



SKRIPSI

**WAKTU AGING DALAM SINTESIS ZSM-5  
PADA  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  60 SUHU 175 °C DENGAN  
BENIH ZSM-5**

DEDI FEBRIAWAN  
NRP. 1411 100 024

Dosen Pembimbing  
Drs. Djoko Hartanto, M.Si.

JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2015



SCRIPT

**AGING TIME IN SYNTHESIS OF ZSM-5  
SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 60 AT TEMPERATURE 175 ° C  
WITH SEED ZSM-5**

DEDI FEBRIAWAN  
NRP. 1411 100 024

Advisor Lecturer  
Drs. Djoko Hartanto, M.Si.

CHEMISTRY DEPARTMENT  
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES  
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY  
SURABAYA  
2015

**WAKTU AGING DALAM SINTESIS ZSM-5 PADA  
SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 60 SUHU 175 °C DENGAN BENIH ZSM-5**

**SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan  
tugas akhir program S-1

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**DEDI FEBRIAWAN**

**NRP. 1411 100 024**

**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
SURABAYA**

**2015**

**LEMBAR PENGESAHAN**

**WAKTU AGING DALAM SINTESIS ZSM-5 PADA  
SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 60 SUHU 175 °C DENGAN BENIH ZSM-5**

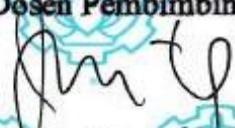
**SKRIPSI**

Disusun Oleh :

**DEDI FEBRIAWAN**  
**NRP 1411 100 024**

Surabaya, 6 Juli 2015

Menyetujui,  
Dosen Pembimbing

  
**Drs. Dioko Hartanto, M.Si.**  
**NIP 19621028 198803 1 001**

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia,

  
**Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D.**  
**NIP 19691017 199412 1 001**

## WAKTU AGING DALAM SINTESIS ZSM-5 PADA $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 60 SUHU 175 °C DENGAN BENIH ZSM-5

**Nama** : Dedi Febriawan  
**NRP** : 1411100024  
**Jurusan** : Kimia FMIPA-ITS  
**Dosen Pembimbing** : Drs. Djoko Hartanto, M.Si.

### **Abstrak**

Zeolit ZSM-5 dapat disintesis menggunakan metoda hirotermal pada komposisi  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  60 dan suhu 175 °C serta penambahan benih ZSM-5 0,085 g. Untuk variasi waktu aging yang digunakan adalah 0, 12, 24 dan 36 jam. Hasil karakterisasi dengan teknik difraksi sinar-X (XRD) menunjukkan bahwa sampel ZSM-5 kristalinitas tertinggi pada waktu *aging* 24 jam sebesar 69,60%.

***Kata Kunci*** : Sintesis ZSM-5, Benih ZSM-5,  $\text{Si}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  60, waktu *aging*

## AGING TIME IN SYNTHESIS OF ZSM-5 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 60 AT TEMPERATURE 175 °C WITH SEED ZSM-5

**Name** : Dedi Febriawan  
**NRP** : 1411100024  
**Departement** : Kimia FMIPA-ITS  
**Supervisor** : Drs. Djoko Hartanto, M.Si.

### Abstract

Zeolite ZSM-5 can be synthesized using methods hirotermal on the composition of  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  60 and a temperature of 175 °C and the addition of ZSM-5 seeds 0,085 g. For the time variation of aging used was 0, 12, 24 and 36 hours. The characterization results with the technique of X-ray diffraction (XRD) showed that the sample of ZSM-5 crystallinity of the highest in the 24-hour aging time of 69,60%.

**Key word:** Synthesis of ZSM-5, ZSM-5 seeds,  $\text{Si}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  60, aging time

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena atas rahmat dan karunia-Nya sehingga tugas akhir yang berjudul ***“Waktu Aging dalam Ssintesis ZSM-5 Pada SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 60 Suhu 175 °C dengan Benih ZSM-5.”***

Tulisan ini tidak dapat terwujud tanpa bantuan, dukungan, dan dorongan dari semua pihak, untuk ini penulis sangat berterima kasih kepada :

1. Bapak Drs. Djoko Hartanto, MSi. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan selama proses penyelesaian naskah ini.
2. Bapak Hamzah Fansuri, M.Si, Ph.D selaku ketua jurusan atas fasilitas yang telah diberikan sehingga rancangan tugas akhir ini dapat terselesaikan.
3. Dr. rer.nat. Fredy Kurniawan, Ph.D. selaku dosen wali atas semua pengarahannya.
4. Ayah dan Ibu yang memberi motivasi dan doa yang tiada henti.
5. Keluarga dan semua pihak yang selalu memberikan semangat, doa serta dukungannya selama penyusunan tugas akhir ini.
6. Teman-teman mahasiswa Kimia FMIPA angkatan 2011 serta teman-teman seperjuangan di Laboratorium KME yang telah memberikan semangat untuk mengerjakan tugas akhir ini.

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

Surabaya, 6 Juli 2015

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	iv
<b>ABSTRAK</b> .....	v
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiii
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Batasan Penelitian.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	4
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	5
2.1 Zeolit.....	5
2.1.1 Struktur Bangun Zeolit.....	6
2.2 Zeolit ZSM-5.....	7
2.2.1 Sintesis ZSM-5.....	9
2.2.2 Sintesis ZSM-5 Tanpa Templat Organik.....	10
2.3 Kaolin.....	11
2.4 Pengaruh Penambahan Benih.....	13
2.5 Pengaruh Waktu Aging.....	13
2.6 Metode Hidrotermal.....	14
2.7 Karakterisasi ZSM-5.....	15
2.7.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	15
2.7.2 Spektrometer <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	16
2.7.3 <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM-EDX).....	18
<b>BAB III. METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	21
3.1 Alat dan Bahan.....	21
3.1.1 Alat.....	21

3.1.2 Bahan.....	21
3.2 Prosedur Kerja.....	21
3.2.1 Sintesis ZSM-5.....	21
3.2.2 Karakterisasi ZSM-5.....	22
3.2.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	22
3.2.2.2 Spektrofotometer <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	23
3.2.2.3 Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX).....	23
<b>BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>25</b>
4.1 Sintesis ZSM-5.....	25
4.2 Karakterisasi ZSM-5.....	27
4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD).....	27
4.2.2 Spektrofotometer <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	31
4.2.3 Scanning Electron Microscopy – Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX).....	35
<b>BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	<b>39</b>
5.1 Kesimpulan.....	39
5.2 Saran.....	39
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>41</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Secondary Building Unit (SBU ) dalam kerangka zeolite .....	6
<b>Gambar 2.2</b>	Struktur dari 4 jenis zeolit: faujasite atau zeolit X, Y; zeolit ZSM-12; zeolit ZSM-5 atau silicalite-1; Zeolit theta-1 atau ZSM-22 beserta sistem dan dimensi mikropori.....	7
<b>Gambar 2.3</b>	Skema Penyusunan Kerangka Zeolit ZSM-5..	9
<b>Gambar 2.4</b>	Struktur Kaolinit .....	12
<b>Gambar 2.5</b>	Pola XRD dari sampel ZSM-5 .....	16
<b>Gambar 2.6</b>	Morfologi ZSM-5 .....	19
<b>Gambar 4.1</b>	Pola difraktogram dari (a) Kaolin Bangka, (b) ZSM-5 komersil, sampel ZSM-5 dengan <i>aging</i> (c) 0 jam, (d) 12 jam, (e) 24 jam dan (f) 36 jam .....	28
<b>Gambar 4.2</b>	Spektra IR dari (a) Kaolin Bangka, (b) benih ZSM-5 sampel ZSM-5 dengan <i>aging</i> (c) 0 jam, (d) 12 jam, (e) 24 jam dan (f) 36 jam.....	32
<b>Gambar 4.3</b>	Morfologi ZSM-5 dengan <i>aging</i> 0 jam pada pembesaran (a) 10.000 kali dan (b) 25.000 kali .....	35
<b>Gambar 4.4</b>	Morfologi ZSM-5 dengan <i>aging</i> 12 jam pada pembesaran (a) 10.000 kali dan (b) 50.000 kali .....	35
<b>Gambar 4.5</b>	Morfologi ZSM-5 dengan <i>aging</i> 24 jam pada pembesaran (a) 10.000 kali dan (b) 25.000 kali.....	36
<b>Gambar 4.6</b>	Hasil EDX sampel ZSM-5 dengan waktu <i>aging</i> 24 jam .....	37

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b>	Data zeolit tipe MFI.....	8
<b>Tabel 4.1</b>	Intensitas dan kristalinitas sampel ZSM-5 dengan variasi waktu <i>aging</i> .....	30
<b>Tabel 4.2</b>	Bilangan gelombang spektroskopi inframerah dari sampel ZSM- dengan variasi waktu <i>aging</i> . .....	34
<b>Tabel 4.3</b>	Hasil EDX sampel ZSM-5 dengan variasi waktu <i>aging</i> .....	37

## DAFTAR LAMPIRAN

<b>Lampiran 1</b>	Skema kerja.....	49
<b>Lampiran 2</b>	Perhitungan komposisi molar.....	51
<b>Lampiran 3</b>	Perhitungan kristalinitas.....	53
<b>Lampiran 3</b>	Data karakterisasi.....	54

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan senyawa alam yang banyak terdapat di Indonesia yang merupakan mineral aluminosilikat terhidrasi dari logam alkali dan alkali tanah. Zeolit tersusun atas kerangka tiga dimensi tetrahedral alumina  $[AlO_4]^{5-}$  dan silika  $[SiO_4]^{4-}$  terhubung oleh ion oksigen membentuk struktur berpori (Bhatia, 1990). Kemampuan zeolit sebagai katalis berkaitan dengan ketersediaan pusat-pusat aktif dalam saluran antar zeolit berupa gugus fungsi tipe asam Brönsted maupun Lewis. Beberapa macam zeolit telah disintesis dengan menggunakan kaolin sebagai sumber silika dan alumina. Sebagai contoh modernite telah berhasil disintesis dari kaolin dengan metode hidrotermal selama 12, 24, dan 36 jam dengan suhu  $170^{\circ}C$  (Mignoni dkk., 2007). Zeolit jenis analsim juga berhasil disintesis dari kaolin yang dikalsinasi pada suhu  $900^{\circ}C$  selama 3 jam menjadi metakaolin oleh Atta dkk. (2012).

Kaolin merupakan salah satu mineral penting hasil tambang yang banyak ditemukan di alam. Berdasarkan Pusat Data dan Informasi Energi dan Sumber Daya Mineral (KESDM) cadangan kaolin di Indonesia pada tahun 2010 mencapai 1.036.857.260 ton. Menurut Badan Statistik Daerah Kabupaten Bangka pada tahun 2010 produksi bahan galian berupa kaolin sebesar 15.470 ton. Kandungan utama kaolin adalah mineral kaolinit yang tersusun dari aluminosilikat terhidrat (Prasad dkk., 1991). Kaolin banyak digunakan untuk sintesis zeolit karena memiliki kandungan utama berupa Si dan Al (Mignoni dkk., 2008). Ketika dikalsinasi pada suhu  $600^{\circ}C$ , kaolin akan kehilangan air kristal dan berubah menjadi metakaolin yang dapat digunakan dalam sintesis zeolit (Vasely dkk., 2012).

Sebagai salah satu zeolit yang paling penting, ZSM-5 telah banyak diterapkan di banyak reaksi katalisis penting seperti cracking hidrokarbon, produksi olefin ringan dan reaksi alkilasi karena memiliki struktur pori yang khusus (Adewuyi dkk., 1995

dan Kim dkk., 2006). Sejumlah besar penelitian tentang sintesis ZSM-5 melalui metode templat organik telah dilakukan dikarenakan sifat dan potensinya tersebut. Sejak pertama kali ditemukan dan dilaporkan oleh Mobil pada tahun 1972 (Ali dkk., 2003; Tosheva dkk., 2005 dan Kordatos dkk., 2008). Templat organik digunakan dalam sintesis zeolit karena mampu memfasilitasi proses kristalisasi zeolit dan membantu pertumbuhan kristal. Namun, templat organik yang digunakan dalam sintesis ZSM-5 bersifat racun sehingga berpotensi membahayakan lingkungan, dekomposisi termal material organik pada saat kalsinasi juga berpotensi menyebabkan pencemaran udara. Selain itu penggunaan templat organik mengakibatkan biaya produksi yang mahal karena membutuhkan energi tinggi. Hal-hal tersebut menyebabkan terjadinya kesulitan dalam memenuhi permintaan produksi ZSM-5 dalam jumlah besar di industri. Selain itu, terdapat kemungkinan templat organik masih terkandung dalam sistem saluran karena dekomposisi tidak menyeluruh (Feng dkk., 2013).

Permasalahan-permasalahan tersebut dapat diatasi dengan mengembangkan metode sintesis ZSM-5 tanpa menggunakan templat organik (Pan dkk., 2010; Ren dkk., 2010 dan Kim dkk., 2004). Feng dkk. (2013) berhasil mensintesis ZSM-5 tanpa templat organik dari batuan kaolinit yang telah didealumunasi dan dilanjutkan dengan proses kristalisasi dengan metode hidrotermal pada suhu 170 – 190 °C. Sementara itu, Cundy dan Cox (2005) melakukan penelitian tentang sintesis zeolit tanpa templat organik yang menggunakan benih (*seed*) untuk membantu pembentukan kristal dan mengurangi resiko ketidakmurnian kristal zeolit hasil sintesis. Seperti yang dilakukan oleh Ren dkk. (2012) yang menggunakan benih silikalit dalam sintesis ZSM-5 karena silikalit dan ZSM-5 ini memiliki struktur dasar kristal yang sama yaitu *Mordenite Framework Inverted* (MFI). Wang dkk. (2010) juga telah berhasil mensintesis zeolit jenis ZSM-5 dari kaolin dengan waktu reaksi 24 jam dengan penambahan benih ZSM-5.

Zhdanov dan Samulevich (1980) melaporkan bahwa nukleasi dan pertumbuhan kristal dari zeolit terjadi selama proses *aging* terjadi. Hal tersebut menunjukkan bahwa waktu *aging* sangat berpengaruh terhadap proses pembentukan kristal zeolit. Waktu *aging* diperkirakan juga akan mempengaruhi kristalinitas zeolit yang terbentuk.

Dari uraian diatas, penelitian ini melakukan sintesis ZSM-5 secara langsung dari bahan dasar kaolin Bangka tanpa templat dengan penambahan benih ZSM-5 1%. Metode tanpa templat organik ini digunakan untuk menghindari bahaya racun dari dekomposisi termal material organik. Sintesis dilakukan dengan variasi waktu pemeraman (*aging*) untuk mengetahui pengaruh waktu *aging* terhadap kristalinitas pada sintesis ZSM-5. Variasi waktu *aging* yang digunakan adalah 0, 12, 24 dan 36 jam. Padatan hasil sintesis dianalisis dengan teknik difraksi sinar-X (XRD), *Scanning Electron* Micorscopy (SEM) dan infra merah (FTIR).

## 1.2 Perumusan Masalah

Sintesis ZSM-5 menggunakan bahan dasar kaolin telah dilakukan dengan menggunakan templat organik. Namun penggunaan templat organik tersebut memiliki kekurangan yaitu tidak ramah lingkungan dan biaya produksi yang tinggi. Berdasar uraian tersebut, perlu dilakukan penelitian sintesis zeolit ZSM-5 tanpa templat organik. Selain itu, proses pembentukan kristal zeolit sangat dipengaruhi oleh waktu *aging* karena proses nukleasi dan pembentukan kristal terjadi pada tahap *aging* tersebut. Oleh karena itu perlu dikaji pula pengaruh perbedaan waktu *aging* terhadap kristalinitas zeolit ZSM-5.

## 1.3 Batasan Penelitian

Batasan penelitian ini yaitu:

1. Sintesis ZSM-5 menggunakan kaolin Bangka, NaOH, silika sol (LUDOX), benih ZSM-5 dan aquademineralisasi.

2. Sintesis ZSM-5 menggunakan perbandingan  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 60.
3. Sintesis ZSM-5 tanpa templat dengan metode hidrotermal dan menggunakan benih ZSM-5.
4. Waktu *aging* dalam sintesis ZSM-5 tanpa templat organik adalah 0, 12, 24 dan 36 jam.

#### 1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh variasi waktu *aging* pada kristalinitas ZSM-5 yang disintesis secara langsung dari kaolin Bangka tanpa menggunakan templat organik.

#### 1.5 Manfaat Penelitian

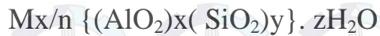
Penelitian mempunyai beberapa manfaat antara lain:

1. Memberi informasi baru dalam bidang kimia, khususnya mengenai metode dan bahan dasar sintesis ZSM-5.
2. Mengetahui pengaruh waktu *aging* dalam transformasi kaolin menjadi ZSM-5.
3. Sebagai bahan kajian untuk peneliti lain untuk mengembangkan metode sintesis ZSM-5 tanpa template organik.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Zeolit

Zeolit merupakan istilah yang berasal dari kata “Zein” (bahasa Yunani) yang berarti membuih dan “lithos” yang berarti batu. Istilah ini berhubungan dengan sifat zeolit yang membuih pada waktu pemanasan 100 °C. Zeolit memiliki rumus empiris :



Dengan:

$M_{x/n}$  : Kation non kerangka yang dapat dipertukarkan dengan valensi n

{ } : Kerangka aluminosilikat

$zH_2O$  : Air zeolitik non kerangka

$y > x$

( Hamdan, 1992 : 3)

Zeolit merupakan bahan anorganik berupa kristal dengan struktur kerangka tiga dimensi yang tersusun dari unit–unit tetrahedral silika dan alumina. Zeolit terdiri dari 3 komponen yaitu : kation yang dapat dipertukarkan; kerangka aluminosilikat; dan fase air. Ikatan ion Al-O-Si-O membentuk struktur Kristal aluminosilikat, sedangkan logam alkali merupakan sumber kation yang mudah dipertukarkan, dan fase air merupakan air hidrat yang mengisi rongga Kristal ( Schweitzer, 1979).

Unit tetrahedral silika dan alumina terbentuk dari 4 atom oksigen yang mengelilingi satu atom Si atau Al. Tiap atom oksigen bermuatan negatif 2 dan tiap atom silikon bermuatan positif 4. Adanya atom Al yang bervalensi 3 menyebabkan tetrahedron alumina menjadi bermuatan negatif, sehingga

memerlukan kation untuk memenuhi sistem kenetralan. Oleh karena itu dalam struktur kerangkanya, zeolit memiliki  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ , atau  $\text{Ca}^{2+}$  ( Davis, 1991: 1675- 1683). Kation–kation ini bersifat dapat dipertukarkan (Schweitzer, 1979). Dalam struktur kristalnya Si yang bervalensi 4 dapat digantikan dengan Al yang bervalensi 3 sampai 50 %, sehingga dengan mengatur bahan dasar maka rasio Si/Al dapat dibuat bervariasi ( Schweitzer, 1979).

Saat ini zeolit tersedia dalam jumlah yang sangat besar dan digunakan untuk berbagai aplikasi. Sebagian besar zeolit dimanfaatkan sebagai penukar kation dalam detergen. Ion kalsium dan magnesium dari kandungan air dihilangkan dengan penukaran kation terhadap ion natrium yang tersedia dalam zeolit. Zeolit dapat juga digunakan sebagai adsorben yang baik karena memiliki ukuran pori yang spesifik (Flanigen, 2001). Zeolit memiliki peranan penting dalam dunia industri seperti *cracking* dan petrokimia yang digunakan sebagai katalis (Cejka dkk., 2010).

### 2.1.1 Struktur Bangun Zeolit

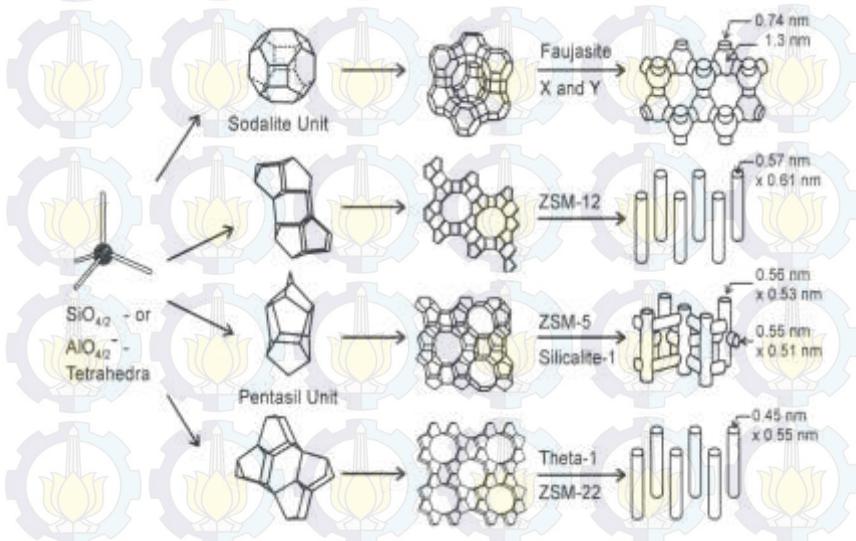
Bentuk dari kerangka zeolit digambarkan sebagai “*Secondary Building Unit*” (SBU), sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 2.1 . Dalam SBU ini keberadaan Si atau Al pada masing-masing sudut ditunjukkan dalam bentuk lingkaran, sedangkan atom oksigen yang berada dekat titik tengah garis tidak diperlihatkan (Hamdan, 1992: 5).



Gambar 2.1. Secondary Building Unit (SBU ) dalam kerangka zeolit. Cincin 3, 4, 5, 6 dan pentasil 5-1 (Baerlocher dkk., 2001)

Unit sodalit ( $\beta$  cage) terdiri dari cincin 6 atau cincin 4 yang bergabung bersama membentuk kuboktahedron (oktahedra terpancung) dan diilustrasikan dalam Gambar 2.2.

Masing-masing sodalit cage terdiri dari 24 rantai tetrahedra. Apabila sodalit cage dihubungkan melalui cincin ganda empat maka akan terbentuk zeolite A, tetapi apabila dihubungkan melalui cincin ganda enam maka terbentuk zeolit X dan zeolit Y. Ini menghasilkan bentuk cage yang lebih luas terdiri dari 26 unit tetrahedral (Hamdan, 1992:5-6).



Gambar 2.2 Struktur dari 4 jenis zeolit: faujasite atau zeolit X, Y; zeolit ZSM-12; zeolit ZSM-5 atau silicalite-1; Zeolit theta-1 atau ZSM-22 beserta sistem dan dimensi mikropori (Weitkamp, 1999).

## 2.2 Zeolit ZSM-5

ZSM-5 merupakan zeolit yang memiliki rasio Si/Al tinggi (Si/Al 5-100) dengan bentuk *framework* MFI dan rumus umum

$\text{Na}_n(\text{AlO}_2)_n(\text{SiO}_2)_{96-n} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$ . Data mengenai zeolit ZSM-5 yang disadur dari *International Zeolite Assosiation* ditampilkan pada Tabel 2.1.

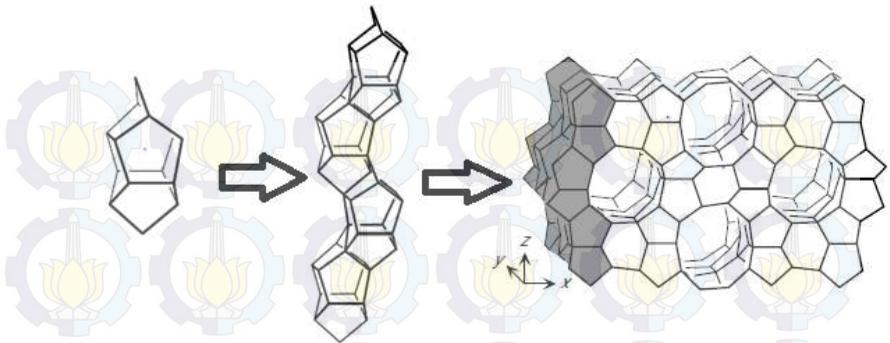
Zeolit ZSM-5 memiliki pori berukuran sedang ( 5.1-5.5 Å), dan *channel* 3 dimensi. Selain itu zeolit ini memiliki selektivitas yang unik, sifat asam, serta kestabilan termal yang tinggi. Sifat-sifat ini membuat ZSM-5 sering digunakan sebagai katalis di bidang petroleum dan petrokimia. Pemanfaatan zeolit ZSM-5 di bidang katalitik seperti pada reaksi *dewaxing*, konversi metanol menjadi *gasoline*, metanol menjadi olefin, *hidrocracking*, alkilasi benzena, reduksi Nox dan oksidasi parsial metana (Cejka dkk.,2005).

Tabel 2.1 Data zeolit tipe MFI

<i>Cell Parameters</i>	$a= 20.090 \text{ \AA} \quad b=19.738 \text{ \AA} \quad c= 13.142 \text{ \AA}$
	$\alpha = 90.000^\circ \quad \beta = 90.000^\circ \quad \gamma = 90.000^\circ$
<i>Volume</i>	$5211.29 \text{ \AA}^3$
<i>RDLS</i>	0.0020
<i>Framework density</i>	$18.4 \text{ T}/1000 \text{ \AA}^3$
<i>Ring size (# T-atoms)</i>	10 6 5 4
<i>Channel System</i>	3-dimensional
<i>Secondary BuildingUnit</i>	5-1

(IZA, 2007)

Zeolit ZSM-5 memiliki unit pembangun sekunder 5-1 atau disebut juga unit pentasil. Unit pentasil tersebut kemudian saling berhubungan membentuk rantai pentasil. Pada tahap selanjutnya rantai pentasil ini akan membentuk kerangka zeolit ZSM-5. Penyusunan kerangka zeolit ZSM-5 diperlihatkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Skema Penyusunan Kerangka Zeolit ZSM-5: struktur pentasil  $\rightarrow$  *Back bone*  $\rightarrow$  struktur ZSM-5 3 dimensi (McCusker dan Baerlocher, 2005)

### 2.2.1 Sintesis ZSM-5

Secara umum ZSM-5 disintesis dengan metode hidrotermal menggunakan prekursor silika, alumina, kation alkali, air dan templat organik. Perbedaan sumber silika akan menghasilkan ZSM-5 yang berbeda. ZSM-5 pertama kali disintesis oleh *Mobil Oil Corporation* pada tahun 1972 dan sampai sekarang telah banyak penelitian dilakukan untuk pengembangannya. Hal ini karena kandungan silika yang tinggi pada ZSM-5 memiliki selektifitas tinggi dan aktifitas katalitik yang unik (Mohammed dkk., 2005). Kebanyakan sumber silika yang digunakan adalah silika komersial dalam bentuk silika gel, koloid, sol, padatan maupun turunan senyawa organik seperti tetraortosilikat (Cundy dkk., 1995; Vempati dkk., 2006 dan Fouad dkk., 2006).

ZSM-5 berhasil disintesis dengan menggunakan templat TPAOH (tetrapropilamonium hidroksida), natrium aluminat sebagai sumber aluminium dan *fumed silica* sebagai sumber silika. Proses kristalisasi dilakukan pada suhu 230 °C dengan

beberapa variasi waktu kristalisasi. Hasil ZSM-5 paling optimal pada waktu kristalisasi 45 jam dengan kristalinitas 97,4% dan menghasilkan kristal berbentuk ortorombik berukuran 55,6 nm (Mohamed dkk., 2005). Sementara itu, Ramli dkk. (2003) juga telah berhasil mensintesis ZSM-5 dari abu sekam padi (*rice husk ash*) sebagai sumber silika dengan templat organik TPABr (tetrapropilamonium bromida) komposisi molar yang digunakan ialah  $6 \text{ Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : 30 \text{ SiO}_2 : 1800 \text{ H}_2\text{O} : 6 \text{ TPABr}$  kemudian hidrotermal pada suhu kristalisasi  $150^\circ\text{C}$  selama 7 hari.

### 2.2.2 Sintesis ZSM-5 Tanpa Templat Organik

Templat organik seperti kation tetrapropilamonium ( $\text{TPA}^+$ ), baik TPAOH maupun TPABr sering digunakan dalam sintesis ZSM-5 untuk memfasilitasi kristalisasi (Reding dkk., 2003; Karimi dkk., 2012; Petushkov, 2011). Namun penggunaan kation  $\text{TPA}^+$  banyak menimbulkan permasalahan diantaranya menimbulkan gas beracun dari proses dekomposisinya, harga yang mahal sehingga meningkatkan biaya produksi, menghasilkan limbah cair yang terkontaminasi senyawa organik dan sulit terdegradasi. Selain itu, proses pelepasan templat organik dalam struktur ZSM-5 melalui kalsinasi dapat mengakibatkan peretakan dan penurunan struktur kisi ZSM-5 (Feng dkk., 2013 dan Dey dkk., 2013). Mengacu dari pemaparan tersebut, pada tahun 1981 Grose dan Flanigen untuk pertama kali melaporkan sintesis ZSM-5 tanpa templat organik dengan dan tanpa penambahan benih pada suhu kristalisasi  $200^\circ\text{C}$  selama 68-72 jam.

Cheng dkk. (2008) telah mensintesis ZSM-5 berukuran nano pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 24 jam. Sintesis dilakukan dengan pengadukan berkecepatan tinggi dan pemeraman selama 24 jam menggunakan sumber silika sol dan sodium aluminat. Campuran sintesis dibuat dengan komposisi molar  $12 \text{ Na}_2\text{O} : 100 \text{ SiO}_2 : 2 \text{ Al}_2\text{O}_3 : 2500 \text{ H}_2\text{O}$ . Hasil penelitian Cheng dkk. menunjukkan bahwa pada  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 50 dengan kandungan  $\text{Na}_2\text{O}$  rendah diperoleh hasil ZSM-5 yang tidak murni dan saat

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  sebesar 30 diperoleh hasil ZSM-5 yang terkontaminasi oleh mordenit. Dari penelitian Kim dkk. (2004) dan Cheng dkk. (2008) peranan  $\text{Na}_2\text{O}$  dan  $\text{Si}/\text{Al}$  sangat penting dalam pembentukan kristal ZSM-5, peningkatan pembentukan inti dan sebagai pengarah struktur. Sementara Feng dkk. (2013) berhasil mensintesis ZSM-5 dengan kristalinitas yang tinggi dari batuan metakaolin sebagai sumber silika serta digunakan  $\text{NaOH}$  sebagai templat anorganik. Komposisi molar yang digunakan adalah  $1\text{SiO}_2 : 0.21\text{NaOH} : 35.5\text{H}_2\text{O}$  dengan suhu kristalisasi  $190^\circ\text{C}$  selama 27 jam.

Dalam sistem templat bebas organik, ion natrium hidrat bertindak sebagai templat anorganik. Hal ini dapat mendukung pembentukan unit bangunan sekunder 5-1 yang dibentuk oleh unit tetrahedral  $(\text{AlO}_4)^{-5}$  dan  $(\text{SiO}_4)^{-4}$  yang terikat melalui penggunaan atom oksigen bersama, yang diperlukan untuk nukleasi dan kristalisasi dari ZSM-5. Sebagai agen mineralisasi yang kuat, ion  $\text{OH}$  dapat melarutkan bahan padat menjadi gel, dan menginduksi gel bertransformasi ke fase cair. Dengan demikian, sintesis ZSM-5 tanpa templat organik sangat sensitif terhadap konsentrasi ion  $\text{Na}^+$  dan ion  $\text{OH}$  dalam reaksi campuran (Feng dkk., 2013).

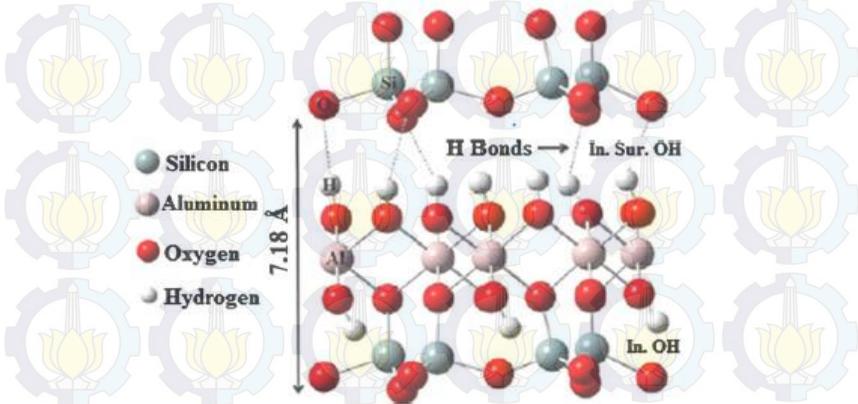
### 2.3 Kaolin

Kaolin merupakan salah satu mineral penting hasil tambang yang banyak ditemukan di alam. Kaolin merupakan salah satu penyusun utama pada tanah liat yang berasal dari pelapukan mineral feldspar atau pelapukan batuan granit. Kaolin terbentuk dari perubahan hidrotermal feldspar dan muskovit serta tersusun atas struktur mineral kaolinit, dickite, nacrite, dan haloisit. Keempat struktur ini membentuk dua lapisan yaitu lapisan oktahedral dan tetrahedral (Murray, 2007). Kaolin mempunyai komposisi terbesar berupa kaolinit ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Partikel kaolin biasanya berupa lembaran

heksagonal dengan diameter sekitar 0,05-10  $\mu\text{m}$  (rata-rata 0,5  $\mu\text{m}$ ) (Murray, 2000).

Kaolin termasuk kedalam batu-batuan tanah liat kuarsa dan oksida-oksida besi oleh karena itu warnanya ada yang putih, kekuning-kuningan sampai kemerah-merahan. Biasanya kaolin yang di dapatkan dari alam dicuci supaya terpisah dari pasir dan oksida-oksida lain. Komposisi kimia kaolin secara teoritis adalah  $\text{SiO}_2$  46,54%;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  39,50% dan  $\text{H}_2\text{O}$  13,96% (Prasad dkk., 1991 dan Murray, 2000).

Struktur kristal kaolin terdiri dari pasangan lapisan lembaran silika tetrahedral dan lembaran alumina oktahedral. Masing-masing pasangan dari lembaran tersebut bergabung melalui atom oksigen secara selangseling menjadi satu kesatuan melalui ikatan hidrogen antara oksigen dari silika dan oksigen hidroksil dari alumina dengan ketebalan tiap lapisan sekitar 0,72 nm (Gambar 2.4). Ikatan hidrogen tersebut cukup kuat sehingga kaolin tidak mengembang ketika terhidrat dan kaolin hanya mempunyai luas permukaan luar. Kaolin merupakan salah satu mineral lempung dengan nilai kapasitas tukar kation (KTK) yang relatif rendah (3-15 meq/100g) serta luas permukaan spesifik yang relatif kecil, yaitu tidak lebih dari 20  $\text{m}^2/\text{g}$  (Konta, 1995).



Gambar 2.4 Struktur Kaolinit (Rashad, 2012)

## 2.4 Pengaruh Penambahan Benih

Benih berperan dominan dalam membentuk kualitas kristal. Ketebalan benih ada umumnya antara 1-2 mm. Sampai saat ini, digunakan benih yang alami untuk persiapan dislokasi kristal rendah. Benih juga harus memiliki ukuran yang cukup untuk digunakan sebagai pertumbuhan kristal (Byrappa, 2001). Christie dkk. (1983) telah melaporkan bahwa benih yang sedikit dapat dengan cepat membuat benih lagi secara bersama-sama, tetapi hal ini tidak selalu berhasil. Kebanyakan benih yang digunakan saat ini dibuat dari kristal kuarsa sintetis. Hal ini merupakan proses yang lebih sederhana karena benih dapat dipotong paralel dari benih asli. Kebanyakan kristal tumbuh dari benih sintetis yang mengandung sejumlah besar dislokasi dari beberapa ratus per sentimeter persegi (Byrappa, 2001).

Dalam sintesis zeolit, penambahan benih sebesar 1-2% dapat mempengaruhi laju nukleasi, jumlah kristal dan laju kristalisasi sehingga waktu kristalisasi lebih singkat meskipun hal ini dilakukan pada sintesis tanpa *template* organik. Penambahan benih bertujuan untuk mempercepat proses kristalisasi dan mengarahkan kepada pembentukan zeolit (Vempati dkk., 2006). Benih juga berperan untuk mengatur pertumbuhan kristal sesuai dengan benih yang diberikan. Pertumbuhan kristal zeolit akan efektif jika penambahan benih tersebut dilakukan pada kondisi yang sesuai (Auerbach dkk., 2003).

## 2.5 Pengaruh Waktu Aging

*Aging* merupakan periode pemeraman dari pencampuran homogen reagen hingga permulaan pemanasan kristalisasi. Dari penelitian-penelitian sebelumnya mengungkapkan bahwa *aging* mempunyai pengaruh penting pada nukleasi dan pertumbuhan kristal dari zeolit. Pertumbuhan inti kristal dipercaya terbentuk selama masa *aging* (Zhdanov dan Samulevich, 1980; Twomey dkk., 1994). Walaupun proses pembentukan selama masa *aging* tidak dimengerti dengan baik, namun terdapat beberapa pengaruh *aging* pada nukleasi dan kristalisasi dari zeolit : (1)

meningkatkan laju nukelasi; (2) mengurangi waktu kristalisasi; (3) menurunkan ukuran kristal; (4) meningkatkan jumlah kristal (Cejka dkk., 2007).

Pengaruh waktu *aging* pada sintesis ZSM-5 telah dilaporkan oleh Goncalves, dkk. Proses *aging* dilakukan pada rentang waktu 18 hingga 72 jam dengan pemanasan suhu 30°C dan 90°C. Sampel ZSM-5 yang di-*aging* selama 72 jam memiliki kristalinitas lebih tinggi dibanding sampel yang di-*aging* selama 24 jam. Waktu *aging* mempengaruhi pembentukan prekursor ZSM-5 primer. Semakin lama waktu *aging* maka semakin banyak prekursor ZSM-5 yang terbentuk (Goncalves dkk., 2008).

## 2.6 Metode Hidrotermal

Kata hidrotermal berasal dari bahasa Yunani yaitu 'hydros' yang berarti air dan 'termos' yang berarti panas. Tetapi Byrappa dan Yoshimura (2001) mendefinisikan hidrotermal sebagai reaksi kimia heterogen dengan adanya pelarut (baik itu aqueous maupun non-aqueous) pada suhu ruang dan pada tekanan yang lebih besar dari 1 atm dalam sistem tertutup. Teknik ini tidak hanya membantu pada proses monodispersi dan homogenitas nanopartikel yang tinggi, tetapi juga bertindak sebagai tehnik yang paling menarik untuk pengolahan material nano-hybrid dan nanokomposit (Byrappa, 2007).

Sistem hidrotermal didefinisikan sebagai metode pembentukan Kristal yang tergantung pada kelarutan mineral dalam air panas dibawah kondisi tekanan tinggi (Byrappa, 2007). Pembuatan Kristal dengan hidrotermal meliputi berbagai macam teknik pembentukan Kristal dari larutan berair pada suhu dan tekanan uap tinggi. Pada sistem hidrotermal, pertumbuhan Kristal dilakukan dalam suatu piranti yang terdiri dari wadah baja tertutup rapat yaitu autoklaf.

Keuntungan sistem hidrotermal dibandingkan metode penumbuhan Kristal yang lain meliputi kemampuan untuk menciptakan tahap pembentukan Kristal yang tidak stabil pada titik lelehnya. Keuntungan lain adalah material yang mempunyai

tekanan uap yang tinggi, dekat titik lelehnya juga dapat tumbuh dengan sistem hidrotermal. Sistem hidrotermal juga sesuai untuk pertumbuhan Kristal dengan kualitas yang baik dengan komposisi yang dapat dikontrol (Byrapa, 2007).

## 2.7 Karakterisasi ZSM-5

Karakterisasi ZSM perlu dilakukan untuk mengetahui karakteristik kristal yang terbentuk dan lain sebagainya,. Beberapa metode analisis yang digunakan untuk karakteristik ZIF-8 adalah Difraksi Sinar X (XRD), Spektrometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

### 2.7.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Difraksi sinar X merupakan metode yang penting untuk karakterisasi zeolit, baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Metode ini memberikan informasi tentang kemurnian ataupun perubahan parameter kisi dari suatu kristal (Atkins, 1999). Metode ini bersifat tidak merusak, yang berarti contoh tidak dapat dipengaruhi oleh analisis dan masih dapat digunakan untuk analisis lain (Tan, 1991: 133).

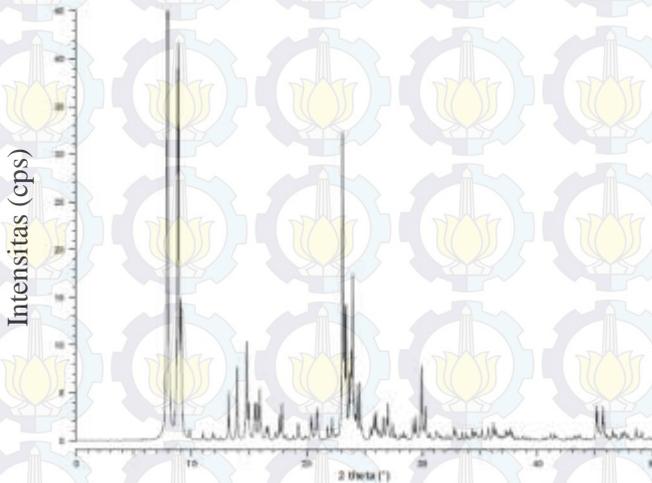
Pola difraksi merupakan plot intensitas sinar terdifraksi sebagai fungsi  $2\theta$ . Sebagai hukum Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin\theta \dots\dots\dots(2.1)$$

dimana  $\theta$  merupakan sudut difraksi,  $d$  yaitu jarak antar bidang, dan  $\lambda$  merupakan panjang gelombang sinar. Ketika sampel diuji, teknik difraksi hanya memberikan tampilan data-data dari struktur. Perubahan panjang kerangka mempengaruhi posisi puncak difraktogram. Misalnya penggantian ikatan Al-O ( $1,69 \text{ \AA}$ ) dengan ikatan yang lebih pendek Si-O ( $1,61 \text{ \AA}$ ) menyebabkan unit-unit sel mengerut. Hal ini akan menurunkan jarak  $d$  dan menggeser puncak difraksi ke arah  $2\theta$  yang lebih tinggi (Hamdan, 1992: 32-33).

Setiap senyawa kristalin memiliki pola difraksi sinar X yang dapat digunakan sebagai sidik jari atau identifikasi. Dua variabel yang mempengaruhi pola difraksi adalah jarak  $d$  dan intensitas. Pada prakteknya, dalam menggunakan pola difraksi untuk tujuan identifikasi, utamanya memperhatikan jarak  $d$  dan kadang-kadang kesesuaian intensitasnya. (West, 1984: 50)

Dalam zeolit, intensitas dari puncak pada sudut kecil tergantung pada kandungan air antar kristal, sehingga intensitasnya akan menurun dengan adanya dehidrasi. Zeolit murni dengan derajat kristalinitas tinggi akan menghasilkan puncak sempit yang sangat jelas dengan garis dasar yang rendah dan datar (Atkins, 1999).



Gambar 2.5 Pola XRD dari sampel ZSM-5 (Treacy & Higgins, 2007)

### 2.7.2 Spektrometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

Spektrofotometer Infra Merah telah lama digunakan untuk menjawab permasalahan struktur Zeolit. Spektrum Infra Merah tengah yang terletak pada daerah  $300 - 1300 \text{ cm}^{-1}$

merupakan alat yang sensitif untuk menunjukkan sifat struktur dari kerangka zeolit. ( Flanigen, 1971)

Frekuensi vibrasi kerangka - kerangka tertentu pada daerah IR-tengah (  $300\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$ ) menyediakan informasi mengenai komposisi dan cara setiap tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$  terikat satu sama lain. Informasi struktural lain yang didapat dari spektra IR ialah komposisi Si/Al kerangka, perubahan struktural selama dekomposisi termal serta pergerakan kation selama dehidrasi dan dehidroksilasi. ( Flanigen, 1971)

Secara umum, spektra daerah IR tengah untuk zeolit terdiri dari dua jenis vibrasi, yaitu:

- a) Vibrasi internal dari tetrahedral  $\text{SiO}_4$  dan  $\text{AlO}_4$  atau unit pembangun primer dalam kerangka zeolit. Vibrasi ini sensitif terhadap komposisi dan kerangka.
- b) Vibrasi yang terkait pada ikatan-ikatan eksternal antar tetrahedral, sensitif terhadap topologi kerangka.

Spektra IR daerah tengah dari zeolit dibagi menjadi lima daerah utama, yang masing-masing terkait pada jenis yang spesifik dari model vibrasi:

1) Rentangan Asimetrik ( $900 - 1250\text{ cm}^{-1}$ )

Daerah ini berhubungan dengan rentangan O-Si-O dan O-Al-O. Suatu rentangan asimetrik internal dari unit bangun primer memberikan pita serapan kuat pada  $1020\text{ cm}^{-1}$ . Punuk yang lebar pada  $1100\text{ cm}^{-1}$  disebabkan rentangan asimetrik eksternal yang disebabkan ikatan antar tetrahedral.

2) Rentangan simetrik ( $680 - 850\text{ cm}^{-1}$ )

Daerah ini berhubungan dengan rentangan simetrik ikatan O-Si-O atau O-Al-O. Vibrasi eksternal ada pada  $700\text{--}780\text{ cm}^{-1}$ . Pita ini sangat lemah. Mode rentangan simetrik ini sensitif terhadap perubahan komposisi Si-Al kerangka zeolit. Frekuensi akan bergeser ke arah yang lebih rendah dengan meningkatnya jumlah atom tetrahedral aluminium.

### 3) Cincin ganda (580 - 610 $\text{cm}^{-1}$ )

Wilayah ini berkaitan dengan vibrasi eksternal dari cincin ganda beranggota 4 atau 6 dalam struktur kerangka zeolit. Zeolit yang memiliki cincin ganda 4 atau cincin ganda 6 adalah zeolit X, Y, A, ZK-5,  $\Omega$ , L dan grup Chabazite.

### 4) Tipe tekukan Si-O atau Al-O (420 - 500 $\text{cm}^{-1}$ )

Wilayah ini tidak sensitif terhadap komposisi Si-Al.

### 5) Penumbukan pori (300 - 400 $\text{cm}^{-1}$ )

Pita ini berhubungan dengan pergerakan dari cincin tetrahedra yang menyebabkan terjadinya pembukaan pori dalam zeolit. Ini akan tampak jelas atau lebih jelas tergantung tipe struktur zeolit. Pita serapan akan tampak jelas dalam struktur kubik dan menurun dengan menurunnya simetri.

Selain lima daerah utama pada spektra IR daerah tengah, juga terdapat pita serapan dari gugus hidroksil OH. Pita serapan dari ikatan hidrogen OH pada daerah 3400  $\text{cm}^{-1}$ , tipe ikatan dari OH terisolasi ada pada daerah 3700  $\text{cm}^{-1}$ , dan vibrasi tekukan dari molekul air pada daerah 1645  $\text{cm}^{-1}$  (Breck, 1974: 425).

## **2.7.3 Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX)**

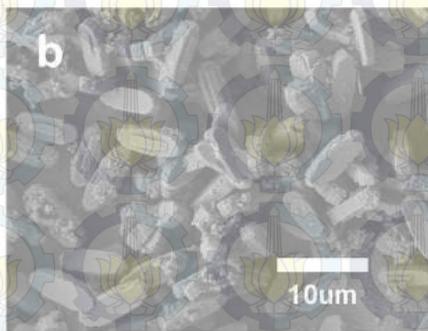
*Scanning Electron Microscopy* (SEM) merupakan mikroskop yang mengganti fungsi cahaya dengan elektron. Fungsi utama SEM adalah mengetahui morfologi permukaan dari sampel padat dan digunakan untuk pengukuran langsung ukuran kristal (Niwa, 2010). Suatu berkas elektron dilewatkan pada permukaan sampel dan disinkronkan dengan berkas sinar dari tabung katoda. Pancaran elektron yang dihasilkan dapat menghasilkan sinyal yang memodulasi berkas tersebut, sehingga akan menghasilkan gambar ke dalam bidang 300-600 kali lebih baik dari pada mikroskop optik dan juga dapat menghasilkan

gambar tiga dimensi. Kebanyakan alat SEM mempunyai jangkauan magnifikasi dari 20x-100.000x (Whyman, 1996).

Elektron diemisikan dari katoda (*electron gun*) melalui efek foto listrik dan dipercepat menuju anoda. Filamen yang digunakan biasanya adalah tungsten atau *lanthanum hexaboride* (LAB6). *Scanning coil* mendefleksikan berkas elektron menjadi sekumpulan *array* (berkas yang lebih kecil) dan disebut dengan *scanning beam* dan lensa obyektif (magnetik) dan akan memfokuskan pada permukaan sampel (Goldstein, 2003).

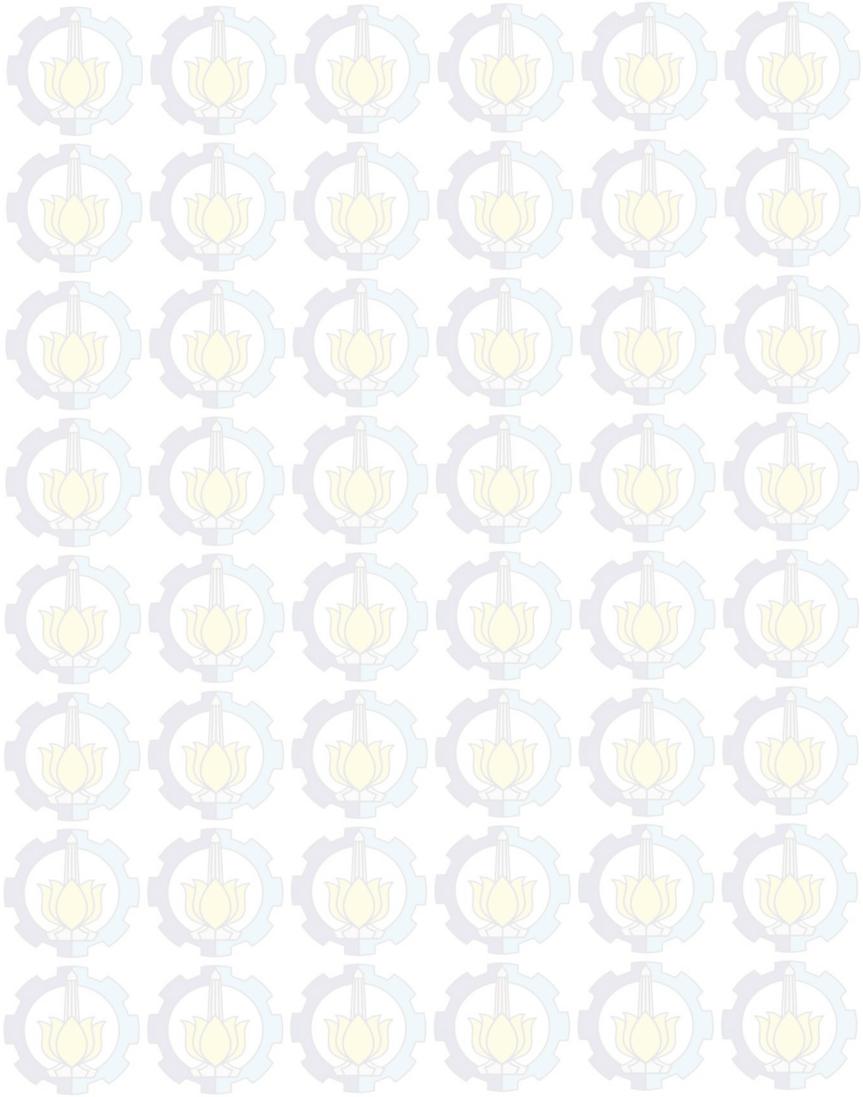
EDX (*Energy Dispersive X-ray*) merupakan karakterisasi material menggunakan sinar-x yang diemisikan ketika material mengalami tumbukan dengan elektron. Sinar-x diemisikan dan transisi electron dari lapisan kulit atom. Setiap elemen di dalam tabel periodik unsur memiliki susunan elektronik yang unik, sehingga akan memancarkan sinar-x yang unik pula. Dengan mendeteksi tingkat energi yang dipancarkan dari sinar-x dan intensitasnya maka dapat diketahui atom-atom penyusun material dan presentase massanya (Goldstein, 2003).

Sintesis ZSM-5 tanpa templat organik yang dilakukan oleh Feng dkk (2013) dikarakterisasi dengan teknik SEM. Gambar 2.6 merupakan hasil dari karakterisasi sampel ZSM-5 tanpa templat organik. Hasil SEM menunjukkan bahwa ZSM-5 memiliki bentuk berbasis tetragonal dengan ukuran yang hampir sama.



Gambar 2.6 Morfologi ZSM-5 (Feng dkk., 2013)

***“Halman ini sengaja dikosongkan”***



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

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

##### **3.1.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah peralatan gelas, pengaduk magnetik, neraca analitik, kertas pH universal, kertas saring, plastik wrap dan peralatan autoklaf *stainless steel*, serta peralatan karakterisasi yaitu: XRD JOEL JDX-3530 *X-ray Diffractometer*, FTIR Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S, SEM FEI Inspect S25 dan EDAX AMETEK.

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kaolin Bangka Belitung (47%  $\text{SiO}_2$  dan 22%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), LUDOX (Sigma-Aldrich, 30% wt), NaOH (Merck 99%), benih ZSM-5 dan aquademineral.

#### **3.2 Prosedur Kerja**

##### **3.2.1 Sintesis ZSM-5**

Sintesis ZSM-5 disesuaikan dengan prosedur yang telah dilaporkan oleh Hartanto dkk. (2013) sintesis ZSM-5 tanpa templat organik menggunakan metode hidrotermal dan penambahan benih ZSM-5. Dalam sintesis ZSM-5 dari kaolin tanpa templat organik ini digunakan variasi waktu *aging* 0, 12, 24 dan 36 jam sebagai perbandingan. ZSM-5 yang akan disintesis adalah dengan perbandingan molar  $10\text{Na}_2\text{O} : 120\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O}$ . Sintesis diawali dengan penimbangan aquademineral yang sesuai dengan komposisi molarnya yaitu 16, 5927 g. Aquademineral ini dibagi menjadi dua bagian. Dalam setengah bagian aquademineral yang pertama ditambahkan 0,8 g NaOH dan diaduk sampai larut. NaOH yang telah larut sempurna ditambahkan 0,9266 g kaolin sambil diaduk dengan pengaduk

magnetik. LUDOX ditambahkan sebanyak 22,5817 g secara perlahan dan kecepatan pengadukan dinaikkan sampai 400 rpm. Setengah bagian aquademineral ditambahkan ke dalam campuran kental berwarna putih. Kecepatan pengadukan dinaikkan sampai 550 rpm dan dilakukan pengadukan selama 8 jam. Proses berikutnya yaitu dilakukan pemeraman (*aging*) pada campuran berwarna putih. Campuran dalam gelas beker ditutup rapat dengan plastik wrap dan diperam pada suhu ruangan selama 0, 12, 24, dan 36 jam. Hasil pemeraman ditambahkan 0,0850 g benih ZSM-5 (1% dari berat campuran) sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit. Hasil campuran dimasukkan dalam autoklaf *stainless steel* untuk proses hidrotermal pada suhu 175 °C selama 24 jam. Padatan hasil hidrotermal berupa bubuk dinetralkan menggunakan aquademineral dan dimonitor dengan kertas pH universal. Padatan yang telah netral (pH = 7) dikeringkan dalam oven bersuhu 110 °C selama 24 jam.

### 3.2.2 Karakterisasi ZSM-5

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

Karakterisasi dengan XRD dilakukan untuk mengetahui informasi fasa dan kristalinitas dari ZSM-5. Padatan ditempatkan pada *sampel holder* kemudian disinari dengan sumber sinar Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ ) pada  $2\theta$  sebesar 5-50° dan kecepatan scan 0,04°/detik. Data yang diperoleh yaitu  $2\theta$  dan intensitas puncak difraksi dari sampel serta harga *d spacing*. Data tersebut kemudian dicocokkan dengan referensi. Tingkat kristalinitas dihitung menggunakan difraktogram XRD silikalit sebagai referensi dengan membandingkan puncak pada  $2\theta = 22,5-25^\circ$  (Wang dkk., 2007). Tingkat kristalinitas dinyatakan dalam persentase dengan rumus:

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

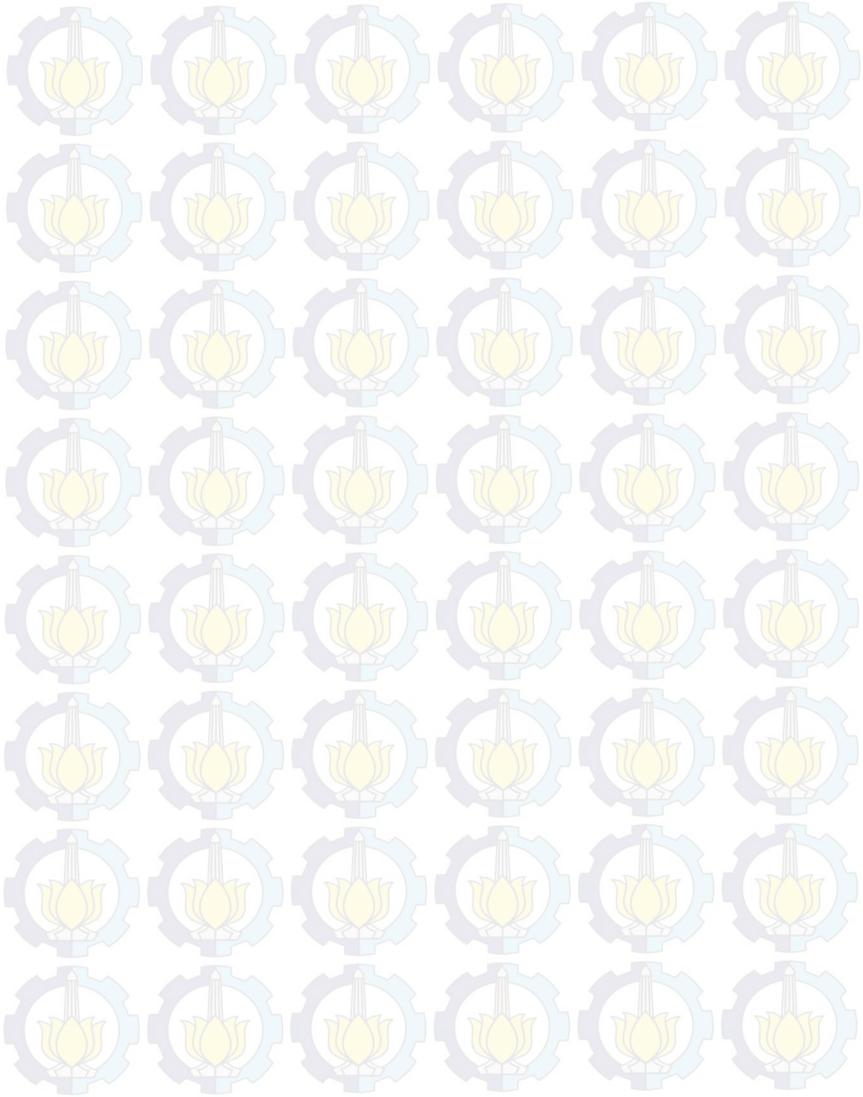
### 3.2.2.2 Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

Analisis menggunakan spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam material, menentukan komposisi campuran, dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul. Sampel padatan dicampurkan kedalam KBr dengan komposisi sampel 1% terhadap total campuran. Campuran tersebut kemudian ditumbuk pada mortar hingga homogen, setelah itu ditempatkan dalam pellet holder beberapa milligram sehingga terbentuk pellet. Pellet tersebut kemudian dimasukkan pada alat FTIR dan dilakukan karakterisasi pada bilangan gelombang antara  $4000\text{ cm}^{-1}$  sampai  $400\text{ cm}^{-1}$  dengan resolusi  $4\text{ cm}^{-1}$ .

### 3.2.2.3 Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX)

Karakterisasi SEM-EDX (SEM FEI Inspect S25 dan EDAX AMETEK) digunakan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur yang terdapat pada padatan hasil sintesis. Dilakukan preparasi sampel terlebih dahulu sebelum dilakukan analisis dengan meletakkan sedikit sampel pada permukaan *sample holder* yang telah diberi *carbon tape*, lalu dilakukan coating pada sampel (dilapisi emas tipis). Setelah itu dilakukan preparasi sampel, sampel kemudian dimasukkan kedalam ruang sampel dan dilakukan perbesaran gambar antara 500-2000 kali

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

ZSM-5 berbasis dasar kaolin Bangka tanpa templat organik telah disintesis. ZSM-5 disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal. Benih ZSM-5 ditambahkan sebagai pengarah pembentukan kristal dengan struktur MFI yang sama dengan struktur dari ZSM-5 (Shukla dan Pandya, 1989). Pada sintesis ZSM-5 ini menggunakan perbandingan rasio molar  $10\text{Na}_2\text{O} : 120\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O}$ . Pengaruh waktu *aging* pada pembentukan zeolit ZSM-5 dari kaolin dipelajari dengan variasi waktu 0, 12, 24, dan 36 jam. Padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi dengan spektroskopi *Fourier Transform Inframerah* (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis vibrasi, difraktometer sinar-X (XRD) untuk memperoleh informasi tentang kristalinitas padatan dan *Scanning Electron Microscopy Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX) digunakan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur-unsur dalam ZSM-5.

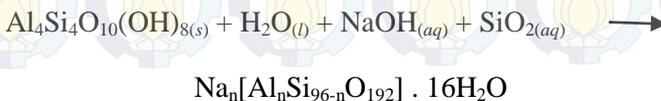
#### **4.1 Sintesis ZSM-5**

Sintesis ZSM-5 disesuaikan dengan prosedur yang telah dilaporkan oleh Hartanto dkk. (2013) namun pada penelitian ini digunakan variasi waktu *aging*. Variasi waktu *aging* yang digunakan dalam penelitian ini adalah 0, 12, 24, dan 36 jam. Sintesis dilakukan dengan perbandingan komposisi molar  $10\text{Na}_2\text{O} : 120\text{SiO}_2 : 2\text{Al}_2\text{O}_3 : 1800\text{H}_2\text{O}$  dan benih ZSM-5 (1% dari massa padatan campuran). Bahan dasar yang digunakan adalah kaolin Bangka Belitung sebagai sumber alumina dan silika; LUDOX sebagai sumber silika tambahan; NaOH sebagai sumber penyedia ion  $\text{Na}^+$  dan agen mineralisasi; aquademineral sebagai sumber  $\text{H}_2\text{O}$  dan benih ZSM-5 sebagai pengarah pembentukan kristal dengan struktur MFI.

Tahapan awal sintesis dimulai dengan penimbangan aquademineral yang sesuai dengan komposisi molarnya.

Aquademineral ini dibagi menjadi dua bagian. Dalam setengah bagian aquademineral yang pertama ditambahkan NaOH dan diaduk sampai larut. NaOH yang telah larut sempurna ditambahkan kaolin sambil diaduk dengan pengaduk magnetik, campuran menjadi putih keruh. Campuran putih keruh tersebut kemudian ditambahkan LUDOX. Penambahan LUDOX dilakukan secara perlahan karena mudah menggumpal dan kecepatan pengadukan dinaikkan sampai 400 rpm, campuran menjadi putih kental. Dalam campuran putih ditambahkan setengah bagian aquademineral yang kedua kemudian kecepatan pengadukan dinaikkan sampai 550 rpm dan dilakukan pengadukan selama 8 jam agar distribusi komponen dalam campuran merata sehingga menjadi sol. Proses selanjutnya yaitu dilakukan pemeraman (*aging*). Campuran putih (sol) dalam gelas beker ditutup rapat dengan wrap dan diperam pada suhu ruangan selama 0, 12, 24, dan 36 jam. Pada saat pemeraman terjadi pembentukan ikatan-ikatan baru dari fasa cair menjadi fasa padat. Hasil pemeraman ditambahkan 1% benih ZSM-5 dari berat campuran sambil diaduk dengan pengaduk magnetik selama 30 menit agar distribusi benih ZSM-5 dalam campuran merata.

Hasil campuran dimasukkan dalam autoklaf *stainless steel* untuk proses hidrotermal pada suhu 175 °C selama 24 jam. Pada proses hidrotermal terjadi reaksi kondensasi pembentukan ikatan antar atom Si, Al, dan O membentuk  $-\text{[Al-O-Si]}-$ . Proses hidrotermal ini dilakukan dalam autoklaf yang tertutup rapat dengan suhu tinggi dimaksudkan agar komposisi tidak berkurang. Padatan hasil hidrotermal berupa bubuk dinetralkan dengan aquademineral dimonitor dengan kertas pH universal. Setelah pH padatan netral, dilakukan pengeringan dalam oven bersuhu 110 °C selama 24 jam. Reaksi yang terjadi dalam proses sintesis ZSM-5 secara umum adalah:



Padatan hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan spektroskopi inframerah untuk mengetahui vibrasi dan ikatan yang terbentuk, difaksi sinar-X untuk mengetahui fasa kristal dan kristalinitas padatan dan SEM untuk mengetahui morfologi kristal yang terbentuk.

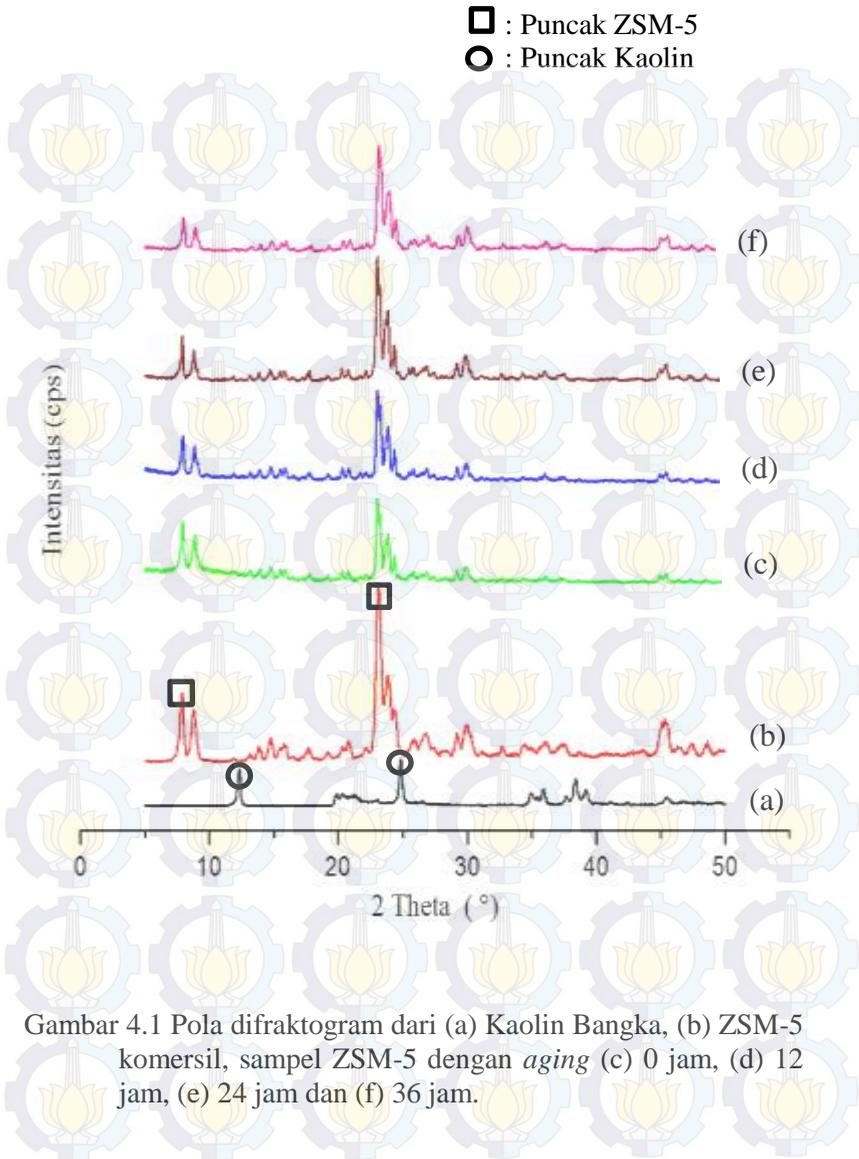
## 4.2 Karakterisasi ZSM-5

### 4.2.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

Teknik XRD dilakukan untuk mengidentifikasi fase kristal dan kristalinitas dari produk. Rentang sudut yang digunakan untuk pengukuran difraksi sinar-X pada ZSM-5 menggunakan sudut pendek yaitu  $5-50^\circ$ . Kristalinitas dihitung menggunakan persamaan 3.1 dengan membandingkan puncak spesifik pada  $2\theta = 23,01-24^\circ$  menggunakan difraktogram XRD ZSM-5 komersil sebagai pembanding. Gambar 4.1 menunjukkan pola difraktogram XRD dari kaolin Bangka, ZSM-5 komersil, sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0, 12, 24 dan 36 jam.

Gambar 4.1(a) yaitu difraktogram dari kaolin Bangka. Pola XRD dari kaolin Bangka pada Gambar 4.1 (a) menunjukkan puncak-puncak pada  $2\theta = 12,32; 19,87; 20,34; 24,85; 26,61; 34,95; 35,40; 35,91; 38,37$  dan  $39,22^\circ$ . Puncak-puncak khas kaolin tersebut didukung oleh laporan Kahraman (2005) bahwa puncak-puncak khas dari kaolin terdapat pada  $2\theta = 12,3; 24,8; \text{ dan } 38,3^\circ$ . Pola XRD dari kaolin Bangka ini digunakan untuk membandingkan hasil difraktogram dari sampel ZSM-5.

Gambar 4.1 (c), (d), (e) dan (f) menunjukkan puncak-puncak pada  $2\theta = 7,9; 8,8; 8,9; 23,0$  dan  $23,1^\circ$ . Puncak-puncak tersebut sesuai dengan puncak-puncak khas dari ZSM-5 yang berstruktur MFI (Treacy dan Higgins, 2007). Puncak-puncak khas dari kaolin pada  $2\theta = 12,3; 24,8; \text{ dan } 38,3^\circ$  tidak muncul pada difraktogram sampel ZSM-5 dengan variasi *aging*. Hal ini mengindikasikan bahwa kaolin telah larut dan membentuk kristal ZSM-5.



Gambar 4.1 Pola difraktogram dari (a) Kaolin Bangka, (b) ZSM-5 komersil, sampel ZSM-5 dengan *aging* (c) 0 jam, (d) 12 jam, (e) 24 jam dan (f) 36 jam.

Pola XRD yang dihasilkan dari sampel ZSM-5 dengan *aging* 0 jam (Gambar 4.1 (c)) menunjukkan puncak - puncak tajam pada  $2\theta = 7,91; 8,85$  dan  $23,02^\circ$ . Puncak-puncak tajam tersebut menandakan bahwa kristal ZSM-5 telah terbentuk dan memungkinkan inti kristal telah terbentuk meskipun waktu *aging* 0 jam. Namun kristalinitas sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0 jam masih rendah dikarenakan pertumbuhan kristal yang tidak maksimal.

Pola XRD dari sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 12 dan 24 jam ditunjukkan pada Gambar 4.1 (d) dan (e). Hasil difraktogram dari sampel-sampel tersebut memiliki pola yang tidak jauh berbeda dengan sampel ZSM-5 *aging* 0 jam sebelumnya. Puncak-puncak tertinggi pada sampel *aging* 12 dan 24 jam terdapat pada  $2\theta = 8,82; 8,85; 7,91; 7,94$  dan  $23,03^\circ$ . Gambar 4.1 (e) menunjukkan puncak pada  $2\theta = 23,03^\circ$  lebih tinggi dari pada ketiga sampel variasi *aging* lainnya. Tinggi puncak tersebut menandakan bahwa sampel ZSM-5 dengan *aging* 24 jam memiliki intensitas tertinggi yang berarti juga memiliki kristalinitas tertinggi. Pada sampel ZSM-5 dengan *aging* 12 dan 24 jam ini terjadi pertumbuhan kristal, hal ini dibuktikan dengan meningkatnya kristalinitas dengan bertambahnya waktu *aging* seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 36 jam memiliki puncak-puncak yang identik dengan sampel variasi waktu *aging* lainnya yaitu pada  $2\theta = 8,01; 8,93$  dan  $23,17^\circ$ . Pada sampel ZSM-5 dengan variasi *aging* 36 jam ini mengalami penurunan kristalinitas tapi tidak signifikan.

Tabel 4.1 Intensitas dan kristalinitas sampel ZSM-5 dengan variasi waktu *aging*.

Sampel	2 $\theta$ (°)	Intensitas (cps)	Kristalinitas (%)
ZSM-5 komersil	23,14	1813	100
<i>Aging</i> 0 jam	23,14	904	49,86
<i>Aging</i> 12 jam	23,02	971	53,55
<i>Aging</i> 24 jam	23,03	1262	69,60
<i>Aging</i> 36 jam	23,12	1088	60,01

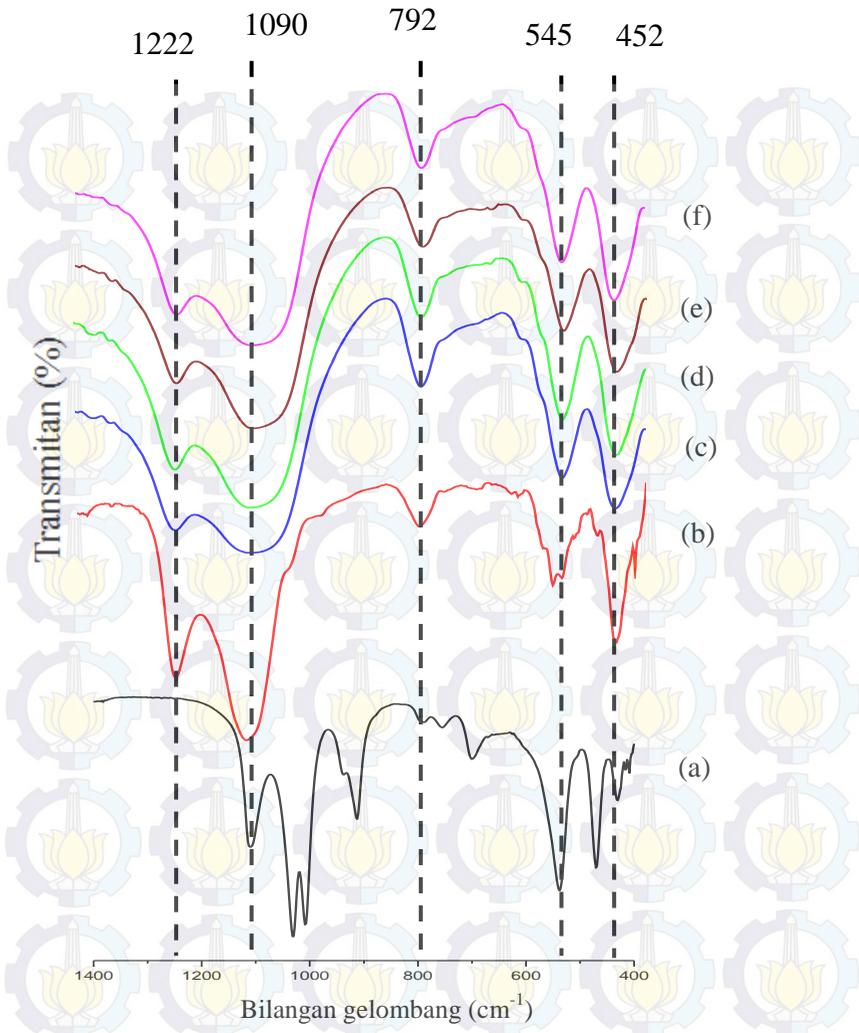
Waktu *aging* memiliki peranan dalam kristalinitas sampel ZSM-5 yang terbentuk. Pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa sampel ZSM-5 dengan *aging* 0 jam memiliki kristalinitas terendah. Kristalinitas pada saat *aging* 12 dan 24 jam berturut-turut naik namun pada saat *aging* 36 jam kristalinitas menurun. Semakin lama waktu *aging* yang diberikan selama sintesis, maka persentase kristalinitas ZSM-5 yang dihasilkan semakin besar namun waktu *aging* yang terlalu lama juga akan menurunkan kristalinitas sampel ZSM-5. Zhdanov dan Samulevich (1980) melaporkan bahwa nukleasi dan pertumbuhan kristal dari zeolit terjadi selama proses *aging* terjadi. Oleh karena itu, setiap sampel ZSM-5 memiliki jumlah kristal yang berbeda. Semakin banyaknya jumlah bidang kristal sampel ZSM-5 maka sinar-x yang dipantulkan akan semakin banyak sehingga intensitas yang muncul semakin tinggi. Oleh karena itu, pada penelitian ini waktu *aging* sangat berpengaruh terhadap pembentukan Kristal ZSM-5 dimana pembentukan ZSM-5 yang optimum adalah *aging* 24 jam dengan kristalinitas sebesar 69,60%.

#### 4.2.2 Fourier Transform Inframerah (FTIR)

Gugus fungsi dalam padatan hasil sintesis dengan variasi waktu *aging* dianalisis menggunakan spektroskopi inframerah pada bilangan gelombang  $1400\text{ cm}^{-1}$  sampai  $400\text{ cm}^{-1}$ . Karakterisasi ini dilakukan untuk mendeteksi gugus fungsi dan jenis vibrasi dari padatan hasil sintesis sehingga dapat mendukung pembentukan struktur Kristal ZSM-5 dari hasil karakterisasi menggunakan XRD.

Gambar 4.1 menunjukkan spektra inframerah dari sampel kaolin (a), benih ZSM-5 (b), sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0 jam (c), 12 jam (d), 24 jam (e) dan 36 jam (f). Spektra inframerah pada Gambar 4.1 (a) kaolin menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 430, 470, 538, 700, 754, 788, 912, 1008, 1029, dan  $1110\text{ cm}^{-1}$ . Hasil ini didukung oleh laporan Panda dkk., (2010) puncak-puncak penting pada spektra inframerah kaolin adalah pada daerah  $912\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk ikatan Al-Al-OH. Pada daerah bilangan gelombang 1032, 1100 dan  $1114\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan tekuk Si-O. Daerah bilangan gelombang  $755\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan Si-O-Al. Pada daerah bilangan gelombang 693 dan  $541\text{ cm}^{-1}$  sama-sama menunjukkan vibrasi dari ikatan tekuk Si-O dan Si-O-Al.

Spektra benih ZSM-5 (Gambar 4.2(b)) menunjukkan puncak yang spesifik pada bilangan gelombang 453, 563, 798, 1103, dan  $1226\text{ cm}^{-1}$ . Flanigen dkk. (1973) melaporkan bahwa puncak-puncak pada bilangan gelombang tersebut merupakan puncak yang dihasilkan dari vibrasi ikatan internal  $\text{SiO}_4$  atau  $\text{AlO}_4$  tetrahedral. Puncak pada bilangan gelombang  $453\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ikatan internal dari ikatan Si-O-Si, puncak pada  $550\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi dari kerangka cincin lima Si-O-Si yang menunjukkan pembentukan struktur MFI (Fang, 2006); puncak pada  $798\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur simetri dari ikatan Si-O-Si; serta puncak pada  $1103\text{ cm}^{-1}$  dan  $1226\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur asimetri dari ikatan Si-O-Si. Hasil yang sama juga telah dilaporkan oleh Prasetyoko (2006).



Gambar 4.2 Spektra IR dari (a) Kaolin Bangka, (b) benih ZSM-5, Sampel ZSM-5 dengan *aging* (c) 0 jam, (d) 12 jam, (e) 24 jam dan (f) 36 jam

Spektra infra merah sampel ZSM-5 pada gambar 4.2 (c), (d), (e) dan (f) menunjukkan lima puncak bilangan gelombang sekitar 452, 545, 792, 1090 dan 1222  $\text{cm}^{-1}$ . sedangkan puncak-puncak pada daerah 430, 470, 700, 754, 912, 1110  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan puncak khas dari kaolin telah hilang, hal ini menandakan bahwa ikatan-ikatan kaolin mengalami pemutusan dan mulai membentuk ikatan baru. Hal ini sesuai dengan laporan Mohammed dkk, (2005) bahwa pita serapan yang muncul di sekitar 1200-1000  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan ikatan internal tetrahedral vibrasi ulur asimetri dari Si-O-T dimana T adalah Si atau Al. Vibrasi ulur asimetri eksternal ditunjukkan oleh pita serapan pada 1200  $\text{cm}^{-1}$  sedangkan vibrasi ulur asimetri internal ditunjukkan oleh pita serapan 1100  $\text{cm}^{-1}$ . Pita serapan di sekitar 788  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi ulur internal. Goncalves dkk (2008) melaporkan bahwa cincin lima dalam struktur pentasil zeolit ZSM-5 dapat ditunjukkan dari pita serapan di sekitar 546  $\text{cm}^{-1}$ . Pita di sekitar 455  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi tekuk tetrahedral  $\text{TO}_4$ . Keberadaan dari ZSM-5 dapat ditentukan dengan munculnya puncak di daerah-daerah tersebut. Bilangan gelombang yang muncul di sekitar 1225 dan 545  $\text{cm}^{-1}$  merupakan puncak sensitif dari struktur MFI (Shukla dan Pandya, 1989).

Daerah pada bilangan gelombang sekitar 1220 dan 540  $\text{cm}^{-1}$  tidak memiliki puncak yang tajam pada sampel ZSM-5 tanpa *aging*. Hal ini menunjukkan bahwa masih sedikit struktur MFI yang terbentuk pada sampel tanpa *aging*. Hasil ini mendukung hasil dari pola XRD sampel ZSM-5 tanpa *aging* yang menunjukkan bahwa sampel tanpa *aging* masih memiliki kristalinitas yang rendah. Sementara itu, sampel dengan waktu *aging* 12 jam menunjukkan puncak yang cukup tajam pada bilangan gelombang 540 dan 1220  $\text{cm}^{-1}$ , namun tidak terlalu signifikan bila dibandingkan dengan sampel *aging* 0 jam. Puncak tersebut juga ditemukan pada variasi waktu *aging* yang lain. Hasil ini menunjukkan bahwa struktur ZSM-5 telah terbentuk dengan baik pada sampel dengan variasi waktu *aging* 12, 24 dan 36 jam. Intensitas puncak yang tajam pada bilangan gelombang 540 dan

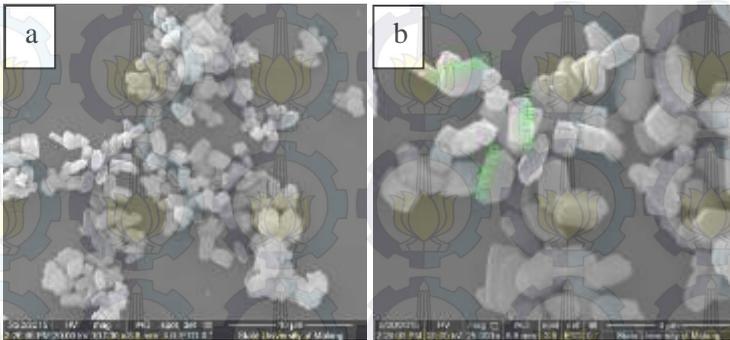
1220  $\text{cm}^{-1}$  terlihat pada sampel dengan *aging* 24 jam yang mengindikasikan banyak jumlah cincin rangkap 5 telah terbentuk. Hasil ini sesuai dengan data XRD yang menunjukkan bahwa sampel dengan *aging* 24 jam memiliki kristalinitas tertinggi. Namun demikian, tampak bahwa intensitas puncak pada sampel dengan *aging* 36 jam di area bilangan gelombang 540 dan 1220  $\text{cm}^{-1}$  menurun. Hal ini mengindikasikan bahwa jumlah cincin rangkap 5 yang menandai struktur ZSM-5 telah berkurang. Hasil ini sesuai pula dengan hasil yang diperoleh dari data XRD yang menunjukkan bahwa kristalinitas sampel menurun pada waktu *aging* 36 jam. Puncak-puncak hasil karakterisasi spektroskopi inframerah pada sampel dengan waktu *aging* 0, 12, 24 dan 36 jam ditunjukkan oleh Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Bilangan gelombang spektroskopi inframerah dari sampel ZSM- dengan variasi waktu *aging*.

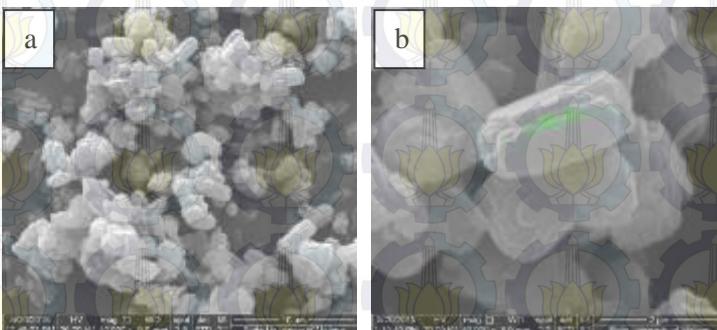
Sampel	Vibrasi ulur asimetri		Vibrasi ulur simetri	Struktur pentasil	Vibrasi tekuk T-O
	1222	1091			
0 jam	1222	1091	792	545	453
12 jam	1222	1091	792	545	449
24 jam	1222	1089	792	545	451
36 jam	1222	1089	792	545	453

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

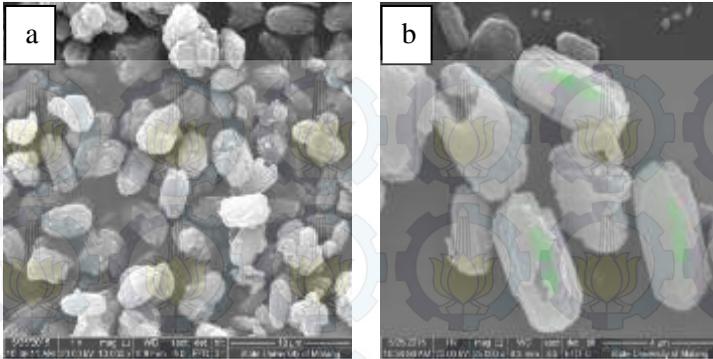
Morfologi dan ukuran kristal dari padatan diamati menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan dilengkapi *Energy Dispersive X-ray* untuk mengetahui kelimpahan kandungan unsur-unsur yang ada pada sampel. Gambar 4.3, 4.4 dan 4.5 merupakan morfologi sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0, 12 dan 24 jam. Kristal yang terbentuk seperti persegi panjang (heksagonal) dengan siku landai.



Gambar 4.3 Morfologi ZSM-5 dengan *aging* 0 jam pada pembesaran (a) 10.000 kali dan (b) 25.000 kali



Gambar 4.4 Morfologi ZSM-5 dengan *aging* 12 jam pada pembesaran (a) 10.000 kali dan (b) 50.000 kali



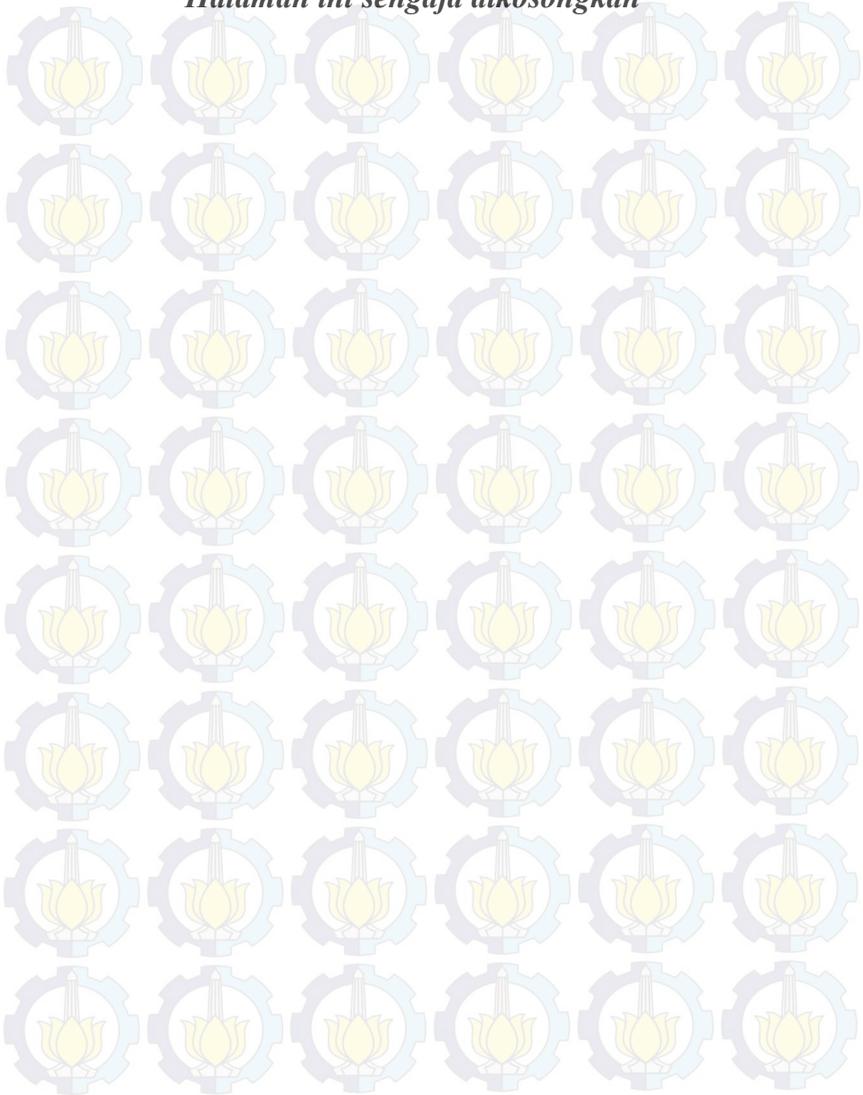
Gambar 4.5 Morfologi ZSM-5 dengan *aging* 24 jam pada pembesaran (a) 10.000 kali dan (b) 25.000 kali

Morfologi Kristal dari sampel ZSM-5 dengan *aging* 0 jam pada Gambar 4.3 terlihat seragam. Keseragaman Kristal ini menunjukkan bahwa Kristal ZSM-5 telah terbentuk walaupun tanpa *aging*. Hal ini sesuai dengan hasil XRD sampel ZSM-5 *aging* 0 jam yang muncul puncak-puncak khas dari ZSM-5. Ukuran kristal yang terbentuk pada sampel *aging* 0 jam sekitar  $1,7 \mu\text{m}$ . Pada sampel ZSM-5 dengan *aging* 12 jam Kristal ZSM-5 berbentuk heksagonal dengan siku landai namun bergerombol. Ukuran Kristal yang terbentuk sekitar  $2,6 \mu\text{m}$ . Morfologi kristal dari sampel ZSM-5 dengan *aging* 24 jam tidak jauh beda dengan sampel *aging* 12 jam namun lebih seragam, tidak bergerombol dan ukuran kristal lebih besar yaitu sekitar  $4,5 \mu\text{m}$ . Keseragaman Kristal sampel dengan *aging* 24 jam didukung oleh hasil XRD dengan kristalinitas tertinggi sebesar 69,60%

Dari hasil analisa SEM di atas menunjukkan bahwa ukuran kristal bertambah besar seiring dengan penambahan waktu *aging*. Pada saat *aging* terjadi proses pertumbuhan kristal, semakin lama *aging* yang diberikan maka semakin banyak waktu untuk proses pertumbuhan kristal sehingga ukuran kristal yang terbentuk bertambah besar.



***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

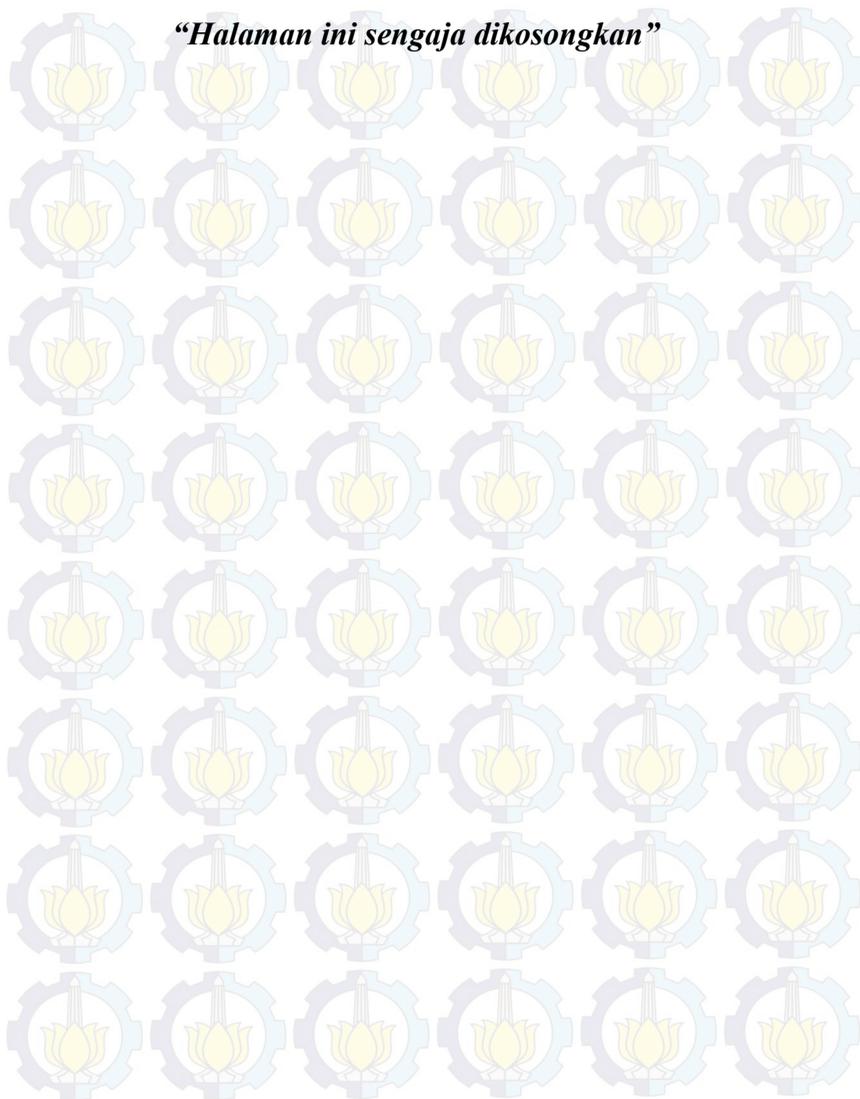
#### **5.1 Kesimpulan**

Sintesis ZSM-5 secara langsung dari bahan dasar Kaolin Bangka tanpa menggunakan templat organik telah berhasil dilakukan. ZSM-5 disintesis dengan variasi waktu *aging* 0, 12, 24 dan 36 jam menggunakan metode hidrotermal. Berdasarkan hasil analisis difraksi sinar-X dan spektroskopi inframerah menunjukkan bahwa ZSM-5 telah terbentuk pada semua variasi waktu *aging*. Berdasarkan intensitas yang diperoleh, sampel ZSM-5 yang memiliki kristalinitas tertinggi adalah sampel dengan waktu *aging* 24 jam yaitu 69,60%. Semakin lama waktu *aging* yang diberikan maka semakin tinggi kristalinitas yang terbentuk, namun pada *aging* 36 jam kristalinitas kembali turun. Selain itu, berdasarkan analisis SEM-EDX sampel dengan *aging* 0, 12 dan 24 jam memiliki perbandingan Si/Al di atas 5 dengan morfologi berupa persegi panjang (heksagonal) dengan siku landai. Keseragaman bentuk kristal yang tertinggi adalah sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 24 jam.

#### **5.2 Saran**

Pada penelitian selanjutnya untuk sintesis ZSM-5 dengan waktu *aging* 24 jam disarankan mempelajari suhu kristalisasi untuk menghasilkan kristalinitas ZSM-5 yang tinggi.

***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## DAFTAR PUSTAKA

- Adeyuyi Y., D. Klocke, J. Buchanan. (1995). "Effects of high-level additions of ZSM-5 to a fluid catalytic cracking (FCC) RE-USY catalyst". *Appl. Catal. A* 131, 121–133.
- Ali M., B. Brisdon, W. Thomas. (2003). "Synthesis, characterization and catalytic activity of ZSM-5 zeolites having variable silicon-to-aluminum ratios". **Appl. Catal. A** 252, 149–162.
- Atta, Y.A., Jibril, Y.B., Aderemi, O.B., Adefila, S.S., (2012). "Preparation of Analicime from Local Kaolin and Rice Husk Ash". *Applied Clay Science* 61, 8-13.
- Auerbach, S., Carrado, K. , Dutta P., (2003). "*Handbook of Zeolite Science and Technology*". Marcel Dekker, Inc. New York.
- Baerlocher, C., Meier, W., & Olson, D. (2001). *Atlas of Zeolite Framework Types* (5th ed.). Amsterdam: Elsevier.
- Bhatia, S. 1990. *Zeolite Catalysis Principles and Applications*. CRC Press.
- Breck, D.W. (1974). *Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*. John Wiley & Sons. New York.
- Byarappa, K, T. Adschiri. (2007). *Hydrothermal Technology for Nanotechnology*. Progress in Crystal Growth and Characterization of Material 53. 117-166.
- Byrappa, K., Yoshimura, M., (2001). "*Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology for Crystal Growth and Materials Processing*". Noyes Publications, New Jersey, USA.
- Cejka J., Corma, A., dan Zones, S., (2010). "*Zeolites, Reactions and Applications*", Wiley-VCH, Verlag GmbH dan Co., Weinheim.
- Cejka, J.,H. van Bekkum. (2005) . *Zeolite and Ordered Mesoporous Materials : Progress and Prospects*. Czech

- Republic : The 1st FEZA School on Zeolites, Prague Studies in Surface Science and Catalysis Volume 157.
- Chandrasekhar, S. (1996). "Influence of Metakaolinization Temperature on the Formation of Zeolite 4A from Kaolin". **Clay Minerals** 31, 253-261.
- Cheng, K., Liao, R.H., Sun, X.Y., Wang, L.J. (2008). "Synthesis Research of Nanosized ZSM-5 Zeolites in the Absence of Organic Template". **Journal of Materials Processing Technology** 206, 445-452.
- Christie, I.R A., Croxall, D.F., dan Isherwood, B. J., UK Patent 2079175B, Dec. 7, (1983).
- Cundy CS & Cox PA. (2005). "The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism". **Microporous and Mesoporous Materials**. **82**: 1-78.
- Cundy, S.C., Henty, M.S., Plaisted, R.J.(1995). "Investigation of Na,TPA-ZSM-5 Zeolite Synthesis by Chemical Methods". **Zeolite**, 15, 342.
- Davis, M.E. (1991). *Zeolite and Molecular Sieve: Not Just Ordinary Catalysts*. Ind. Chem. Res. Vol. 30. hal:1675-1683
- Dey, P.K., Ghosh, S., Naskar, K.M. (2013). "Organic Template-Free Synthesis of ZSM-5 Zeolite Particles using Rice Husk Ash as Silica Source". **Ceramics International** 39, 2153-2157.
- Feng P., L. Xuchen, W. Yun, C. Shiwei, W. Tizhuang, Y. Yang. (2013). "Synthesis and Crystallization Kinetics of ZSM-5 Without Organic Template from Coal-Series Kaolinite". **Micropor. Mesopor. Mater.** 184. 134-140
- Flanigen, E. (2001). *Intoduction to Zeolite Science and Practice* (2nd ed.). Amsterdam: Elsevier Science.
- Flanigen, E. M., H. Khatami., H. A. Szymanski. (1971). "Infrared Structural Studies of Zeolite Framework, Molecular Sieve Zeolite-P". *American Society Advanced in Chemistry Serise*. No.101. hal: 201 – 227.

Fouad, O.A., Mohamed, R.M., Hassan, M.S., Ibrahim, L.A. (2006). "Effect of Templat Type and Templat/Silica Mole Ratio on The Crystallinity of Synthesis Nanosized ZSM-5". **Catalysis Today** 166, 82-87.

Gates, B.C. (1992). **Catalytic Chemistry**. John Wiley & Sons, Inc. New York.

Goncalves, M.L., Dimitrov, L.D., Jordao, M.H., Wallau, M., & Urquieta-Gonzalez, E.A. (2008). Synthesis of Mesoporous ZSM-5 by Crystallisation of Aged Gels in the Presence of Cetrymethylammonium Cations. *Catalysis Today*, 69-79.

Halimaton Hamdan. 1992. *Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization and Modifications*. Universiti Teknologi Malaysia.

Hartanto, D., Prasetyoko, D., Saputro, O, (2013). "Sintesis ZSM-5 secara Langsung dari Kaolin tanpa Templat Organik: Pengaruh Waktu Kristalisasi". *JURNAL SAINS DAN SENI POMITS* Vol. 2, No.1 1-5.

IZA. (2007, 01 07). *MFI*. Retrieved 06 09, 2015, from Data base of zeolite stucture:  
[http://izasc.biw.kuleuven.be/fmi/xsl/IZA-SC/ftc\\_fw.xsl?-db=Atlas\\_main&-lay=fw&STC=MFI&-find](http://izasc.biw.kuleuven.be/fmi/xsl/IZA-SC/ftc_fw.xsl?-db=Atlas_main&-lay=fw&STC=MFI&-find)

Kahraman, S., Müşerref Ö., Yüksel S., İhsan B., (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

Karimi, R., Bayati, B., Aghdam, C.N., Ejtemaee, 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.

Kartohadoprodjo, I.I. (1997). *Kimia Fisika*. Jilid 2. Edisi keempat. Erlangga. Jakarta. Terjemahan: physical Chemistry. Atkins, P.W. 1999. Oxford University Press. hal 164-181.

- Kim S, D., S.H. Noh, J.W. Park, W.J. Kim. (2006). "Organic-free synthesis of ZSM-5 with narrow crystal size distribution using two-step temperature process". **Micropor. Mesopor. Mater.** 92. 181–188.
- Kim, S.D., Noh, S.H., Seong, K.H., Kim, W.J., (2004). "Compositional and Kinetic Study on the Rapid Crystallization of ZSM-5 in the Absence of Organic Template Under Stirring". *Microporous and Mesoporous* 72, 185-192.
- Konta, J. (1995). Clay and Man: Clay Row Materials in The Service of Man. *Appl. Clay Sci.*
- Kordatos K., S. Gavela, A. Ntziouni, K. Pistiolas, A. Kyritsi, V. Kasselouri-Rigopoulou. (2008). "Synthesis of highly siliceous ZSM-5 zeolite using silica from rice husk ash". **Micropor. Mesopor. Mater.** 115. 189–196.
- Lapides, I., Kallai, H.L. (2007). "Reactions of Metakaolinite with NaOH and Colloidal Silica-Comparison of Different Samples Part 2". **Applied Clay Science** 35, 94-98.
- McCusker, L.B., & Baerlocher, C. (2005). Zeolites and Ordered Mesoporous Materials: Progress and Prospects || Zeolite Structure . *Studies in Surface Science and Catalysis, 157*, 41-64.
- Mignoni, L.M., Petkowicz, I. D., Machado, F.R.C.N., Pergher, B.C.S., (2008). "Synthesis of Mordenite Using Kaolin as Si and Al Source" *Applied Clay Science* 41, 99-104.
- Mohamed, M.R., Aly, M.H., El-Shabat, F.M., Ibrahim, A.I. 2005a. "Effect of Silica Source on The Crystallinity of Nanosized ZSM-5 Zeolite". **Microporous and Mesoporous Materials** 79, 7-12.
- Mohamed, M.R., Fouad, O.A., Ismail, A.A., Ibrahim, A.I. 2005b. "Influence of Crystallinity Times on The Synthesis of Nanosized ZSM-5". **Materials Letters** 59, 3441-3444.

Murray, H. H. (1999). Traditional and New Applications for Kaolin, Smectit, and Plygorskite: A General Overview. *Appl. Clay Sci.*

Murray, H.H., (2000). "Traditional and New application for Kaolin, smectite, and Palygorskite: a general Overview". *Allpied Clay Science*, 17, 207-221.

Murray, H.H., (2007). "Applied Clay Mineralogy Occurrences, Processing and Application of Kaolins, Bentonites, Palygorskite-Sepiolite, and Common Clays". Elsevier's Science & Technology Right Department in Oxford, UK.

Pan H., Q. Pan, Y. Zhao, Y. Luo, X. Shu, M. He, Ind. (2010). "A green and efficient synthesis of ZSM-5 using NaY as seed with mother liquid recycling and in the absence of organic template". *Eng.Chem. Res.* 49. 7294–7302.

Panda, A. K., Mishra, B.G., Mishra, D. K., Singh, R. K., (2010). "Effect of Sulphuric Acid Treatment on the Physico-chemical Characteristics of Kaolin Clay". *Colloids and Surface A. Physicochem, Eng. Aspect*, 363, 98-104.

Petushkov, A., Yoon, S., Larsen, C.S. 2011. "Synthesis of Hierarchical Nanocrystalline ZSM-5 with Controlled Particle Size and Mesoporosity". **Microporous and Mesoporous Materials** 137, 92-100.

Prasad, M.S., Reid, K.J., Murray, H.H., (1991). "Kaolin: processing, properties and applications". *Applied Clay Science* 6, 87-119.

Prasetyoko, D., Zainab R., Salasiah E., Halimaton H., Bogdan S., (2006). "Conversion of Rice Husk Ash to Zeolit Beta". *Waste Management*, Vol. 26, hal. 1173 – 1179.

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

Ramli, Z., Bahruji, H. (2003). "Synthesis of ZSM-5 Type Zeolite Using Crystalline Silica of Rice Husk Ash". **Malaysian Journal of Chemistry** 5, 48-55.

- Reding, G., Mäurer, T., Kraushaar-Czarnetzki, B. (2003). "Comparing Synthesis Routes to Nano-Crystalline Zeolite ZSM-5". **Microporous and Mesoporous Materials** 57, 83-92.
- Ren N., J. Bronic, B. Subotic, X.C. Lv, Z.J. Yang, Y. Tang. (2010). "Controllable and SDA-free synthesis of sub-micrometer sized zeolite ZSM-5. Part 1: Influence of alkalinity on the structural, particulate and chemical properties of the products". **Micropor. Mesopor. Mater.** 139. 197–206.
- Ren N., J. Bronic', T.A. Jelic', A. Palc'ic', B. Subotic'. (2012). "Seed-Induced, Structure Directing Agent-Free Crystallization of Sub-Micrometer Zeolite ZSM-5: A Population Balance Analysis". *Cryst. Growth Des.* 12. 1736–1745.
- Schweitzer, P.A. (1979). *Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers*. McGraw-Hill Book Company. New York.
- Shukla, D. B., Pandya, V. P., (1989). "Estimation of Crystalline Phase in ZSM-5 Zeolites by Infrared spectroscopy". *Journal Chemical Technology Biotechnol*, 44, 147-154.
- Tan, K.H. (1991). *Dasar-dasar Kimia Tanah*. Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Tosheva L., V.P. Valtchev. (2005). "Nanozeolites: Synthesis, Crystallization Mechanism, and Applications". *Chem. Mater.* 17. 2494–2513.
- Treacy, M., & Higgins, J. (2007). *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolite* (5th ed.). Amsterdam: Elsevier.
- Vempati, R.K., Borade, Hedge., R.S., Komarneni, S. (2006). "Template Free ZSM-5 from Siliceous Rice Husk Ash with Varying C Contents". **Microporous and Mesoporous Materials** 93,134-140.
- Vesely D., KalendovaA., Manso, M.V., (2012). "Properties of Calcined Kaolins in Anticorrosion Paints Depending on

PVC, Chemical Composition and Shape of Particles”.  
*Progress in Organic Coating*, Vol. 74, 82– 91.

Wang, P., Shen, B., Shen, D., Peng, T., Gao, J. (2007). “Synthesis of ZSM-5 Zeolite from Expanded Perlite/Kaolin and its Catalytic Performance for FCC Naphtha Aromatization”. **Catalysis Communications** 8, 1452-1456.

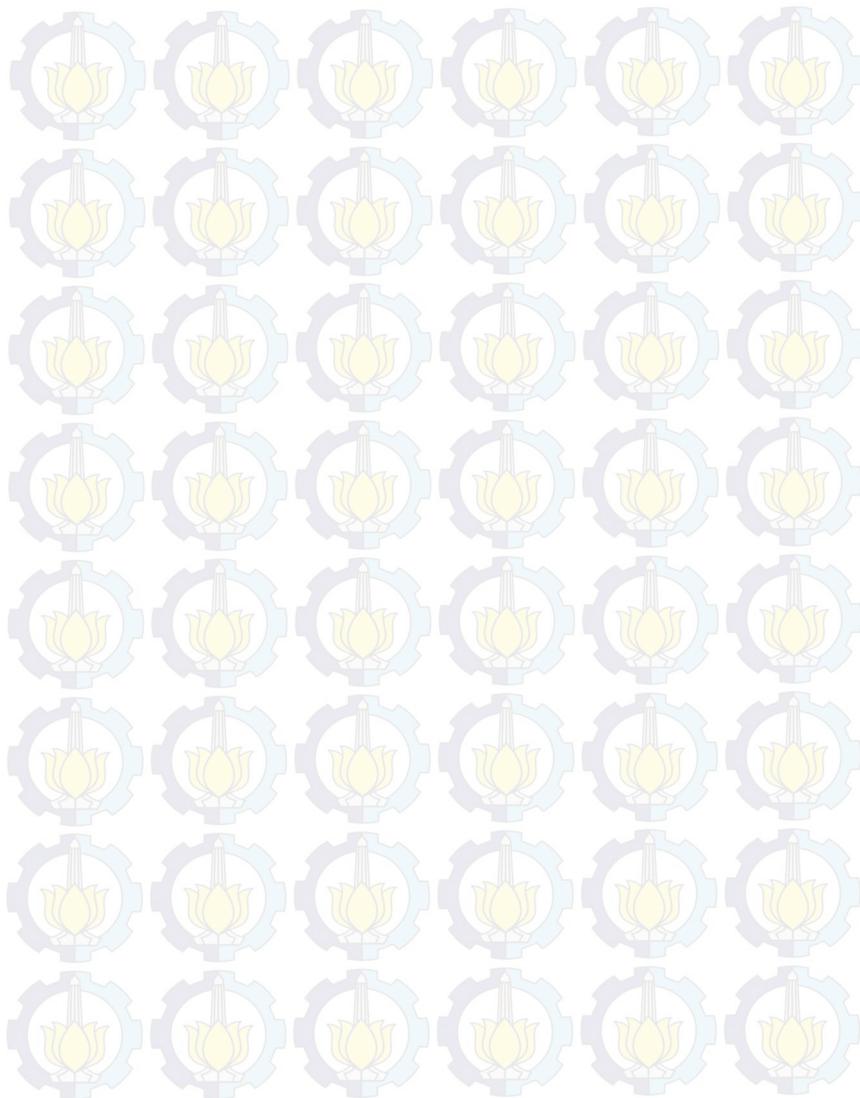
Wang, T., X. Lu, Y. Yan. (2010). “*Synthesis, characterization and crystallization mechanism of SAPOs from natural kaolinite*”. *Micropor. Mesopor. Mater.* 136. 138–147.

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

West, A.R. 1984. *Solid State Chemistry and its Applications*. John Wiley and Sons. Chicester.

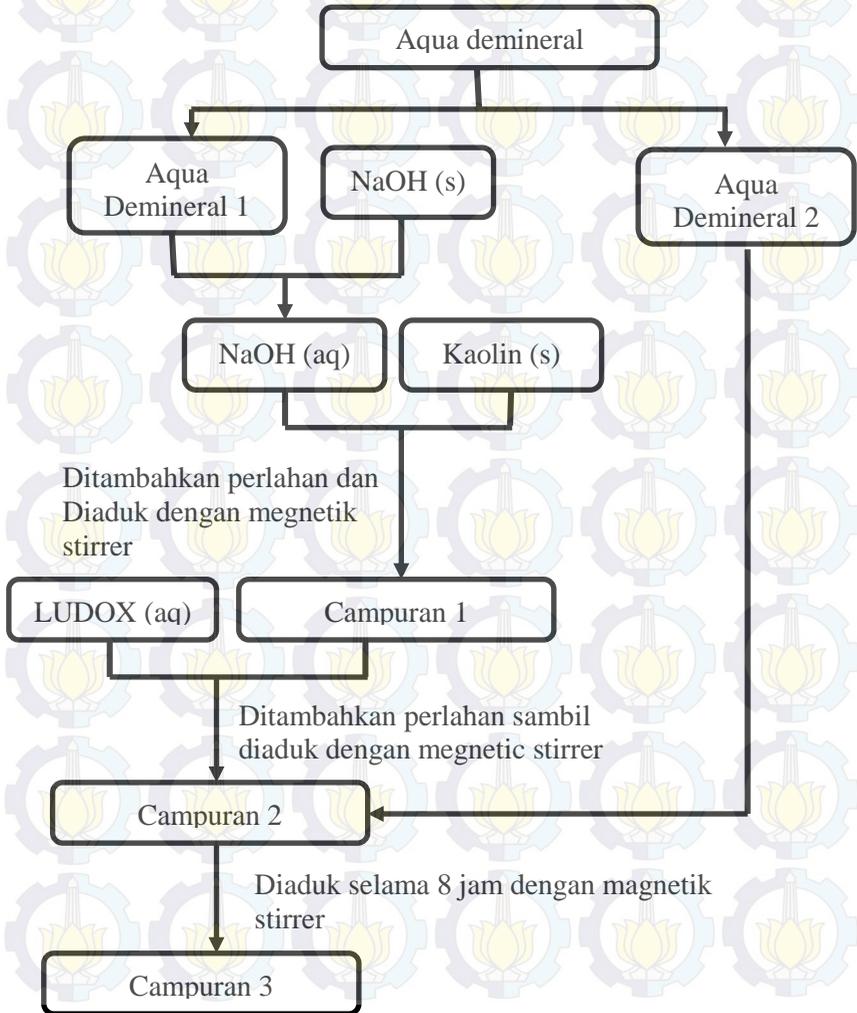
Zhdanov, S., & Samulevich, N. (1980). International Conference Zeolite. London: L.V.C. Rees.

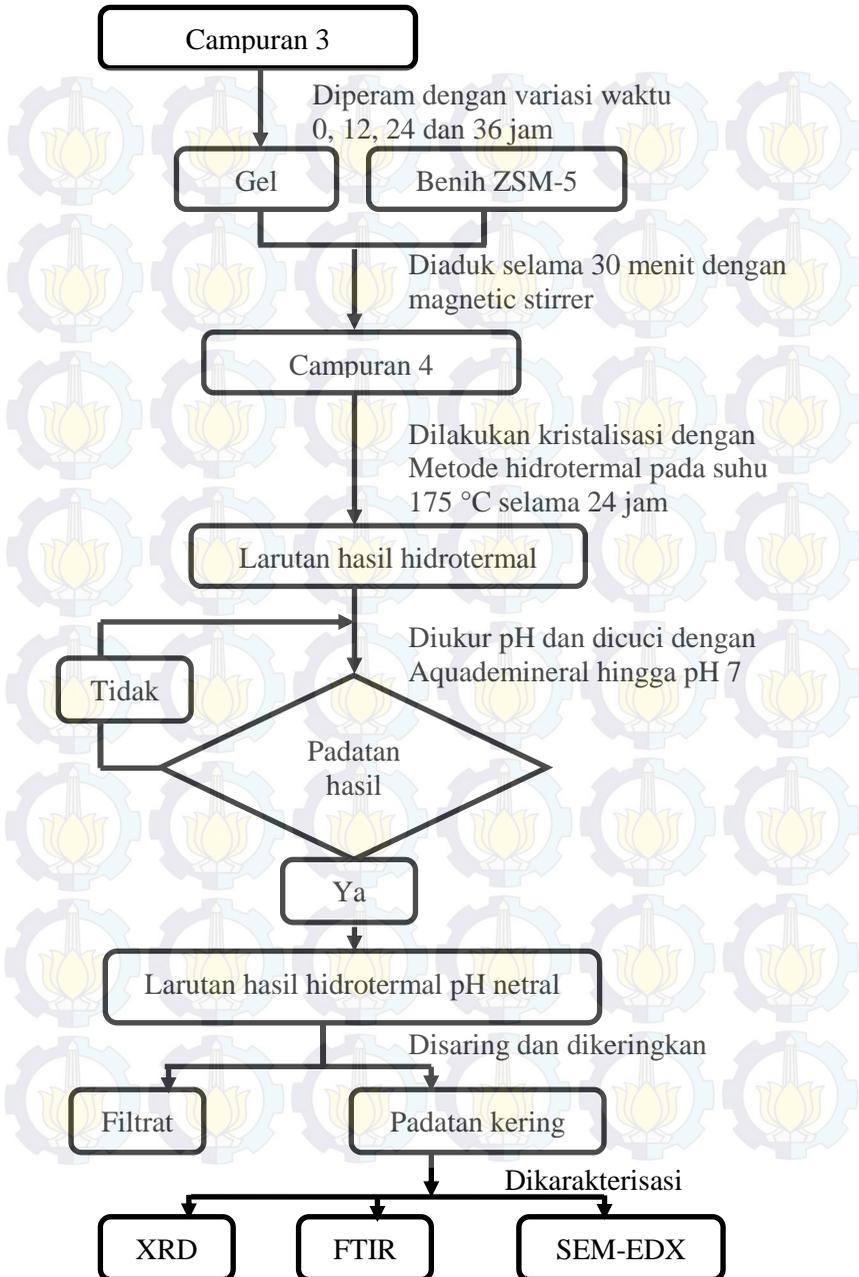
***“Halaman ini sengaja dikosongkan”***



## LAMPIRAN

### Lampiran 1: Skema Kerja





## Lampiran 2: Perhitungan Komposisi Molar

- Bahan yang digunakan dalam penelitian kali ini adalah :

- NaOH
- Aquademineral
- Kaolin Bangka
- Silikka sol (LUDOX)

- Komposisi masing-masing bahan

- Kaolin Bangka
  - $\text{Al}_2\text{O}_3$  = 22%
  - $\text{SiO}_2$  = 57%
  - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  = 0,05% (tidak diperhitungkan)
- Silika sol (LUDOX)
  - $\text{SiO}_2$  = 30%
  - $\text{H}_2\text{O}$  = 70%

- Perbandingan komposisi molar dari ZSM-5



- komposisi molar dibagi 1000. Sehingga diperoleh:



- Massa yang dibutuhkan sebesar

- $0,01 \text{ Na}_2\text{O}$  ( $\text{Na}_2\text{O}$  diperoleh dari NaOH)
  - Massa NaOH =  $2 \text{ mol Na}_2\text{O} \times \text{Mr Na}_2\text{O}$
  - =  $2 \times 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$
  - = 0,8 g
- Massa  $0,12 \text{ SiO}_2$  =  $0,12 \text{ mol} \times 60,0838 \text{ g/mol}$ 
  - = 7,210056 g
- Massa  $0,002 \text{ Al}_2\text{O}_3$  =  $0,002 \text{ mol} \times 101,93 \text{ g/mol}$ 
  - = 0,20386 g
- Massa  $1,8 \text{ H}_2\text{O}$  =  $1,8 \text{ mol} \times 18 \text{ g/mol}$ 
  - = 32,4 g

- **0,01 Na<sub>2</sub>O**

0,01 Na<sub>2</sub>O (Na<sub>2</sub>O diperoleh dari NaOH)

$$\begin{aligned} \text{Massa NaOH} &= 2 \times \text{mol Na}_2\text{O} \times \text{Mr Na}_2\text{O} \\ &= 2 \times 0,01 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol} \\ &= \mathbf{0,8 \text{ g}} \end{aligned}$$

- **0,002 mol Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

Dengan komposisi kaolin Bangka SiO<sub>2</sub> 47% dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 22%, sehingga membutuhkan kaolin sebanyak:

$$\text{Massa kaolin} = \frac{100}{22} \times 0,20386 = \mathbf{0,92663636 \text{ g}}$$

Dari kaolin seberat 0,92663636 g, akan mengandung SiO<sub>2</sub> sebanyak 47% x 0,92663636 g = 0,43551909 g.

Sehingga SiO<sub>2</sub> yang dibutuhkan sebesar :

$$7,210056 \text{ g} - 0,43551909 \text{ g} = 6,7745369 \text{ g} \text{ yang diperoleh dari LUDOX}$$

- **0,12 mol SiO<sub>2</sub>**

Massa LUDOX (30% SiO<sub>2</sub> dan 70% H<sub>2</sub>O)

$$\text{Massa SiO}_2 = \frac{100}{30} \times 6,7745369 \text{ g} = \mathbf{22,5817897 \text{ g}}$$

- **1,8 mol H<sub>2</sub>O**

$$\begin{aligned} \text{Massa H}_2\text{O LUDOX} &= 70\% \times 22,5817897 \text{ g} \\ &= 15,8072528 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Jadi massa air sisa yang dibutuhkan} &= 32,4 - 15,8072528 \text{ g} \\ &= \mathbf{16,592747 \text{ g}} \end{aligned}$$

- **Benih ZSM-5**

Massa benih silikalit dengan variasi 1 % adalah

$$\begin{aligned} 1\% \times (0,926636 + 0,8 + 6,7745369) \\ = \mathbf{0,085012 \text{ g}} \end{aligned}$$

### Lampiran 3: Perhitungan Kristalinitas

$$\% \text{ Kristalinitas} = \frac{\text{Tinggi puncak sampel}}{\text{Tinggi puncak referensi}} \times 100\%$$

Sampel	Tinggi Puncak (intensitas)
ZSM-5 Komersil	1813
<i>Aging</i> 0 jam	904
<i>Aging</i> 12 jam	971
<i>Aging</i> 24 jam	1262
<i>Aging</i> 36 jam	1088

- **Kristalinitas sampel dengan *aging* 0 jam**

$$\begin{aligned} \% \text{ Kristalinitas} &= \frac{904}{1813} \times 100\% \\ &= 49,86\% \end{aligned}$$

- **Kristalinitas sampel dengan *aging* 12 jam**

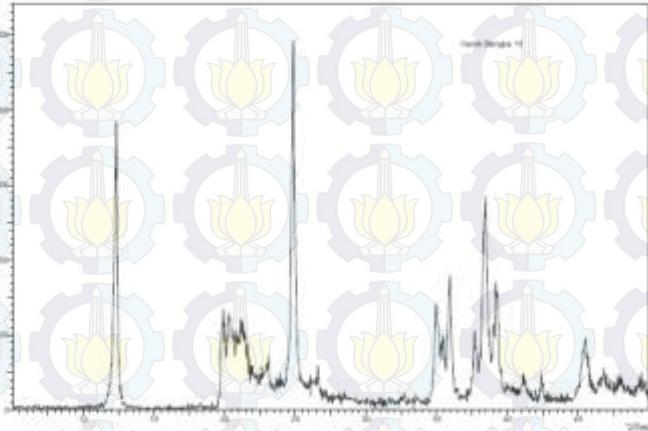
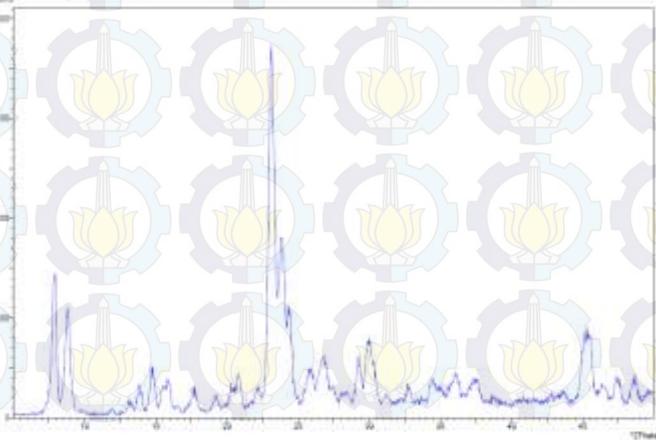
$$\begin{aligned} \% \text{ Kristalinitas} &= \frac{971}{1813} \times 100\% \\ &= 53,55\% \end{aligned}$$

- **Kristalinitas sampel dengan *aging* 24 jam**

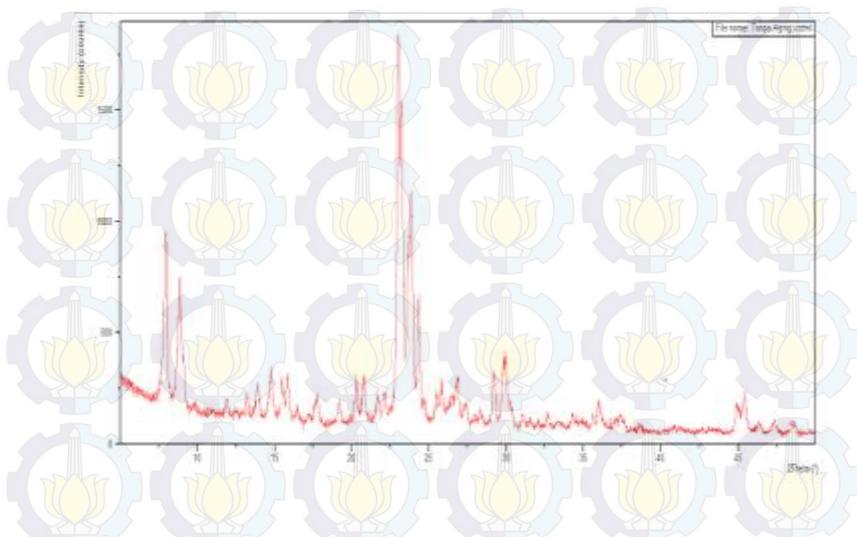
$$\begin{aligned} \% \text{ Kristalinitas} &= \frac{1262}{1813} \times 100\% \\ &= 69,60\% \end{aligned}$$

- **Kristalinitas sampel dengan *aging* 36 jam**

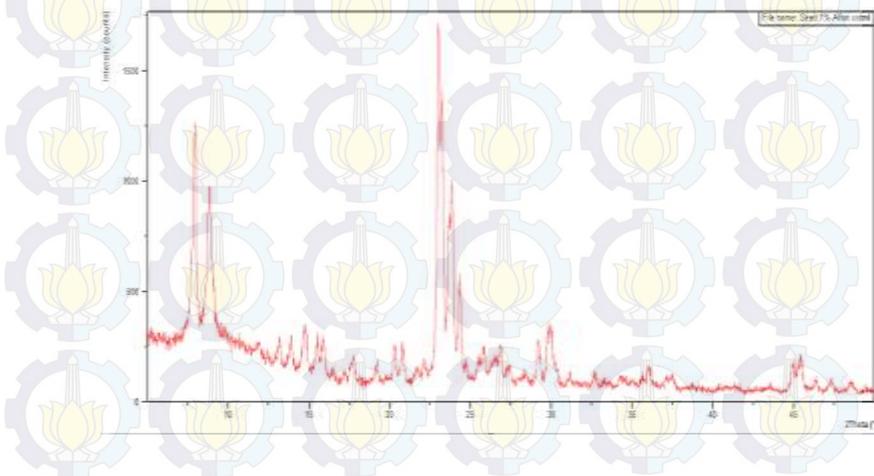
$$\begin{aligned} \% \text{ Kristalinitas} &= \frac{1088}{1813} \times 100\% \\ &= 60,01\% \end{aligned}$$

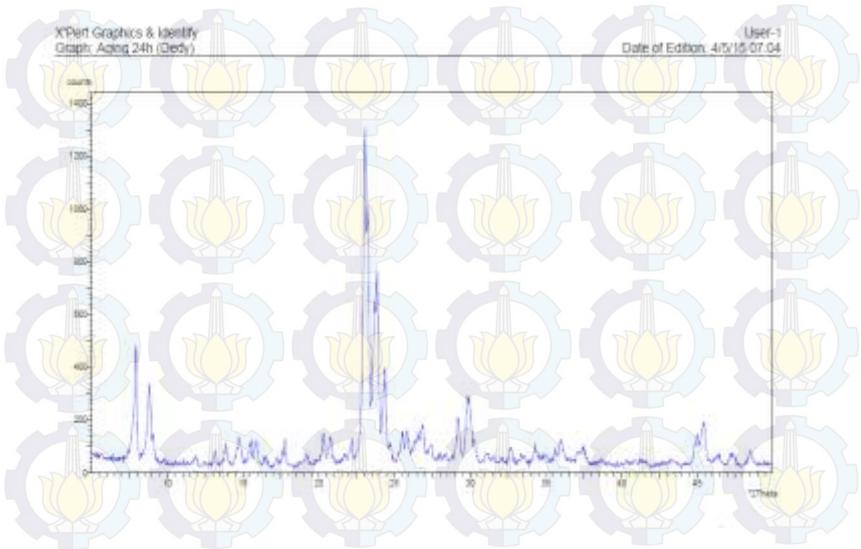
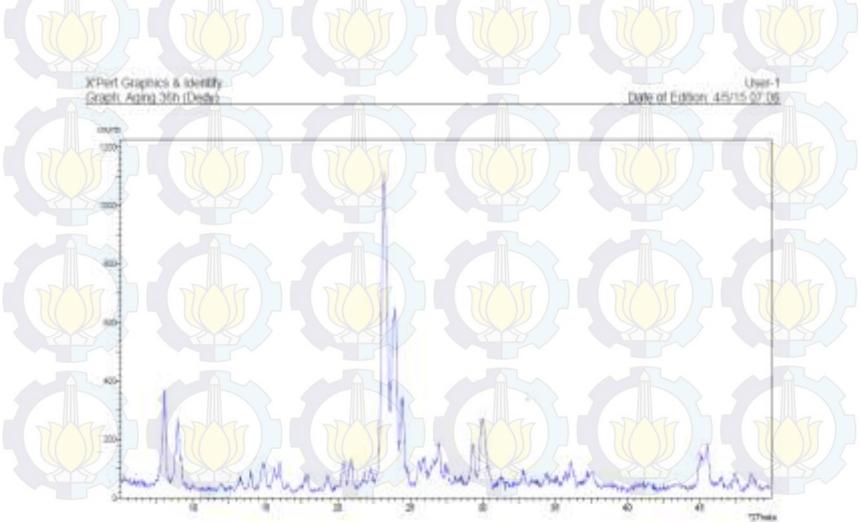
**Lampiran 4: Data Karakterisasi****a. Data XRD****1. Kaolin Bangka****2. ZSM-5 Komersil**

### 3. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0 jam



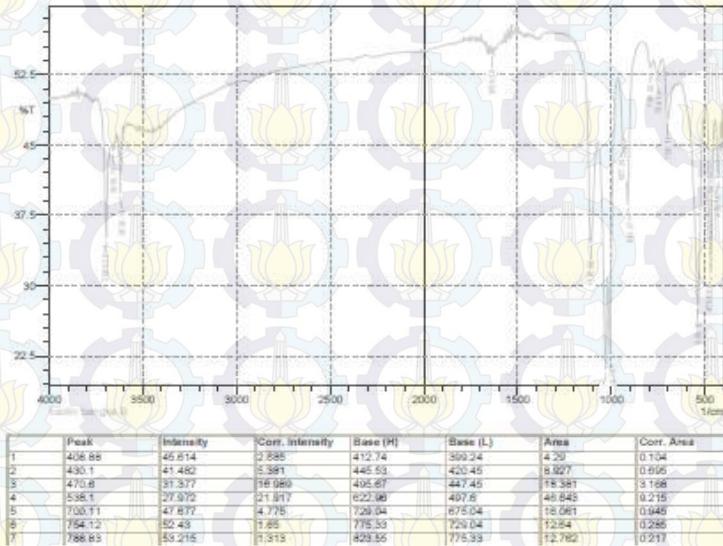
### 4. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 12 jam



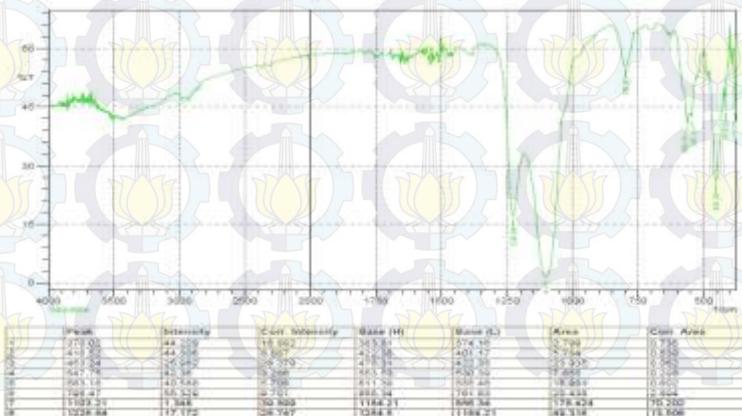
5. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 24 jam6. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 36 jam

## b. Data IR

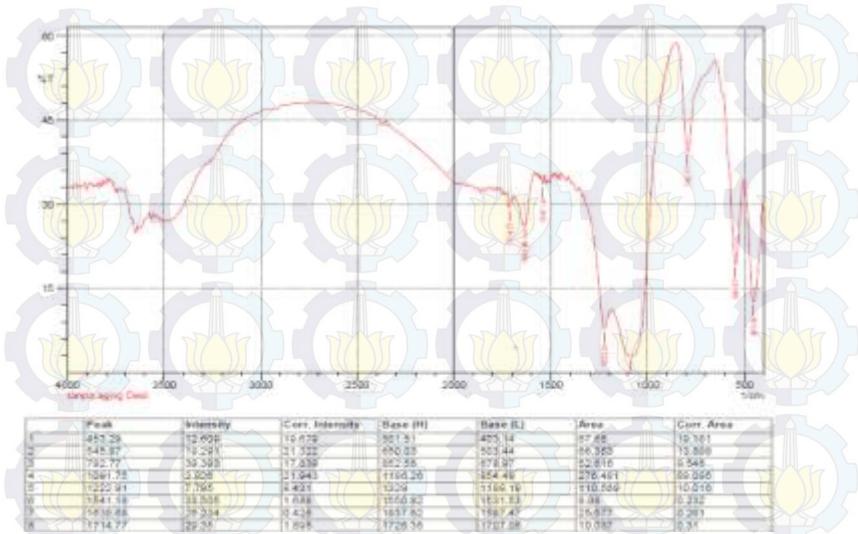
### 1. Kaolin Bangka



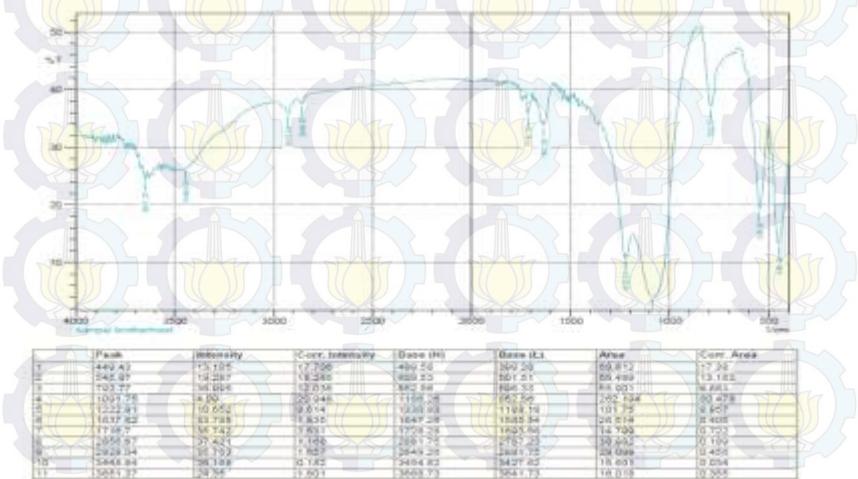
### 2. Benih ZSM-5

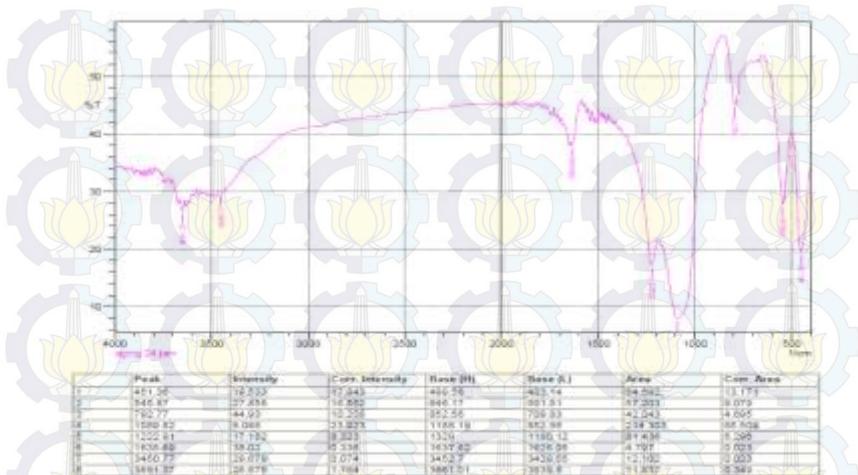
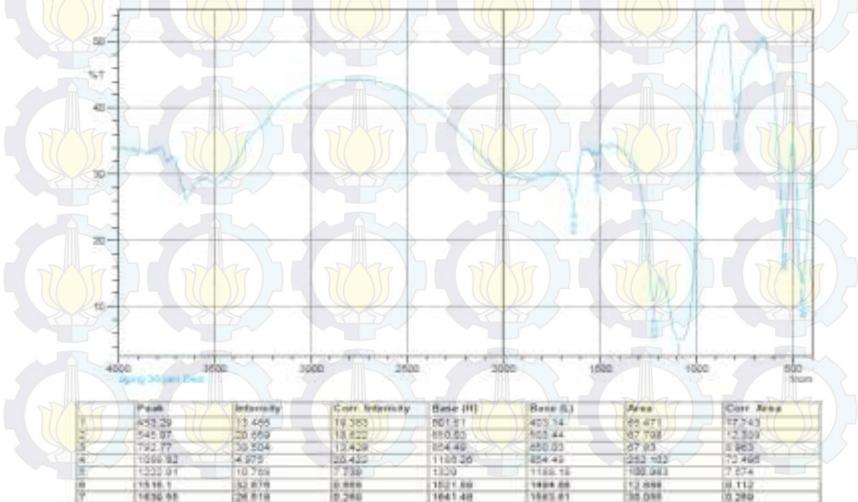


3. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0 jam



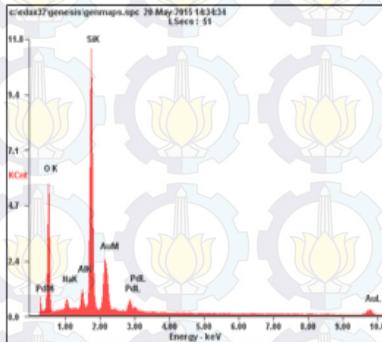
4. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 12 jam



5. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 24 jam6. Sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 36 jam

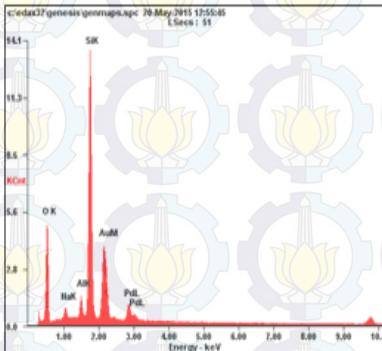
### c. Data SEM-EDX

1. Hasil EDX sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 0 jam



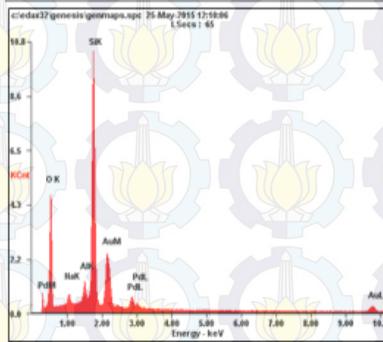
Element	Wt%	At%
OK	39.52	66.07
NaK	02.03	02.36
AlK	02.30	02.28
SiK	25.79	24.57
PdL	05.21	01.31
AuL	25.15	03.42
Matrix	Correction	ZAF

2. Hasil EDX sampel ZSM-5 dengan waktu *aging* 12 jam

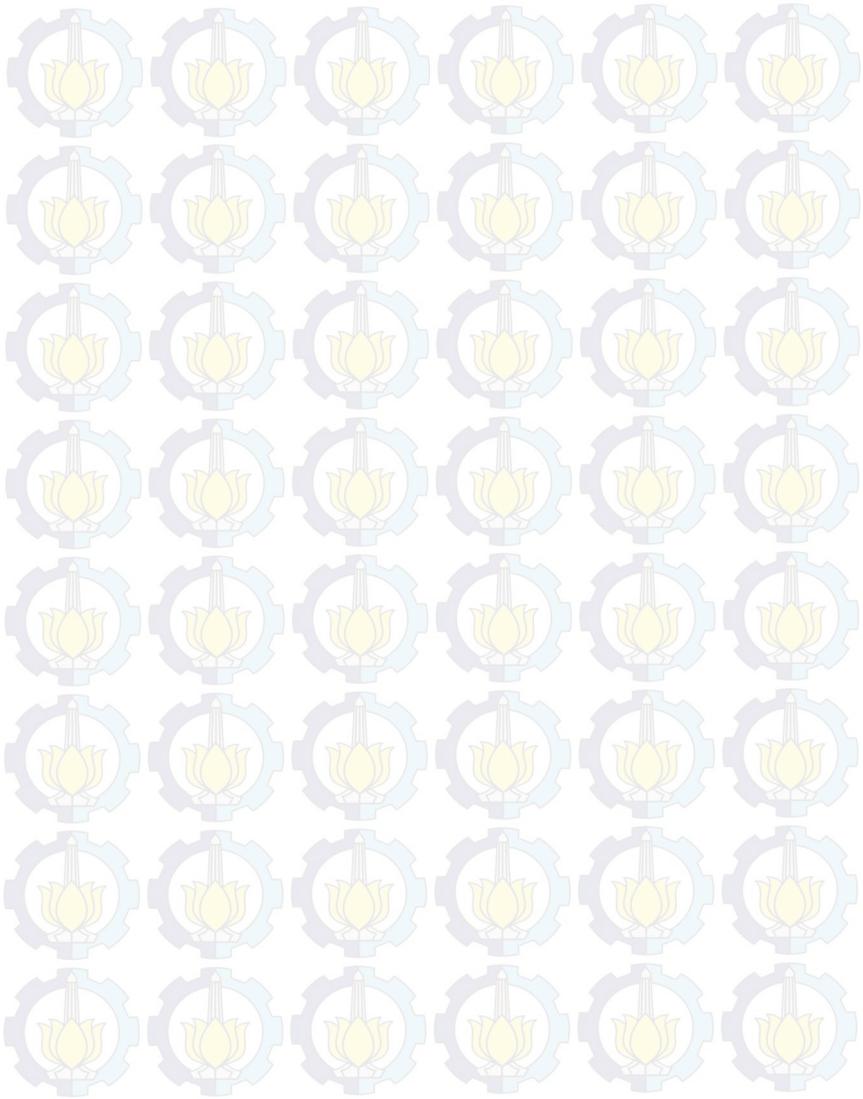


Element	Wt%	At%
OK	31.73	60.50
NaK	01.92	02.55
AlK	02.17	02.46
SiK	25.44	27.63
AuM	32.23	04.99
PdL	06.52	01.87
Matrix	Correction	ZAF

### 3. Hasil EDX sampel ZSM-5 dngan waktu *aging* 24 jam



<i>Element</i>	<i>Wt%</i>	<i>At%</i>
<i>OK</i>	36.77	63.58
<i>NaK</i>	02.22	02.67
<i>AlK</i>	02.98	03.06
<i>SiK</i>	25.92	25.53
<i>PdL</i>	05.41	01.41
<i>AuL</i>	26.69	03.75
<i>Matrix</i>	Correction	ZAF



## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Dedi Febriawan dan biasa dipanggil Dedi. Penulis dilahirkan di Gresik, 8 Februari 1993, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu TK Islam Bhakti III Gresik (1998-1999), SD Negeri Kebomas Gresik (1999-2005), SMP Yayasan Islam Malik Ibrahim Gresik (2005-2008), dan SMA Negeri 1 Kebomas (2008-2011).

Setelah lulus dari SMA Negeri 1 Kebomas, penulis mengikuti SNMPTN jalur undangan dan diterima di jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya pada tahun 2011 serta terdaftar dengan NRP. 1411100024. Di jurusan Kimia ini, penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi di bawah bimbingan Drs. Djoko Hartanto, M.Si. Selama kuliah, pernah aktif sebagai anggota Unit Kegiatan Mahasiswa Futsal ITS, mengikuti beberapa pelatihan, menjadi panitia di beberapa acara dalam lingkup Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA), serta menjadi staff HIMKA departemen Kesejahteraan Mahasiswa (KESMA) dan staff divisi Baitul Maal di Chemistry Islamic Study (CIS). Penulis pernah melakukan kerja praktek di PT Eterindo Nusa Graha selama satu bulan. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi pembaca dan memberikan inspirasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang Kimia. Penulis dapat dihubungi melalui *email* [dedi.prop@gmail.com](mailto:dedi.prop@gmail.com)