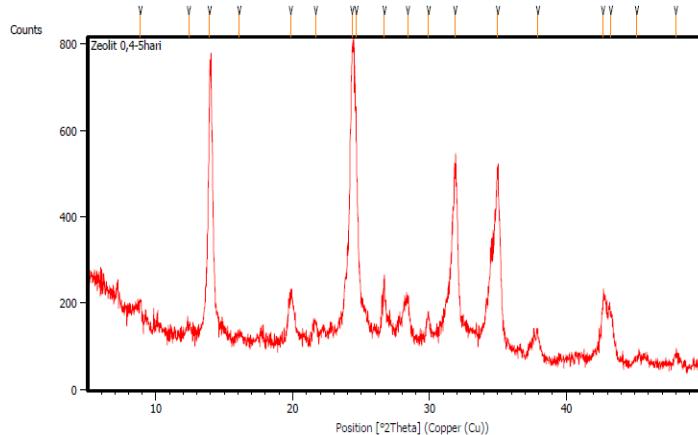
## C2.2 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,3



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.1342	56.09	0.2676	12.39100	10.22
8.7749	53.90	0.2007	10.07754	9.82
10.0993	52.59	0.1338	8.75879	9.58
12.2805	174.05	0.2342	7.20752	31.71
14.0006	548.92	0.1338	6.32565	100.00
16.0576	24.55	0.4015	5.51968	4.47
17.6933	24.98	0.4015	5.01291	4.55
19.9442	133.53	0.3346	4.45194	24.33
21.4901	65.26	0.3346	4.13505	11.89
22.8361	50.16	0.2007	3.89429	9.14
24.2825	534.81	0.2676	3.66550	97.43
26.6334	152.95	0.2342	3.34705	27.86
28.4516	86.48	0.4015	3.13716	15.75
29.9503	68.23	0.2342	2.98350	12.43
31.8885	370.16	0.3011	2.80645	67.43
34.8909	383.62	0.3011	2.57152	69.89
35.7829	32.59	0.2007	2.50944	5.94
36.5043	9.34	0.3346	2.46149	1.70
37.7724	52.67	0.3346	2.38172	9.60
38.6177	25.92	0.2007	2.33151	4.72
42.7630	123.01	0.2676	2.11461	22.41
43.2999	125.62	0.2007	2.08963	22.88
45.2493	22.66	0.4015	2.00403	4.13
45.9192	17.61	0.3346	1.97635	3.21
48.0275	24.72	0.3346	1.89440	4.50

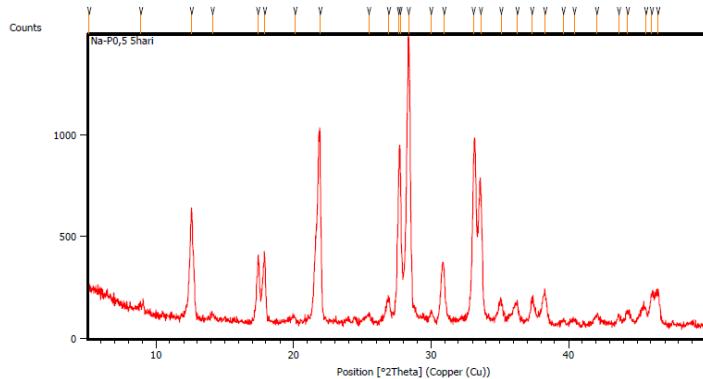
### C2.3 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,4



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8501	36.63	0.2007	9.99211	5.61
12.3906	26.08	0.4015	7.14372	3.99
13.9181	581.27	0.0502	6.36297	88.95
16.0901	16.15	0.4015	5.50861	2.47
19.8411	104.37	0.4015	4.47484	15.97
21.6652	44.07	0.2007	4.10204	6.74
24.3242	653.49	0.3346	3.65931	100.00
24.6283	513.92	0.1004	3.61481	78.64
26.6851	134.47	0.1338	3.34068	20.58
28.4178	94.65	0.2007	3.14081	14.48
29.9268	52.32	0.2007	2.98579	8.01
31.8767	374.72	0.2676	2.80746	57.34
34.9998	403.77	0.1338	2.56377	61.79
37.9220	54.35	0.4015	2.37267	8.32
42.6907	141.42	0.2676	2.11802	21.64
43.2540	110.07	0.3346	2.09174	16.84
45.1663	15.20	0.5353	2.00752	2.33
48.0109	29.59	0.2007	1.89502	4.53

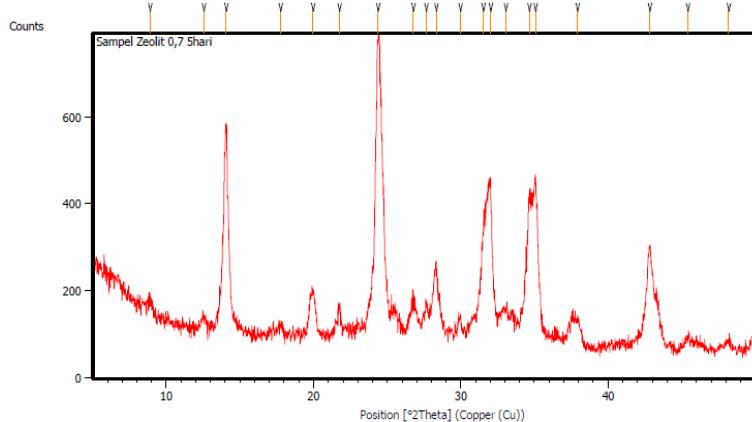
## C2.4 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,5



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.1332	39.72	0.2007	17.21597	2.83
8.8971	29.02	0.4015	9.93944	2.06
12.5905	516.78	0.0836	7.03076	36.76
14.0961	27.53	0.2676	6.28303	1.96
17.4304	327.21	0.1004	5.08791	23.27
17.8937	308.52	0.0836	4.95721	21.95
20.1005	22.42	0.2342	4.41768	1.59
21.9230	907.40	0.1673	4.05439	64.54
25.4686	35.39	0.2676	3.49742	2.52
26.9373	111.42	0.2007	3.30998	7.93
27.6552	753.32	0.1020	3.22299	53.58
27.7523	853.51	0.1004	3.21460	60.71
28.3551	1405.85	0.1171	3.14761	100.00
30.0120	50.83	0.1673	2.97751	3.62
30.9430	269.03	0.1338	2.89001	19.14
33.0986	796.52	0.2007	2.70656	56.66
33.6264	652.72	0.2342	2.66528	46.43
35.1072	118.92	0.2342	2.55617	8.46
36.2830	100.42	0.1673	2.47599	7.14
37.3506	113.88	0.2342	2.40764	8.10
38.2895	163.99	0.2342	2.35074	11.67
39.6311	22.25	0.2007	2.27420	1.58
40.4272	21.89	0.4684	2.23123	1.56
42.0699	45.97	0.3346	2.14783	3.27
43.6649	43.31	0.2007	2.07300	3.08
44.3188	61.33	0.3346	2.04393	4.36
45.6257	80.17	0.2007	1.98837	5.70

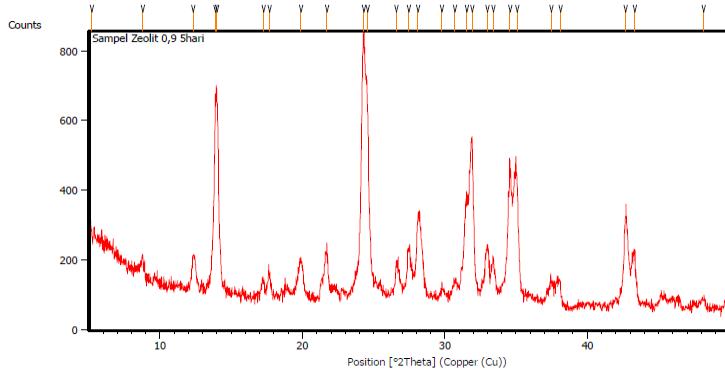
## C2.5 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,7



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8856	26.65	0.4015	9.95228	3.85
12.5426	25.43	0.2676	7.05752	3.67
14.0692	468.46	0.2342	6.29499	67.63
17.7378	26.08	0.4015	5.00042	3.77
19.9693	103.39	0.2007	4.44641	14.93
21.7475	69.02	0.1338	4.08670	9.96
24.3599	692.66	0.3011	3.65403	100.00
26.7899	99.37	0.2342	3.32785	14.35
27.6385	85.96	0.2007	3.22757	12.41
28.3293	175.21	0.3011	3.15042	25.29
29.9653	62.85	0.2007	2.98204	9.07
31.5365	268.44	0.2676	2.83696	38.75
32.0246	360.31	0.1673	2.79483	52.02
33.0382	79.76	0.4015	2.71137	11.51
34.6557	350.14	0.1338	2.58844	50.55
35.0676	392.67	0.2342	2.55897	56.69
37.9274	69.62	0.3346	2.37234	10.05
42.8444	232.03	0.2007	2.11078	33.50
45.4045	26.07	0.3346	1.99755	3.76
48.2027	18.65	0.3346	1.88792	2.69

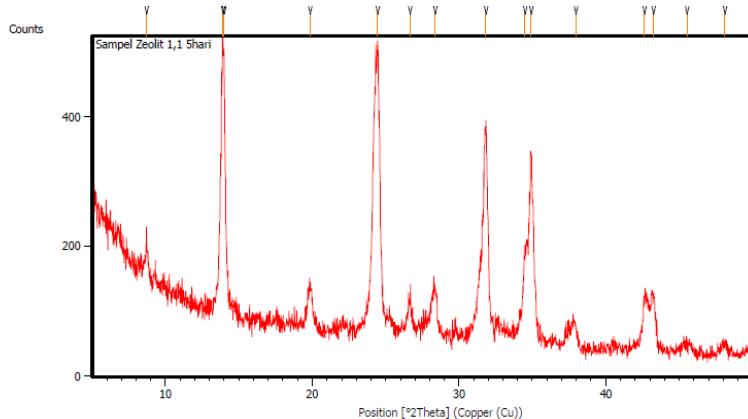
## C2.6 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,9



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [\text{\AA}]	Rel. Int. [%]
5.2147	37.40	0.8029	16.94683	4.86
8.7851	42.94	0.2007	10.06582	5.58
12.3203	97.54	0.2342	7.18434	12.68
13.8785	556.80	0.0669	6.38103	72.38
13.9828	578.64	0.1004	6.33366	75.22
17.2589	43.29	0.1673	5.13810	5.63
17.6654	70.08	0.1338	5.02075	9.11
19.9033	108.41	0.3346	4.46100	14.09
21.6981	134.76	0.2007	4.09590	17.52
24.2901	769.24	0.1004	3.66436	100.00
24.5680	562.41	0.1673	3.62355	73.11
26.5939	112.43	0.1338	3.35194	14.62
27.4538	149.15	0.1673	3.24887	19.39
28.1011	241.62	0.2676	3.17549	31.41
29.7948	46.87	0.2676	2.99872	6.09
30.6895	62.82	0.2676	2.91330	8.17
31.5160	301.34	0.2342	2.83877	39.17
31.9091	478.38	0.1506	2.80469	62.19
32.9860	168.19	0.2342	2.71554	21.86
33.3921	129.49	0.2342	2.68344	16.83
34.5543	409.70	0.1673	2.59580	53.26
35.0528	374.16	0.2676	2.56002	48.64
37.4538	76.93	0.2007	2.40124	10.00
38.1014	77.66	0.1004	2.36190	10.10
42.6861	259.47	0.2007	2.11824	33.73
43.3095	153.15	0.1004	2.08919	19.91
48.1616	26.84	0.2676	1.88944	3.49

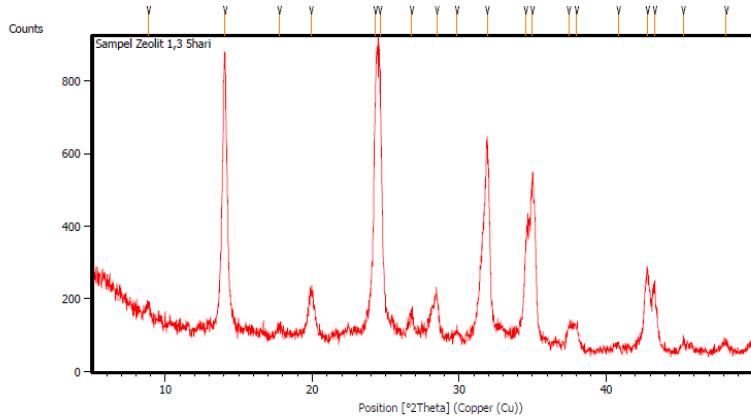
## C2.7 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 1,1



**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.7152	48.17	0.2007	10.14645	11.09
13.9007	427.86	0.1171	6.37091	98.50
13.9999	407.15	0.0502	6.32597	93.73
19.8488	66.36	0.2676	4.47314	15.28
24.4709	434.37	0.0836	3.63770	100.00
26.6537	52.11	0.2007	3.34455	12.00
28.3828	68.67	0.3346	3.14461	15.81
31.8502	334.72	0.1004	2.80974	77.06
34.4956	131.88	0.2007	2.60009	30.36
34.9002	293.90	0.0836	2.57086	67.66
37.9434	35.95	0.3346	2.37138	8.28
42.6361	80.71	0.1673	2.12061	18.58
43.2364	82.35	0.2676	2.09255	18.96
45.5269	10.73	0.8029	1.99246	2.47
48.1171	18.64	0.3346	1.89108	4.29

## C2.8 Data Difraksi Sinar-X Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 1,3

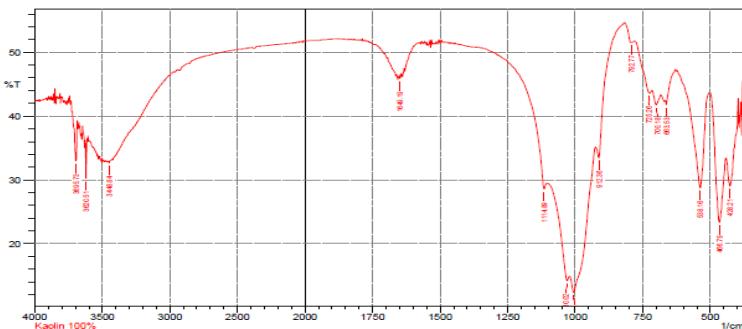


**Peak List:** (Bookmark 3)

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
8.8446	33.02	0.3346	9.99826	4.33
14.0479	763.35	0.0836	6.30446	100.00
17.7643	23.49	0.3346	4.99302	3.08
19.9219	120.01	0.4015	4.45689	15.72
24.2891	652.89	0.2342	3.66451	85.53
24.6224	693.71	0.2342	3.61566	90.88
26.7598	58.47	0.3346	3.33153	7.66
28.4797	117.54	0.2342	3.13412	15.40
29.8549	21.53	0.4015	2.99281	2.82
31.8987	556.73	0.0836	2.80558	72.93
34.5400	281.05	0.1673	2.59684	36.82
34.9834	469.28	0.3011	2.56494	61.48
37.4508	59.46	0.2007	2.40143	7.79
37.9927	62.83	0.3346	2.36841	8.23
40.8346	19.69	0.4015	2.20991	2.58
42.8200	226.75	0.2676	2.11193	29.70
43.3084	176.35	0.1673	2.08924	23.10
45.2796	24.78	0.6691	2.00276	3.25
48.1832	25.36	0.3346	1.88864	3.32

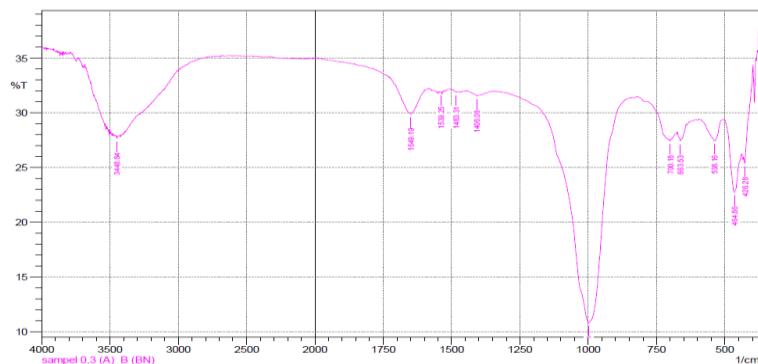
## C3 Data FTIR

### C3.1 FTIR Kaolin Bangka Belitung



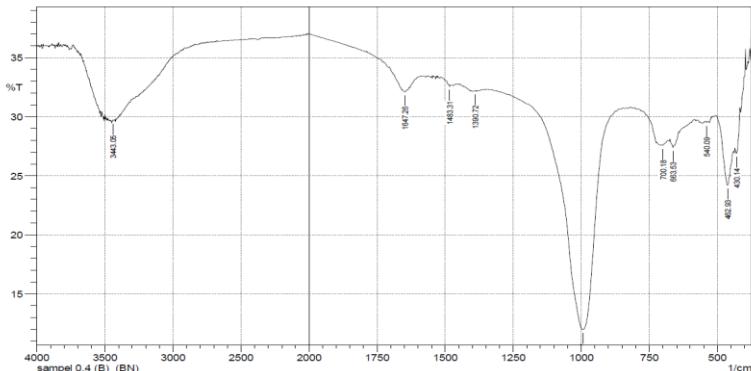
Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1 428.21	29.028	6.661	441.71	399.28	20.474	2.154
2 466.79	23.287	14.356	499.58	443.64	28.816	5.315
3 538.16	25.743	16.111	591.51	591.51	44.425	7.035
4 663.53	41.748	1.169	667.39	628.81	13.402	0.051
5 700.18	41.762	1.928	715.61	684.75	11.431	0.331
6 725.26	43.582	1.616	781.2	715.61	21.416	0.369
7 729.7	31.256	1.177	770.55	770.52	10.240	0.183
8 912.36	33.47	3.602	923.93	817.85	30.542	-3.051
9 1006.88	12.367	5.406	1020.38	925.86	67.266	7.075
10 1030.02	14.187	2.093	1103.32	1022.31	53.161	0.622
11 1111.89	26.248	2.145	1257.63	1176.85	58.492	0.258
12 1249.19	45.906	0.59	1342.12	1043.41	2.553	0.022
13 3448.84	32.615	0.389	3452.7	3444.98	3.734	0.019
14 3620.51	30.208	6.179	3626.29	3610.86	7.272	0.504
15 3665.73	32.96	5.834	3709.24	3686.06	10.503	0.965

### C3.2 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,3



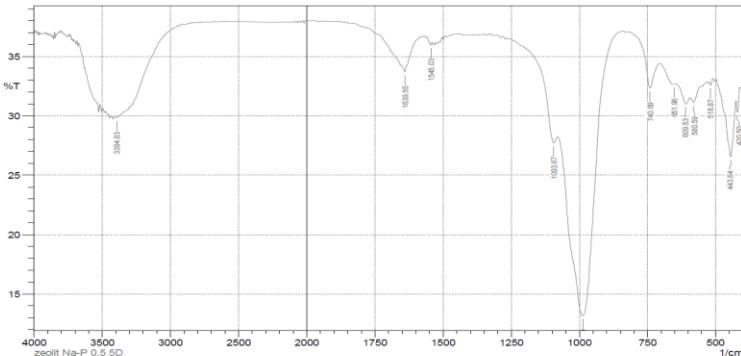
Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1 428.21	25.689	1.539	439.14	389.26	16.055	0.157
2 464.96	22.733	4.629	507.3	439.78	39.75	2.129
3 538.16	27.42	1.941	586.38	509.22	42.199	1.134
4 663.53	27.414	1.012	673.18	642.32	17.09	0.306
5 700.18	27.424	0.21	704.04	682.82	11.828	0.037
6 999.16	10.837	20.551	1257.63	850.66	25.623	52.901
7 1406.08	31.396	0.884	1482.16	1406.16	18.246	0.018
8 1483.31	31.877	0.063	1494.89	1481.38	6.686	0.011
9 1539.25	31.882	0.01	1543.1	1537.32	2.873	0
10 1649.19	29.887	1.158	1726.35	1631.83	47.735	0.82
11 3448.84	27.648	0.286	3454.62	3444.98	5.358	0.016

### C3.3 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,4



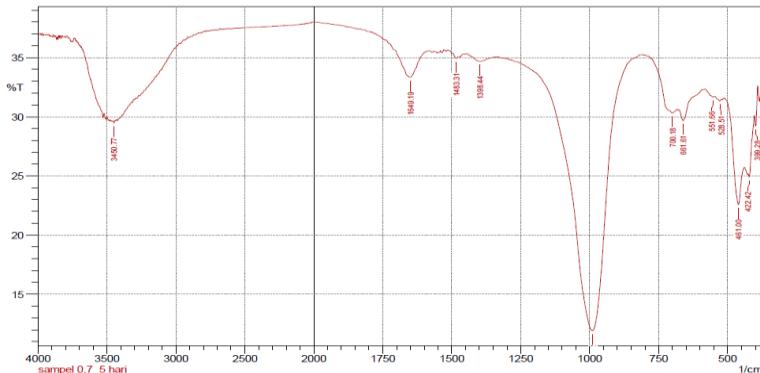
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	430.14	26.888	1.101	434	418.57	8.551	0.269
2	462.93	24.212	3.875	505.37	441.71	36.397	1.709
3	540.09	29.497	0.122	545.87	534.3	6.123	0.007
4	663.53	27.371	0.963	675.11	642.32	18.209	0.295
5	700.18	27.565	0.089	702.11	684.75	9.664	0.014
6	993.37	11.98	18.949	1222.91	862.21	226.991	43.673
7	1390.72	32.654	0.007	1393.66	1383.34	3.000	0.000
8	1481.11	32.625	0.151	1616.1	1481.38	16.706	-0.005
9	1647.26	32.093	0.161	1656.91	1639.55	8.548	0.022
10	3443.05	29.661	0.101	3444.98	3441.12	2.033	0.003

### C3.4 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,5



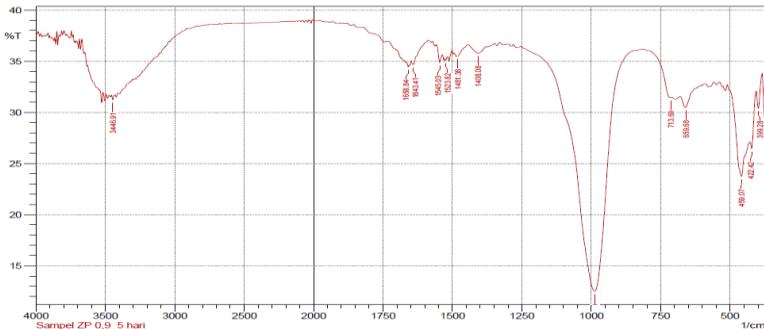
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	443.65	50.50	1.51	447.65	417.75	2.309	0.422
2	443.64	26.561	5.186	497.65	424.35	38.528	2.425
3	518.87	32.567	0.417	524.66	511.15	6.539	0.038
4	580.59	31.144	0.709	594.1	555.52	19.248	0.169
5	609.53	30.977	0.886	642.32	596.02	23.106	0.25
6	651.96	32.659	0.015	653.89	644.25	4.684	0.002
7	740.39	32.322	2.37	747.77	707.11	6.342	1.111
8	937.59	13.179	16.448	1078.24	840.99	146.615	30.934
9	1093.67	27.711	1.165	1253.77	1080.17	82.481	0.307
10	1545.03	35.974	0.313	1560.46	1541.18	8.5	0.039
11	1639.55	33.698	1.029	1653.05	1585.54	30.59	0.235
12	3394.83	29.836	0.071	3398.69	3387.11	6.069	0.004

### C3.5 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,7



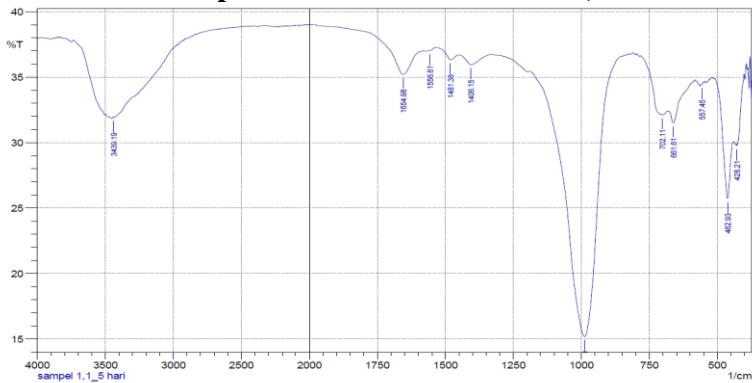
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	29.205	1.773	403.14	391.56	5.986	0.192
2	422.42	24.908	0.713	424.35	425.06	10.907	0.126
3	461.00	22.569	0.476	519.35	439.78	41.658	2.174
4	620.51	31.327	0.201	545.87	522.73	11.619	0.036
5	551.66	31.657	0.156	582.52	545.87	18.176	0.054
6	661.61	29.688	1.173	675.11	594.1	41.052	0.352
7	700.18	30.324	0.244	711.76	684.75	13.951	0.054
8	989.52	11.935	23.086	1267.27	817.85	261.503	56.342
9	1398.44	34.675	0.476	1444.73	1357.93	39.679	0.278
10	1483.31	34.945	0.224	1496.81	1475.59	9.652	0.033
11	1649.19	33.327	2.242	1707.06	1595.18	51.823	1.602
12	3450.77	29.469	0.21	3456.55	3443.05	7.146	0.023

### C3.6 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,9



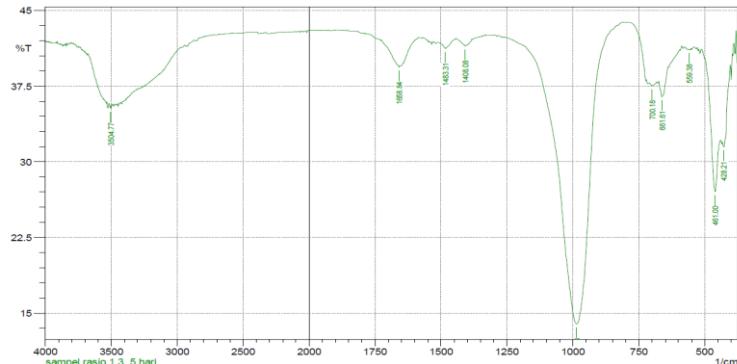
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	30.413	2.126	405.06	396.78	0.606	0.305
2	422.42	26.451	1.599	426.28	406.99	10.387	0.228
3	459.07	23.738	5.538	499.58	428.21	40.747	2.849
4	659.00	30.473	1.373	678.97	670.07	35.000	0.198
5	713.69	3.44	0.212	751.92	709.93	46.984	-1.049
6	987.59	12.516	23.68	1251.84	844.85	229.03	49.671
7	1408.08	35.783	0.735	1442.8	1379.15	28.158	0.318
8	1481.38	35.509	0.116	1485.24	1442.8	18.791	0.001
9	1625.32	33.939	0.244	1658.67	1591.03	4.359	0.03
10	1645.03	34.829	1.172	1658.54	1537.32	9.506	0.126
11	1643.41	34.664	0.567	1649.19	1587.47	27.428	0.062
12	1658.84	34.439	0.297	1664.62	1654.98	4.443	0.017
13	3446.91	31.239	0.454	3454.62	3429.55	12.575	0.064

### C3.7 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 1,1



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	428.21	29.747	0.534	430.14	403.14	13.307	0.177
2	462.93	25.721	5.606	509.22	445.57	33.255	2.029
3	557.45	34.399	0.092	561.3	551.66	4.46	0.004
4	661.61	31.498	1.359	678.97	596.02	39.871	0.443
5	702.11	32.117	0.119	707.9	684.75	11.388	0.025
6	985.66	15.189	20.985	1188.19	840.99	196.063	42.324
7	1405.15	33.1	0.773	1425.59	1334.33	51.458	0.485
8	1481.38	36.325	0.61	1529.6	1445.59	35.225	0.232
9	1556.61	37.025	0.041	1560.46	1539.59	9.136	0.008
10	1654.98	35.203	2.292	1820.86	1579.75	103.871	1.951
11	3439.19	31.914	0.05	3443.05	3429.55	6.69	0.004

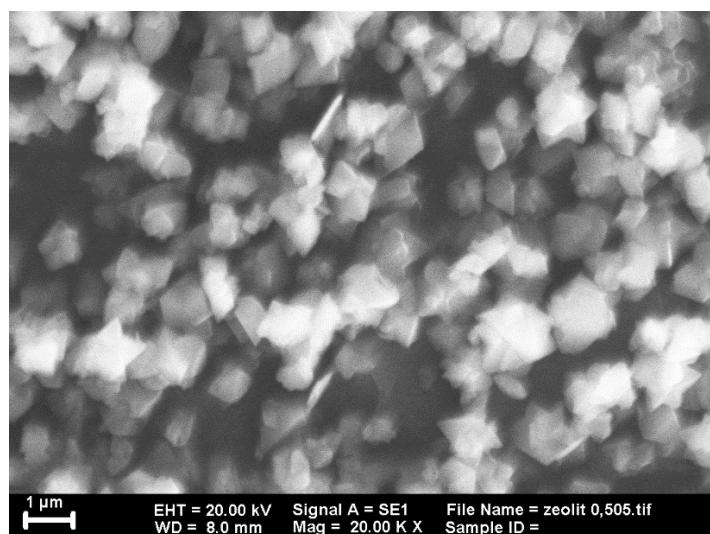
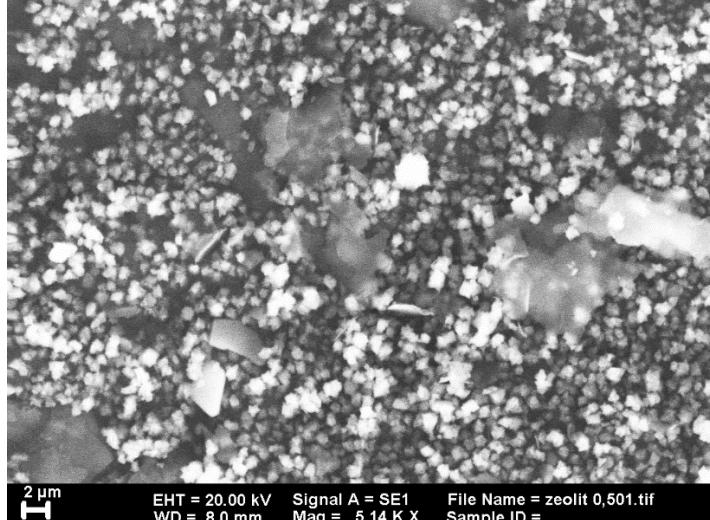
### C3.8 FTIR Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 1,3



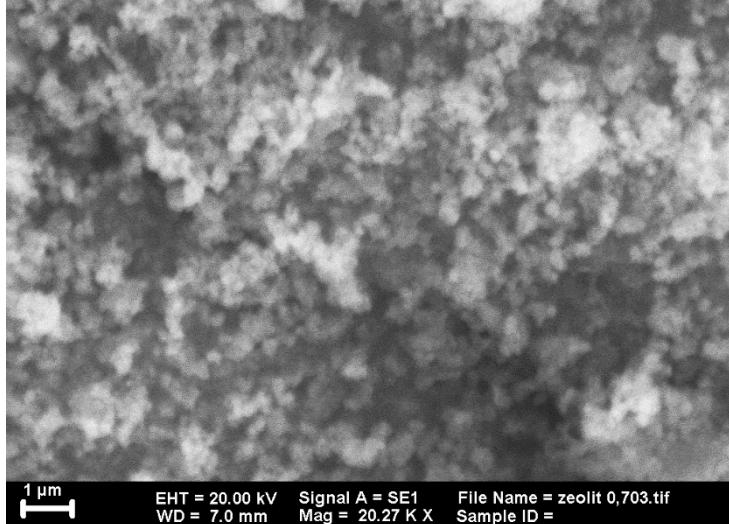
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	428.21	31.458	1.933	434.1	403.14	14.302	0.487
2	462.93	27.37	7.832	511.15	441.41	32.341	2.357
3	559.38	41.088	0.051	565.16	587.45	2.977	0.002
4	661.61	36.437	2.077	675.11	638.46	15.607	0.496
5	700.18	37.487	0.367	709.83	682.82	11.452	0.064
6	985.66	13.917	29.332	1255.7	810.13	218.123	55.201
7	1408.08	41.452	0.755	1442.8	1383.01	22.651	0.254
8	1483.31	41.21	0.574	1494.88	1442.8	19.8	0.15
9	1558.64	39.353	0.211	1662.69	1651.12	4.87	0.008
10	3504.77	35.282	0.293	3506.7	3498.99	3.476	0.015

#### C4. Mikrograf SEM

#### C4.1 Mikrograf SEM Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,5



## C4.2 Mikrograf SEM Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,7

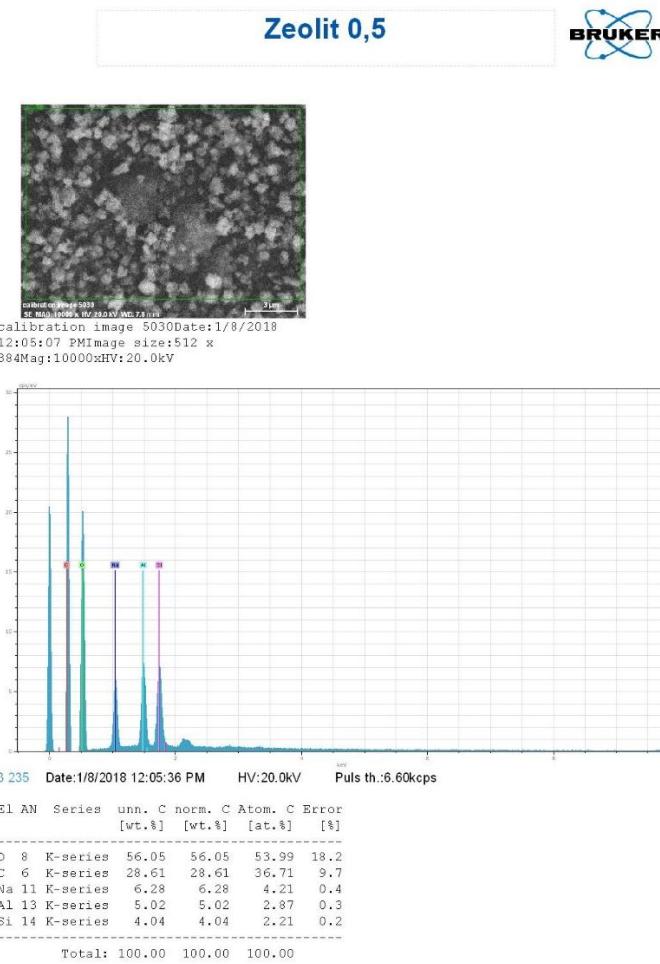


1 μm

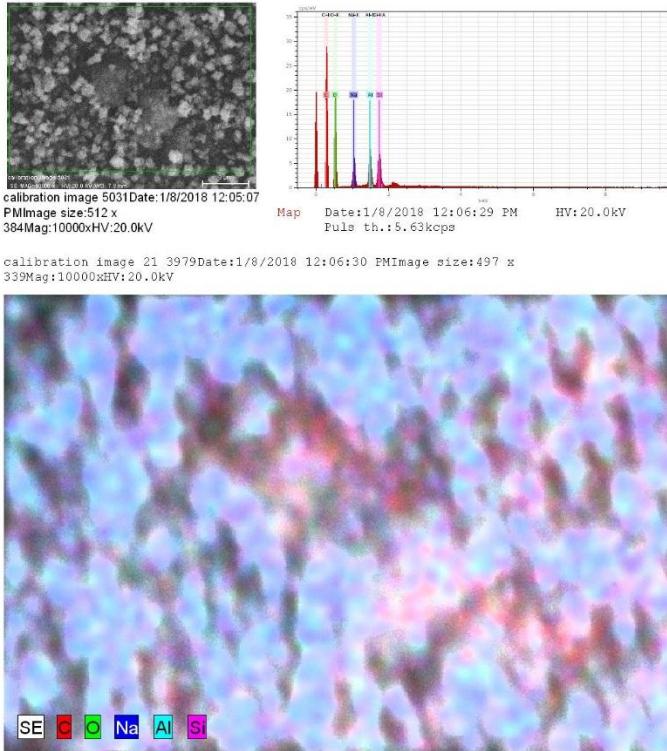
EHT = 20.00 kV   Signal A = SE1   File Name = zeolit 0,703.tif  
WD = 7.0 mm   Mag = 20.27 K X   Sample ID =

## C5. Data EDX

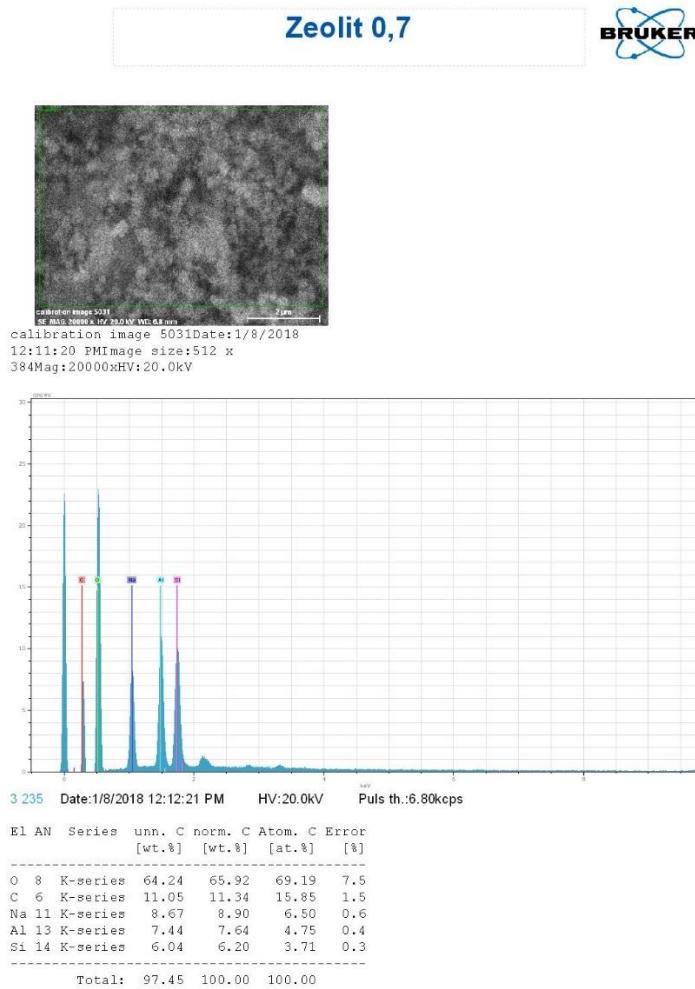
### C5.1 Data EDX Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,5



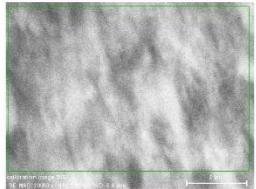
## Zeolit 0,5



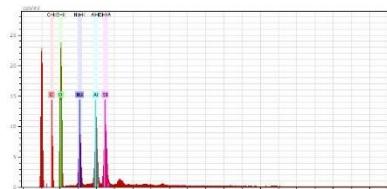
## C5.2 Data EDX Sampel Rasio Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> 0,7



## Zeolit 0,7

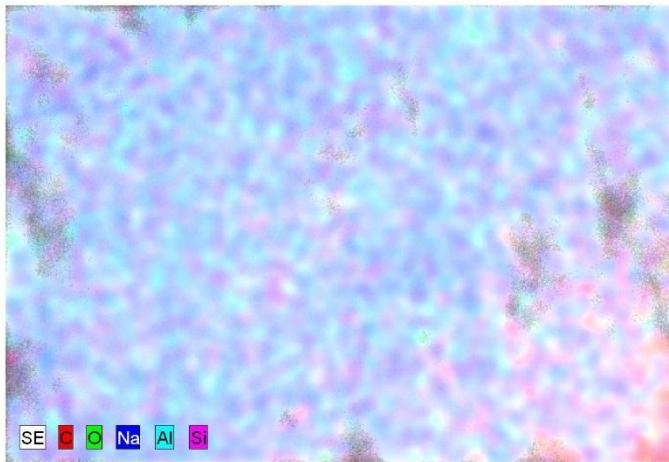


calibration image 5032 Date: 1/8/2018 12:14:31  
PMImage size: 512 x  
384 Mag: 20000x HV: 20.0kV



Map Date: 1/8/2018 12:13:53 PM Pulse th.: 6.55kcps HV: 20.0kV

calibration image 21 3980 Date: 1/8/2018 12:13:53 PM Image size: 497 x  
339 Mag: 20000x HV: 20.0kV



## **BIODATA PENULIS**



Penulis bernama lengkap Prima Kirana Dewi dan biasa dipanggil Prima. Penulis dilahirkan di Blitar, 12 Mei 1994, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di TK Bina Cendika (1998-2000), SDN Percobaan I Malang (2000-2006), SMPN I Malang (2006-2009) dan SMAN 2 Malang (2009-2012). Pada tahun 2012 penulis diterima di Departemen Kimia FIA ITS Surabaya melalui jalur mandiri (PKM) serta terdaftar dengan NRP 01211240000106. Selama perkuliahan penulis aktif di berbagai kegiatan mahasiswaan diantaranya staf UKM IFLS, panitia acara GEMPA FIA ITS. Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di laboratorium air PT. SIER selama kurang lebih 1 bulan. Pada akhir masa studi perkuliahan penulis melakukan penelitian tentang “Pengaruh rasio mol Na<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> pada pembentukan zeolit dari kaolin bangka belitung” dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun. Penulis dapat dihubungi melalui *email* primakirana@gmail.com