



SKRIPSI

**PENGARUH RASIO MOL $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ PADA
SINTESIS ZEOLIT Y SECARA LANGSUNG
DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG**

YURIKE IKA CAHYO
NRP 1412 100 060

Pembimbing
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

JURUSAN KIMIA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016



SCRIPT

EFFECT OF $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ RATIO ON DIRECT SYNTHESIS OF ZEOLITE Y FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG

YURIKE IKA CAHYO
NRP 1412 100 060

Supervisor
Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH RASIO MOL $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ PADA SINTESIS ZEOLIT Y SECARA LANGSUNG DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG

SKRIPSI

Disusun Oleh :

YURIKE IKA CAHYO
NRP. 1412 100 060

Surabaya, 25 Juli 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing



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



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



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

PENGARUH RASIO MOL $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ PADA SINTESIS ZEOLIT Y SECARA LANGSUNG DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG

Nama : Yurike Ika Cahyo
NRP : 1412100060
Jurusan : Kimia FMIPA-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstrak

Sintesis zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung sebagai sumber silika dan alumina telah dipelajari. Zeolit Y disintesis menggunakan metode hidrotermal untuk mengetahui pengaruh rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) = 4, 5, 6, dan 7. Pada penelitian ini, zeolit Y disintesis dengan komposisi rasio mol pada *seed gel* $10,67\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dan komposisi rasio mol pada *feedstock gel* $4,3\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ menggunakan metode hidrotermal pada suhu 105°C . Hasil padatan dikarakterisasi menggunakan teknik difraksi sinar-X (XRD) dan spektroskopi inframerah (FTIR) yang menunjukkan bahwa zeolit Y mulai terbentuk pada sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dan waktu hidrotermal 12 jam. Berdasarkan hasil XRD yang diperoleh, sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dan 5 menghasilkan intensitas partikel fasa zeolit Y yang tinggi dan intensitas partikel fasa gismondin yang rendah.

Kata Kunci: kaolin Bangka Belitung, sintesis zeolit Y, metode hidrotermal.

EFFECT OF $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ RATIO ON DIRECT SYNTHESIS OF ZEOLITE Y FROM KAOLIN BANGKA BELITUNG

Name : Yurike Ika Cahyo
NRP : 1412100060
Department : Kimia FMIPA-ITS
Supervisor : Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.

Abstract

Synthesis of zeolite Y from kaolin Bangka Belitung as a source of silica and alumina has been studied. Zeolite Y has been carried out by hydrothermal method to determine the effect of variation molar composition of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) = 4, 5, 6, and 7 on the synthesis of zeolite Y. In this research, zeolite Y synthesized with ratio mol composition on seed gel $10,67\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ and on feedstock gel $4,3\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ using hydrothermal method in 105°C temperature. The solid results were analyzed using X-ray diffraction (XRD) and infrared spectroscopy (FTIR) showed that zeolite Y began to form on the sample at the molar composition of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4$ and the time 12 hours of hydrothermal. Based on the intensity obtained, the sample with the ratio mol composition of $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 and 5 produced high particle intensity of zeolite Y phase and low particle intensity of gismondine phase.

Keywords: Kaolin Bangka Belitung, zeolite Y synthesis, hydrothermal method.

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	iv
ABSTRAK	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	5
1.3 Batasan Penelitian.....	5
1.4 Tujuan Penelitian.....	6
1.5 Manfaat Penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
2.1 Kaolin.....	7
2.2 Zeolit.....	10
2.2.1 Pengertian Zeolit.....	10
2.2.2 Struktur Zeolit.....	12
2.2.3 Sintesis Zeolit.....	19
2.3 Zeolit Y.....	20
2.3.1 Pengertian Zeolit Y.....	20
2.3.2 Sintesis Zeolit Y.....	21
2.4 Rasio Mol.....	25
2.5 Metode Hidrotermal.....	26
2.6 Karakterisasi.....	29
2.6.1 <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	29
2.6.2 <i>Spektroskopi Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	30

2.6.3 <i>Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM – EDX).....	34
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	37
3.1 Alat dan Bahan.....	37
3.1.1 Alat.....	37
3.1.2 Bahan.....	37
3.2 Prosedur Kerja.....	37
3.3 Karakterisasi Padatan.....	40
3.3.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	40
3.3.2 <i>Spektroskopi Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	41
3.3.3 <i>Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM – EDX).....	41
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	43
4.1 Karakterisasi Kaolin Bangka Belitung	43
4.2 Zeolit Y Variasi Rasio Mol SiO ₂ /Al ₂ O ₃	46
4.2.1 Sintesis Zeolit Y Variasi Rasio Mol SiO ₂ /Al ₂ O ₃	46
4.2.2 Karakterisasi Zeolit Y Variasi Rasio Mol SiO ₂ /Al ₂ O ₃	49
4.2.2.1 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	49
4.2.2.2 <i>Spektroskopi Fourier Transform Infrared</i> (FTIR).....	55
4.2.2.3 <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray</i> (SEM-EDX).....	58
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	63
5.1 Kesimpulan.....	63
5.2 Saran.....	63
DAFTAR PUSTAKA	65
LAMPIRAN	81
BIODATA PENULIS	109

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Unit Pembangun Cage pada Kerangka Zeolit.....	18
Tabel 2.2	Penelitian Sebelumnya tentang Sintesis Zeolit Y Berdasarkan Variasi Rasio Mol.....	23
Tabel 2.3	Nilai Serapan Frekuensi IR dari Beberapa Gugus Fungsi.....	33
Tabel 3.1	Komposisi Mol Reaktan Pada <i>Seed Gel</i>	38
Tabel 3.2	Komposisi Prekursor Pada <i>Seed Gel</i> 1/100 Resep Awal.....	38
Tabel 3.3	Komposisi Mol Reaktan Pada <i>Feedstock Gel</i> 1/400 Resep Awal.....	39
Tabel 3.4	Komposisi Prekursor Pada <i>Feedstock Gel</i> 1/100 dari Resep Awal.....	40
Tabel 4.1	Data Persentase Kandungan Kaolin Bangka Belitung.....	44
Tabel 4.2	Fasa Kristalin pada Waktu Hidrotermal 12 jam dan Variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang Berbeda.....	50
Tabel 4.3	Perbandingan Hasil Puncak Spesifik pada Difraktogram Sampel dengan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, 6, 7.....	53
Tabel 4.4	Perbandingan Hasil Nilai Intensitas pada Difraktogram Sampel dengan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, 6, 7.....	54
Tabel 4.5	Bilangan Gelombng (cm^{-1}) Karakteristik Fasa Kristalin Pada Sampel dengan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	55
Tabel 4.6	Perhitungan komposisi rasio aluminosilikat dan komposisi penyusun lain dalam kristal.....	61

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Serbuk Kaolin.....	7
Gambar 2.2	Struktur Kaolin.....	9
Gambar 2.3	Kerangka Zeolit yang Tersusun dari Unit-Unit Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang Saling Dihubungkan dengan Atom Oksigen.....	11
Gambar 2.4	Tahap Pembentukan Kerangka Zeolit dari Berbagai Bentuk Unit Bangun Sekunder.....	13
Gambar 2.5	Unit Pembangun Zeolit.....	13
Gambar 2.6	PBU (a) TO_4 Tetrahedron (b) TO_4 Tetrahedral yang Berhubungan (Oksigen yang Berada Diantara Dua Tetrahedral).....	14
Gambar 2.7	<i>Secondary Building Unit (SBU)</i>	15
Gambar 2.8	Beberapa <i>Cage Building Units</i>	17
Gambar 2.9	Struktur Zeolit Y dengan Pembukaan Cincin-12...	21
Gambar 2.10	Skema Pembentukan Inti Zeolit Y.....	22
Gambar 2.11	Diagram Skema Kerja XRD.....	29
Gambar 2.12	Difaktogram (a) Zeolit Y Hasil Sintesis dan (b) Standar JCPDS No. 39-1380.....	30
Gambar 2.13	Skema Alat Spektroskopi FTIR.....	31
Gambar 2.14	Spektrum Inframerah Zeolit Y Standar.....	33
Gambar 2.15	Mekanisme SEM.....	34
Gambar 2.16	Hasil SEM Zeolit Y Standar.....	35
Gambar 4.1	Pola Difraktogram Sinar-X Kaolin Bangka Belitung.....	44
Gambar 4.2	Spektrum Inframerah Kaolin Bangka Belitung.....	45
Gambar 4.3	a) <i>Seed Gel</i> , b) <i>Feedstock Gel</i> , c) <i>Overall Gel</i> Setelah <i>Aging</i> 24 jam.....	47
Gambar 4.4	(a) Pengadukan dengan Magnetic Stirrer, (b) Pendinginan dengan Cara Perendaman, c) Pencucian Produk Setelah Perlakuan Hidrotermal.....	49

Gambar 4.5	Pola Difraktogram Sinar-X Sampel Kaolin, Zeolit Y, Sampel Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dan Zeoli P.....	51
Gambar 4.6	Hubungan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Intensitas Pembentukan Fasa Faujasit dan Fasa Gismondin.....	54
Gambar 4.7	Spektra Inframerah Pada Sampel (a) Kaolin, (b) Zeolit Y, (c) Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, (d) 5, (e) 6, (f) 7.....	56
Gambar 4.8	Sampel Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4.....	58
Gambar 4.9	Sampel Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5.....	59
Gambar 4.10	Sampel Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6.....	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A.	Skema Kerja Sintesis Zeolit Y	81
Lampiran B.	Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit Y.....	83
Lampiran C.	Data Karakterisasi	89

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan aluminosilikat terhidrat dari logam alkali atau alkali tanah yang saling terhubung dengan adanya atom-atom oksigen sehingga membentuk kerangka tiga dimensi terbuka yang mengandung rongga-rongga berisi ion logam (Gougazeh dan Buhl, 2013). Ion logam ini biasanya adalah ion logam alkali atau alkali tanah dan molekul air yang dapat bergerak bebas (Chetam, 1992). Menurut Davis dan Lobo (1992), zeolit merupakan salah satu kelompok mineral terbesar di dunia yang terdiri dari 45 jenis aluminosilikat mikropori kristalin yang terbentuk di alam. Kerangka zeolit ini akan membentuk struktur terbuka yang berbeda dan mengandung kation yang terletak pada posisi spesifik pada kerangka zeolit. Kation tersebut berfungsi menyumbangkan muatan positif yang akan menggantikan muatan negatif dari kisi-kisi (Breck, 1974; Bekkum dkk., 1991). Pada sebagian besar zeolit, pengganti kation biasanya merupakan ion logam mono dan bivalen atau gabungan keduanya (Engelhardt dan Michel, 1987; Takaishi dan Kato, 1995; Earl dan Deem, 2006). Menurut Loewenstein (1954), ikatan - ikatan antara 2 atom aluminium dan oksigen (Al-O-Al) tidak terdapat dalam kerangka aluminosilikat suatu zeolit. Akan tetapi, atom Si dan Al yang terikat tetrahedral disebut atom T (Takaishi dan Kato, 1995; Baerlocher dan McCusker, 2001). Secara partikular, zeolit merupakan aluminosilikat yang terbentuk dari tetrahedral TO_4 (T adalah Al atau Si) dimana atom oksigen dihubungkan dengan tetrahedral yang berdekatan (Mohamed dkk., 2012).

Dalam kehidupan sehari-hari, zeolit merupakan aluminosilikat mikropori yang sangat luas penggunaannya yaitu sebagai adsorben komersial pada proses ulang bahan bakar nuklir (Dyer dan Keir, 1984; Yeritsyan dkk., 2013), katalis dalam industri petrokimia (Corma, 1997; Dornath dan Fan, 2014; Silaghi dkk.,

2014), serta perantara pertukaran ion dalam proses pengolahan limbah dan pemurnian (Costa dkk., 1988; Xue dkk., 2014). Selain itu, zeolit juga dapat diaplikasi dalam berbagai bidang yang berhubungan dengan kontrol polusi, manajemen limbah radioaktif, pemurnian gas, pertanian, penyaring molekul dan penyerap debu (Lew dkk., 2010; Nagim dkk., 2011).

Saat ini, zeolit sintetik lebih banyak digunakan secara komersial dalam industri dan kehidupan sehari-hari dibandingkan zeolit alam karena tingkat kemurnian kristal dan keseragaman ukuran partikel dari zeolit sintetik tersebut (Breck, 1974; Szoztak, 1998). Oleh karena itu diperlukan pengkajian penelitian mengenai metode sintesis zeolit yang efektif dan efisien. Sintesis zeolit pertama kali dilakukan oleh peneliti St. Claire-Deville pada tahun 1862. Peneliti Barrer pada tahun 1978 juga berhasil mensintesis zeolit dari gel aluminosilikat dengan luasan berukuran besar (Gougazeh dan Buhl, 2013). Salah satu jenis zeolit sintetik yang diketahui adalah zeolit Y yaitu salah satu jenis zeolit dengan struktur pori tiga dimensi dan padatan yang bersifat asam, sehingga dapat dimanfaatkan sebagai katalis, penukar ion, adsorben dan lain-lain. Metode sintesis zeolit Y yang telah diteliti antara lain sintesis uap, sintesis mikrowave, dan sintesis hidrotermal. Akan tetapi, metode hidrotermal merupakan metode sintesis yang paling menguntungkan dan banyak digunakan.

Pada sintesis hidrotermal, zeolit dapat tersintesis dalam medium alkali dengan sumber silika dan alumina yang berbeda, misalnya aluminium hidroksida dan natrium aluminosilikat. Akan tetapi penggunaan bahan kimia murni sebagai sumber alumina dan silika relatif mahal, sehingga menyebabkan biaya produksi yang tinggi apabila diaplikasikan dalam skala industri, dan ketersediaannya yang juga terbatas. Oleh karena itu, diperlukan alternatif bahan baku (*raw material*) lain yang murah dan tersedia melimpah di alam, khususnya di Indonesia. Penelitian tentang sintesis zeolit dari bahan alam sudah banyak dilakukan sebelumnya, misalnya penggunaan abu layang (Molina dan Poole, 2004; Tanaka dkk., 2008; Musyoka dkk., 2013; Belviso dkk., 2014;

Jha dan Singh, 2014), kaolin (Mackinnon dkk., 2010; Belviso dkk., 2013), atau metakaolin (Demortier dkk., 1999; Zhang dkk., 2007; Chandrasekhar & Pramada, 2008; Liu dkk., 2013), mineral-mineral tanah liat dan sekam padi. Beberapa bahan alam tersebut merupakan limbah yang banyak mengandung silika dan alumina sehingga dapat dijadikan bahan baku sintesis zeolit. (Saija dkk., 1983; Querol dkk., 1997; Tanaka dkk., 2004; Adamczyk & Bialecka, 2005; Walek dkk., 2008; Wang dkk., 2008).

Salah satunya sumberdaya alam Indonesia yang melimpah yaitu kaolin. Indonesia merupakan salah satu negara yang memiliki cadangan mineral tanah liat relatif besar, salah satunya adalah kaolin. Cadangan kaolin mencapai 1.068.377.264 ton (ESDM, 2012) dan penambangan terbesar berada di Kepulauan Bangka Belitung (Murray, 2007). Kaolin mengandung 10-95% mineral dan sebagian besar terdiri dari kaolinit (85-95%), aluminosilikat hidrat dengan komposisi $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ (Grim, 1968).

Kaolin adalah jenis mineral tanah liat yang tersusun oleh hidrat aluminosilikat atau mineral kaolinit. Kaolin telah digunakan untuk banyak aplikasi industri, seperti produksi semen, keramik, porselen, bahan kimia, kosmetik, obat-obatan, tekstil dan yang terbesar adalah untuk industri kertas (Rashad, 2013). Selain itu, kandungan SiO_2 dan Al_2O_3 dalam kaolin dapat digunakan sebagai bahan sintesis zeolit (Barrer, 1982). Berbagai jenis zeolit telah disintesis dengan bahan dasar kaolin melalui konversi kaolin menjadi fasa yang lebih reaktif (metakaolin) melalui kalsinasi pada 550-950 °C (Georgiev dkk., 2009; Atta dkk., 2012). Zeolit yang disintesis dari kaolin tidak hanya berupa zeolit rendah silika ($1 < \text{Si}/\text{Al} < 2$), tetapi juga zeolit dengan silika sedang ($2 < \text{Si}/\text{Al} < 5$) dan silika tinggi ($\text{Si}/\text{Al} > 5$), seperti NaX, NaY, ZSM-5, zeolit X dan Y (Breck, 1974; Feng dkk., 2009; Zhu dkk., 2009).

Berdasarkan penelitian sebelumnya dinyatakan bahwa kaolin dapat digunakan sebagai sumber Al dan Si untuk sintesis zeolit linde tipe A, X, Y, P, 4A, NaA, KI, sodalit dan beberapa tipe zeolit lainnya (Dudzik & Kowalak, 1974; Buhl, 1991; Rees & Chandrasekhar, 1993; Alberti dkk., 1994; Buhl & Loens, 1996;

Akolekar dkk., 1997; Gualtieri dkk., 1997; Bauer & Berger, 1998; Bauer dkk., 1998; Barnes dkk., 1999a; Barnes dkk., 1999b; Barnes dkk., 1999c; Sanhueza dkk., 1999; Vilma dkk., 1999; Buhl dkk., 2000a; Buhl dkk., 2000b; Lin dkk., 2004; Zhao dkk., 2004; Mon dkk., 2005; Covarrubias dkk., 2006; Marcelo dkk., 2007; Loiola dkk., 2012). Zeolit Y umumnya dipreparasi menggunakan metode hidrotermal dan teknik konvensional dengan proses kalsinasi kaolin (700–900 °C) untuk mereduksi pengaruh bahan kimia lain, dan untuk transformasi menjadi material amorf (metakaolin) (Costa dkk., 1988). Hasil metakaolin ini kemudian digunakan untuk mensintesis zeolit dengan reaksi hidrotermal dalam media alkali (Breck, 1984). Kalsinasi (yang biasa disebut aktivasi termal) tidak hanya menambah biaya finansial yang signifikan untuk proses sintesis zeolit Y dari kaolin, tetapi juga menimbulkan dampak negatif pada lingkungan seperti memerlukan konsumsi bahan bakar fosil dalam jumlah besar, sehingga menyebabkan gas rumah kaca dalam jumlah besar juga (Melo dkk., 2012; Rios dkk., 2009). Oleh karena itu, penting dilakukan penelitian sintesis zeolit Y tanpa proses kalsinasi.

Salah satu faktor penting yang mempengaruhi sintesis zeolit Y dari kaolin tanpa kalsinasi dan perlu diteliti adalah rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Umumnya, zeolit Y dipreparasi dengan menggunakan material yang kaya akan kandungan silika untuk membentuk rasio silika-alumina yang relatif besar dan termasuk rentang rasio silika-alumina zeolit Y yaitu $\text{Si}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3 = 10$ (Mohamed dkk., 2012). Penelitian sebelumnya juga berhasil mensintesis zeolit Y menggunakan perbandingan $\text{Si}_2\text{O}_3:\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,1$ (Chen dkk., 2007). Selain itu, Robson dan Lillerud (2001) juga telah menggunakan rasio mol $\text{Si}:\text{Al} = 10,0$ untuk sintesis zeolit Y. Rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ini memiliki pengaruh pada laju kristalisasi dan intensitas zeolit Y.

Berdasarkan penjelasan diatas, penulis akan melakukan sintesis zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung dengan metode langsung (tanpa kalsinasi) dengan variasi rasio mol $x\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x

yaitu 4, 5, 6, dan 7) untuk mengetahui pengaruh pada intensitas zeolit Y yang dihasilkan.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan beberapa penelitian yang telah dilaporkan, sintesis zeolit Y dari kaolin membutuhkan rute sintesis yang panjang. Sintesis diawali dengan pembentukan metakaolin dari kaolin dilanjutkan dengan pembentukan zeolit Y dari metakaolin. Akan tetapi, pembentukan metakaolin dari kaolin memerlukan suhu kalsinasi yang tinggi, sehingga energi yang dibutuhkan juga besar. Oleh karena itu, perlu diteliti sintesis zeolit Y dari kaolin dengan rute yang lebih pendek dengan cara mereduksi rute pembentukan metakaolin. Permasalahan dalam penelitian ini adalah bagaimana metode langsung (tanpa kalsinasi) sintesis zeolit Y dari bahan baku kaolin Bangka Belitung. Sintesis zeolit Y sangat dipengaruhi oleh rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari bahan baku. Oleh karena itu, perlu dilakukan optimasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari kaolin Bangka Belitung dan bahan murni dalam sintesis zeolit Y. Pada penelitian ini dilakukan variasi terhadap komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yaitu 4, 5, 6 dan 7 dari kedua bahan baku tersebut pada waktu hidrotermal 12 jam.

1.3 Batasan Penelitian

Batasan dalam penelitian ini adalah:

1. Sintesis zeolit Y menggunakan kaolin Bangka Belitung sebagai sumber silika dan alumina, NaAlO_2 sebagai sumber alumina, ludox sebagai sumber silika, NaOH sebagai sumber Na_2O , aquademineralisasi sebagai sumber H_2O .
2. Sintesis zeolit Y dengan komposisi mol pada *seed gel* adalah $10,67\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dan pada *feedstock gel* adalah $4,3\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dengan variasi komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x)= 4, 5, 6 dan 7.
3. Waktu hidrotermal dalam sintesis zeolit Y secara langsung adalah 12 jam.

4. Karakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray* (SEM-EDX).

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada sintesis zeolit Y secara langsung (tanpa kalsinasi) dari kaolin Bangka Belitung.

1.5 Manfaat Penelitian

Sintesis zeolit Y menggunakan kaolin Bangka Belitung ini diharapkan dapat memberikan manfaat sebagai berikut :

1. Mengetahui pengaruh bahan baku kaolin Bangka Belitung sebagai sumber silika dan alumina pada sintesis zeolit Y.
2. Diharapkan dengan variasi komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4, 5, 6, 7$ dapat membentuk struktur kristal zeolit Y yang sesuai.
3. Menentukan desain eksperimen dan mengembangkan sintesis zeolit Y menggunakan metode langsung (tanpa kalsinasi) dari kaolin Bangka Belitung.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin

Kaolin adalah bahan tambang alam yang merupakan salah satu jenis tanah lempung (*clay*) yang tersusun dari material lempung dengan kandungan besi yang rendah dan umumnya berwarna putih atau putih keabu-abuan seperti pada Gambar 2.1. Selain itu, kaolin juga tersusun dari mineral utama yang memiliki partikel mikroskopik dan submikroskopik berupa lempengan-lempengan tipis. Komposisi kimia kaolin secara teoritis adalah SiO_2 46,54%; Al_2O_3 39,50% dan H_2O 13,96% (Prasad dkk., 1991). Kaolin biasanya mengandung *quartz*, mika dan sedikit feldspar, illit, montmorillonit, ilmenit, hematit, bauksit, zirkon, rutil, kianit, grafit, hallosit (Grim, 1968).

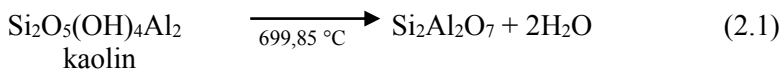


Gambar 2.1 Serbuk Kaolin

Sifat fisik dan kimia dari kaolin menentukan penggunaannya sebagai mineral industri yang dipengaruhi oleh beberapa faktor, seperti kondisi geologi dimana kaolin yang terbentuk dan total komposisi mineralogi deposit kaolin. Kaolin memiliki ukuran sekitar 0,2 sampai 15 μm dengan area spesifik 10.000-29.000 m^2/kg . Kaolin kasar biasanya digunakan sebagai bahan pengisi (*filler*) sedangkan kaolin halus sebagai pelapis (*coater*), barang-barang tahan api dan isolator. Kegunaan kaolin sangat tergantung pada karakteristiknya karena akan berpengaruh terhadap kualitasnya (Rashad, 2013).

Proses pembentukan kaolin disebut kaolinisasi. Pembentukan kaolin terjadi melalui tiga cara yaitu : (i) pelapukan dan transformasi batuan karena pengaruh iklim (tipe Zettlitz), (ii) transformasi batuan karena pengaruh hidrotermal (tipe Cornwall) dan (iii) pembentukan karena pengaruh iklim dan hidrotermal (tipe campuran). Tipe mineral yang terbentuk selama proses pelapukan batuan mengandung alumina dan silika dipengaruhi oleh iklim, rasio Si/Al dan pH.

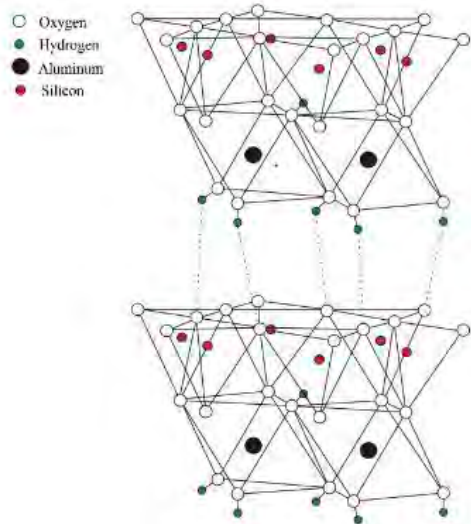
Sifat fisik dan kimia kaolin dapat diubah dengan perlakuan termal dan kimiawi. Pada proses kalsinasi kaolin dengan suhu diatas 500 °C terjadi penataan ulang ikatan ion Si dan Al serta pembentukan ion Al berkoordinasi 4 dan 5 dengan mengubah Al koordinasi 6. Reaktivitas kaolin meningkat seiring dengan penurunan jumlah Al koordinasi 6. Menurut Prasad dkk. (1991), proses kalsinasi kaolin pada suhu 650-700 °C akan memutus ikatan gugus hidroksi dalam struktur kaolin dan melepaskan sejumlah molekul air membentuk fasa amorf yang disebut metakaolin. Sementara itu, kalsinasi kaolin diatas suhu 900 °C akan mengubah metakaolin menjadi γ -Al₂O₃. Metakaolin banyak digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit karena bersifat semikristalin dan lebih reaktif dibandingkan kaolin. Konversi metakaolin menjadi zeolit melibatkan dua langkah yaitu : (1) pembentukan gel aluminosilikat dan (2) nukleasi kristal dan pertumbuhan (Akolekar dkk., 1997).



(Rustam, 2013)

Menurut struktur pada Gambar 2.2, kaolin dibentuk oleh struktur tetrahedral SiO₄, Al(O,OH)₆[[Si₂O₅]²⁻ dan [AlOH₄]²⁺ komposisi oktahedral dengan pseudo heksagonal simetri [O₆Si₄O₄(OH)₂Al₄(OH)₆] (Cheng dkk., 2012). Unit dasar lapisan tetrahedral adalah silika tetrahedral (SiO₄) dimana satu silikon mengikat empat atom oksigen. Sementara itu, lapisan oktahedral

tersusun atas unit dasar aluminium oktahedral dan ion hidroksida dimana satu aluminium mengikat enam atom oksigen. Lapisan tetrahedral dan oktahedral ini tersusun 1:1 dengan ketebalan unit sebesar 7,13 Å (Murray, 2000).



Gambar 2.2 Struktur Kaolin (Cheng dkk., 2012)

Di alam, kaolinit berasal dari dekomposisi feldspar. Sebagai bahan tambang, kaolin bercampur dengan oksida-oksida lainnya seperti kalsium oksida, magnesium oksida, kalium oksida, natrium oksida, besi oksida, dan lain-lain (Othmer, 1993). Kaolinit ($\text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$) merupakan komponen utama pada kaolin, berbentuk kecil, tipis, pseudoheksagonal, lapisan fleksibel dari kristal triklinik dengan diameter 0,2-12 μm , densitas 2,1-2,6 g/cm^3 . Kaolinit terbentuk dari dekomposisi feldspar, granit, dan alumina silikat.

Potensi dan cadangan kaolin di Indonesia banyak terdapat di Kalimantan Barat, Kalimantan Selatan, dan Pulau Bangka dan Belitung, serta potensi lainnya tersebar di Pulau Sumatera, Pulau Jawa, dan Sulawesi Utara (Manado). Provinsi Kepulauan Bangka

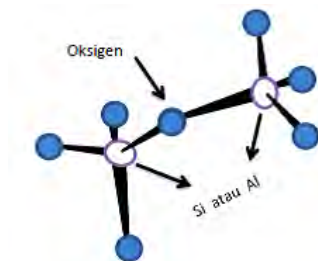
Belitung merupakan daerah yang potensial di bidang pertambangan, karena terdapat banyak tanah yang mengandung mineral bijih timah dan bahan galian yang tersebar merata, seperti kaolin, batu gunung, tanah liat, dan pasir kuarsa. Endapan kaolin bangka ini dapat dijumpai di beberapa tempat diantaranya daerah Badau, Dendang, Manggar, dan Membalong. Kaolin Bangka Belitung merupakan kaolin yang ditambang di Pulau Bangka Belitung, berwarna putih, berbutir halus, lunak, dan lengket apabila basah, sebagian lagi berbentuk pasir.

Kaolin di daerah ini memiliki kandungan besi dan titanium yang rendah sehingga memiliki tingkat kecerahan yang relatif tinggi. Endapan kaolin terjadi dari hasil pelapukan dan dekomposisi batuan feldspatik, dimana mineral-mineral kalium alumino silikat dan feldspar diubah menjadi kaolin. Dekomposisi atau proses kaolinisasi dari feldspar terjadi karena adanya air dan udara. Reaksi ini akan berlangsung sangat lama yang pada akhirnya terbentuk kaolinit. Kaolin pada umumnya digunakan penduduk lokal sebagai bahan baku keramik dan diekspor ke Jepang, Filipina, dan Taiwan, dan juga sebagai pengisi (*filler*) dalam industri kertas. Adanya kandungan halosit dan smektit menyebabkan viskositas kaolin menjadi tinggi sehingga tidak dapat digunakan sebagai pelapis kertas tanah liat (Murray, 2007).

2.2 Zeolit

2.2.1 Pengertian Zeolit

Zeolit merupakan material yang memiliki ukuran pori mikro dan seragam dengan struktur kristal yang teratur. Zeolit terbentuk dari silika alumina yang terdiri dari tiga komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka alumina silikat dan air (Hay, 1966). Kerangka kristal alumina silikat ini terdiri dari unit-unit tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang saling dihubungkan dengan atom O. Struktur kerangka zeolit seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.3. Rumus umum zeolit adalah $\text{L}_m\text{Al}_x\text{Si}_y\text{O}_z \cdot n\text{H}_2\text{O}$ dimana L adalah ion logam; m, x, y dan z merupakan bilangan 2 hingga 10; dan n merupakan koefisien dari H_2O (Harben dan Kužvart, 1996).



Gambar 2.3 Kerangka Zeolit yang Tersusun dari Unit-Unit Tetrahedral $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dan $[\text{SiO}_4]^{4-}$ yang Saling Dihubungkan dengan Atom Oksigen (Moore dan Smart, 1993)

Zeolit merupakan bahan anorganik berupa kristal dengan struktur kerangka tiga dimensi yang terdiri dari 3 komponen yaitu kation yang dapat dipertukarkan, kerangka aluminosilikat dan fasa air. Ikatan Al-O-Si-O membentuk struktur kristal aluminosilikat, sedangkan logam alkali merupakan sumber kation yang mudah dipertukarkan dan fasa air merupakan air hidrat yang mengisi rongga kristal. Rumus umum zeolit yang ditetapkan oleh IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) adalah :

$$\text{Me}_{m+y/m} [(\text{SiO}_2)_x \cdot (\text{AlO}_2)_y] \cdot z\text{H}_2\text{O} \quad (2.2)$$

Pada Persamaan (2.2), Me_{m+} menunjukkan kation dengan ekivalen y/m yang mampu menetralkan muatan negatif kerangka tetrahedral zeolit; $[(\text{SiO}_2)_x \cdot (\text{AlO}_2)_y]$ merupakan kerangka zeolit bermuatan negatif dengan nilai $(x+y)$ adalah jumlah kerangka tetrahedral dalam unit sel per satuan kristal; dan $z\text{H}_2\text{O}$ adalah sejumlah molekul air yang terhidrat dalam kerangka zeolit (Weitkamp dan Puppe, 1999).

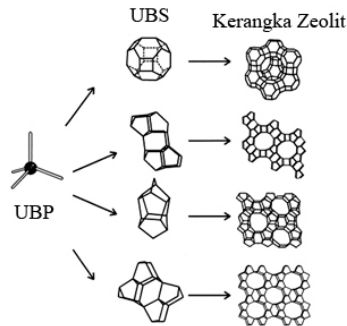
Unit tetrahedral alumina $[\text{AlO}_4]^{5-}$ pada kerangka zeolit berpengaruh terhadap sifat keasaman zeolit. Keasaman Brønsted dipengaruhi oleh adanya ion hidrogen yang digunakan untuk penyeimbang muatan tetrahedral alumina $[\text{AlO}_4]^{5-}$. Sementara itu, keasaman Lewis dapat terbentuk jika asam Brønsted dalam

kerangka zeolit mengalami pemanasan tinggi (500 °C) dan terjadi penambahan air pada kristal zeolit. Kation Al yang bereaksi dengan air akan membentuk ion Al terkoordinasi menghasilkan asam Lewis yang kuat (Moore dan Smart, 1993).

2.2.2 Struktur Zeolit

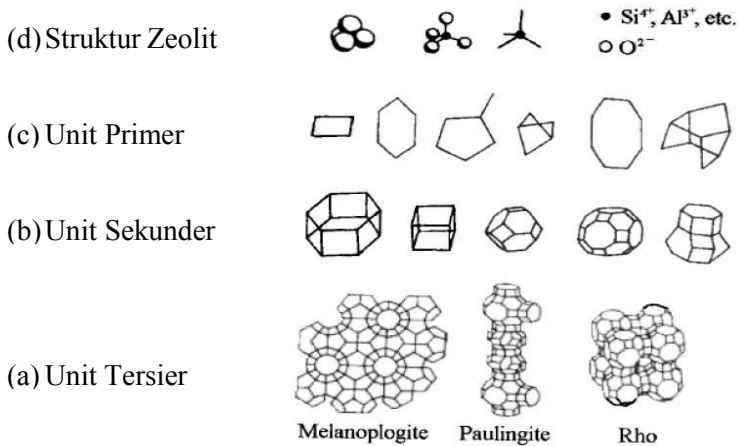
Struktur kerangka zeolit memiliki bentuk umum tetrahedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ yang saling terhubung oleh atom oksigen. Struktur tiga dimensi dari zeolit merupakan unit tetrahedral dari TO_4 , dengan T berupa aluminium atau silikon yang berikatan dengan atom oksigen (Perego dkk., 1997). Struktur zeolit memiliki unit bangun primer (*Primary Building Unit*), unit bangun sekunder (*Secondary Building Unit*), dan unit bangun tersier (*Tertiary Building Unit*). Unit bangun primer terdiri dari 4 atom oksigen yang mengelilingi atom pusat Si^{4+} atau Al^{3+} . Unit bangun primer ini akan membentuk struktur 3 dimensi, dimana satu atom oksigen dipakai bersama oleh dua tetrahedral. Unit Bangun Primer tersebut akan membentuk kerangka Unit Bangun Sekunder dari suatu zeolit yang terdiri dari satu atau dua cincin tetrahedral membentuk struktur tiga dimensi. Beberapa SBU yang terbentuk akan bergabung dan dapat menghasilkan jenis struktur kristal zeolit. Struktur kristal zeolit ini akan membentuk berbagai kerangka zeolit yang memiliki rongga atau pori-pori dengan ukuran yang bervariasi seperti zeolit T, zeolit A, zeolit X, zeolit Y, ZSM 5 (Payra dkk., 2003).

Perbedaan ukuran pori pada zeolit ditentukan oleh unit bangun sekunder yang menyusun kerangka zeolit tersebut (Baerlocher dkk., 2001; Hirscher, 2009). Keberadaan pori pada struktur zeolit menyebabkan luas permukaan internal menjadi beberapa kali lebih besar daripada permukaan luarnya (Dyer, 1988). Tahap pembentukan kerangka zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Tahap Pembentukan Kerangka Zeolit dari Berbagai Bentuk Unit Bangun Sekunder (Weitkamp dkk., 1995)

Secara garis besar struktur zeolit tersusun oleh 3 unit pembangun yaitu unit bangun primer, unit bangun sekunder, dan unit bangun tersier yang kemudian membentuk struktur zeolit. Contoh skema pembentukan struktur zeolit ditunjukkan pada Gambar 2.5. Penjelasan dari ketiga unit bangun zeolit adalah sebagai berikut:

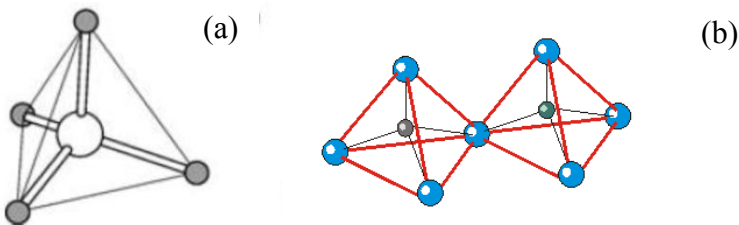


Gambar 2.5 Unit Pembangun Zeolit (Byrappa dan Yoshimura, 2001)

a. Unit Bangun Primer (UBP)

Unit bangun primer zeolit berupa tetrahedral aluminosilikat, disusun dari ion Si^{4+} dan Al^{3+} yang saling bergabung membentuk struktur tiga dimensi dengan atom oksigen sebagai penghubung. Ikatan pada Si-O-Si dan Si-O-Al adalah ikatan kovalen yang fleksibel sehingga dapat saling terhubung dalam jumlah banyak. Zeolit terdiri dari TO_4 tetrahedral melalui berbagai sudut yang memunculkan suatu kerangka empat yang terhubung dalam tiga dimensi. Kerangka atom T umumnya merujuk pada atom Si, Al, atau P. Beberapa kasus, atom T dapat berupa atom lain yaitu B, Ga, Be, Ge, dan lain-lain.

Tetrahedral $[\text{SiO}_4]$, $[\text{AlO}_4]$, atau $[\text{PO}_4]$ ini merupakan unit bangunan dasar struktural kerangka zeolit. Unit bangunan utama adalah TO_4 tetrahedral. Dalam zeolit, masing-masing atom T dikoordinasikan dengan empat atom oksigen [Gambar 2.6 (a)] dengan setiap atom oksigen menjembatani dua atom T [(Gambar 2.6 (b))], sehingga jenis struktur zeolit dapat digambarkan sebagai koneksi 4,2. Zeolit aluminosilikat dibangun dari SiO_4 tetrahedral dan AlO_4 tetrahedral yang memiliki kerangka anionik, muatan negatif yang dikompensasi oleh kation kerangka tambahan. Saringan molekul *aluminophosphate* dibangun dari AlO_4 dan PO_4 tetrahedral melalui berbagai sudut memiliki kerangka netral, dimana tidak ada kation logam tambahan tetapi hanya molekul air teradsorpsi atau molekul templat mengakomodasi di saluran.

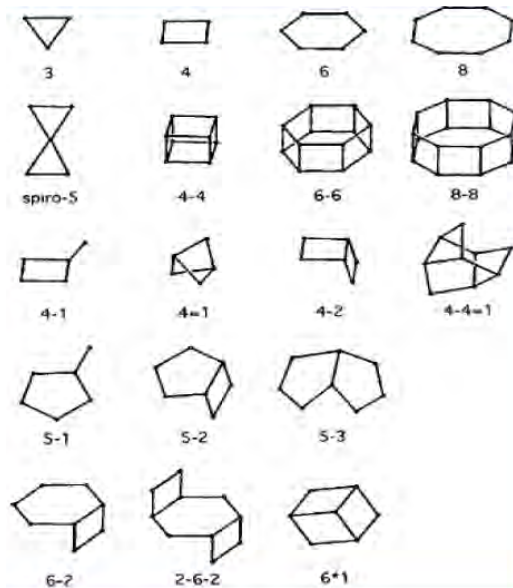


Gambar 2.6 PBU (a) TO_4 Tetrahedral (b) TO_4 Tetrahedral yang Berhubungan (Oksigen yang Berada Diantara Dua Tetrahedral) (Xu dkk., 2007)

Gambar 2.6 menunjukkan beberapa struktur unit sekunder zeolit, dimana setiap titik pada gambar merupakan atom silikon atau aluminium yang dihubungkan oleh atom oksigen yang berada di tengah garis yang menghubungkan kedua titik.

b. Unit Bangun Sekunder (UBS)

Kerangka zeolit dapat dianggap terbuat dari komponen unit terbatas atau komponen unit yang tak terbatas, seperti rantai dan lapisan. Konsep unit komponen tak terbatas, seperti unit bangun sekunder diperkenalkan oleh Meier and Smith. Sejumlah 18 jenis unit bangun sekunder yang ditemukan terjadi dalam kerangka tetrahedral yang ditunjukkan pada Gambar 2.7.



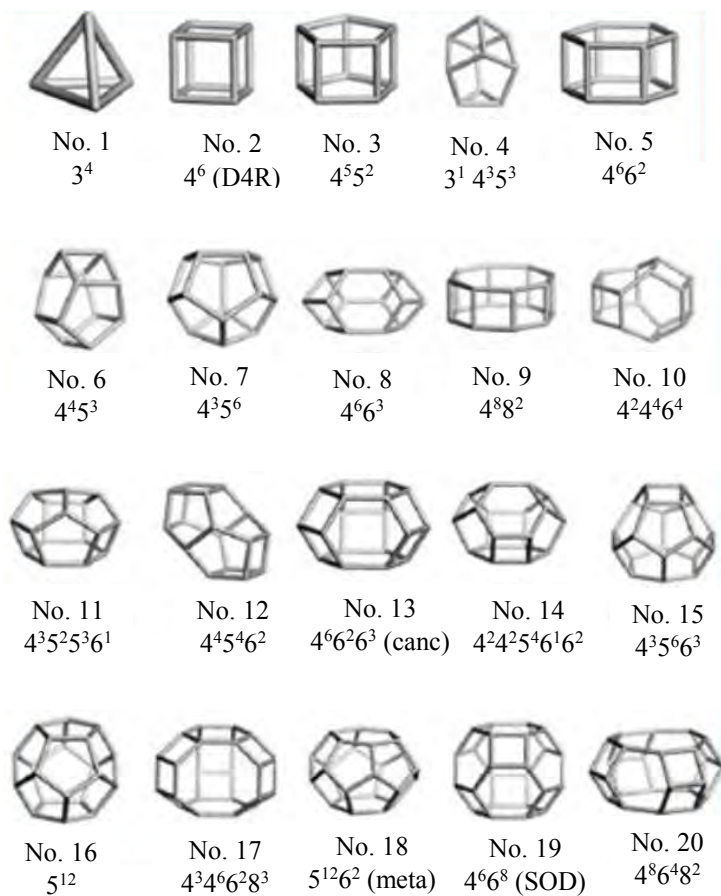
Gambar 2.7 *Secondary Building Unit (SBU)* (Xu dkk., 2007)

Unit bangun sekunder ini berisi hingga 16 atom terkoordinasi secara tetrahedral yang diperoleh dari asumsi bahwa seluruh kerangka terdiri dari satu jenis unit bangun sekunder saja. Sebuah sel unit selalu berisi jumlah integral unit bangun sekunder dan salah

satu kerangkanya dapat terdiri dari beberapa unit bangun sekunder. Sebagai contoh kerangka LTA berisi lima jenis unit bangun sekunder termasuk unit 4, 8, 4-2, 4-4, dan 6-2 (Xu dkk., 2007). Unit bangun sekunder dibentuk dari beberapa unit bangun primer yang saling terhubung membentuk cincin tunggal maupun ganda dengan rangkaian 4, 5, 6 dan 8 tetrahedral aluminosilikat (Moore dan Smart, 1993).

c. Unit Bangun Tersier (UBT)

Unit bangun tersier (UBT) merupakan gabungan unit-unit sekunder yang saling berikatan membentuk struktur tetrahedral tiga dimensi atau polihedral. Polihedral tersebut akan membentuk kerangka kristal zeolit dengan bentuk spesifik. TBU atau disebut juga *cage building units* mempunyai beberapa karakteristik unit pembangun sangkar (*cage*) pada kerangka zeolit. *Cage* yang umumnya digambarkan dalam bentuk n-cincin mendefinisikan ciri penampang zeolit. Sebagai contoh seperti unit sodalit (*truncated octahedral*) yang permukaannya didefinisikan oleh enam cincin 4 dan delapan cincin 6, akan dirancang sebagai *cage* [$4^6 6^8$]. Hal itu perlu dicatat bahwa pori *polyhedral*, yang setidaknya memiliki satu wajah yang didefinisikan oleh sebuah cincin besar cukup untuk ditembus oleh spesimen tamu, tetapi yang diperpanjang tidak terbatas (yaitu bukan saluran) disebut rongga menurut rekomendasi IUPAC. Contohnya [$4^{12} 6^8 8^6$] *polyhedron* dalam zeolit LTA, secara tradisional disebut *cage*, tetapi sebenarnya merupakan sebuah rongga (Xu dkk., 2007). *Cage* yang terbentuk dalam kerangka zeolit seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.8 dan Tabel 2.1.



Gambar 2.8 Beberapa *Cage Building Units* (Xu dkk., 2007)

Tabel 2.1 Unit Pembangun *Cage* pada Kerangka Zeolit

Zeolit	<i>Cage Number</i>	Zeolit	<i>Cage Number</i>
ACO	2	LIO	13, 26, 49
AEI	5, 39	LOS	13, 26
AFG	13, 49	LTA	2, 19, 54
AFS	51	LTL	5, 13, 53
AFT	5, 17, 35, 36	LTN	13, 19, 24, 54
AFX	5, 17, 56	MAR	13, 19, 49
AFY	2	MAZ	17, 28
AST	2, 31	MEI	4, 7, 52
ASV	2	MEP	16, 18
ATN	20	MER	9, 32
AWW	10, 30	MSO	5, 50
BEC	2	MTN	16, 23
BPH	8	MWW	5
CAN	13	OBW	63, 64
CHA	5, 35	OFF	5, 13, 17
-CLO	2, 30, 54, 61	PAU	9, 32, 54
DDR	11, 16, 33	RHO	9, 54
DFO	2, 34, 59	RTE	12, 41
DOH	15, 16, 36	RTH	6, 46
EAB	5, 17, 40	RUT	12, 22
EMT	5, 13, 38, 57	RWY	58
ERI	5, 13, 48	SAO	10
ESV	14, 27	SAS	5, 34
FAU	5, 19, 55	SAT	5, 13, 47
FRA	13, 19, 26	SAV	5, 29, 44
GIU	13, 19, 62	SBE	9, 20
GME	5, 17	SBS	5, 13
HEU	2	SBT	5, 13
ISV	2	SFG	3
ITE	6, 45	SGT	7, 37
ITH	2	SOD	19
ITW	2	TSC	5, 9, 19, 60
IWW	2	UEI	42
KFI	5, 32, 54	EFI	2, 6, 21, 54
LEV	5, 25	-WEN	5, 13

2.2.3 Sintesis Zeolit

Zeolit adalah katalis yang sangat penting dalam industri terutama untuk *cracking* dan petrokimia. Selain itu, zeolit merupakan katalis hasil sintesis kimia yang baik dan ramah lingkungan. Berdasarkan asalnya, zeolit dapat dibedakan menjadi dua jenis, yaitu zeolit alam dan zeolit sintesis. Zeolit alam terbentuk karena adanya proses kimia dan fisika yang kompleks dari batu-batuan yang mengalami berbagai macam perubahan di alam dan pembentukannya dipengaruhi oleh komposisi dari batuan induk, suhu, tekanan, pH, dan aktivitas ion tertentu. Zeolit hasil sintesis yang dibuat tidak sama persis dengan mineral zeolit alam, walaupun zeolit sintesis memiliki sifat fisik yang jauh lebih baik. Zeolit sintesis diberi nama tersendiri seperti diambil dari nama penemunya, misalkan zeolit Linde tipe F, zeolit Linde tipe A, dan sebagainya. Proses pembentukan zeolit dapat menggunakan metode hidrotermal dengan bahan utamanya adalah aluminat silikat (gel) dan berbagai logam sebagai kation. Sifat fisik dari reaktan, jenis kation, komposisi gel, serta kondisi kristalisasi sangat menentukan struktur zeolit yang dihasilkan (Breck, 1987).

Zeolit sintesis diperoleh melalui proses sintesis dengan dua rute yaitu *solution-mediated transport* dan *solid phase transport*. Pada proses *solution-mediated transport*, prekursor dan pelarut dicampurkan dengan bahan katalis lain sehingga membentuk koloid. Partikel ini akan mengalami reaksi dengan pelarut sebagai medianya dan membentuk koloid dengan partikel amorf. Koloid kemudian dipanaskan sehingga pelarut menguap, dan didapatkan partikel amorf. Proses pemanasan berikutnya atau yang disebut dengan proses kalsinasi, dilakukan untuk memperbaiki morfologi kristal dan membentuk fasa kristalin. Pada proses *solid phase transport*, prekursor dan pelarut dicampurkan dengan *gelling agent*, membentuk fasa gel. Pemanasan dilakukan agar gel terkristalisasi, membentuk fasa solid amorf dalam larutan.

Sintesis dari zeolit sudah banyak diteliti hingga sekarang. Dilaporkan pada tahun 1862, St Claire Deville mensintesis zeolit dengan metode hidrotermal pertama *levynite* (LEV). Selain itu

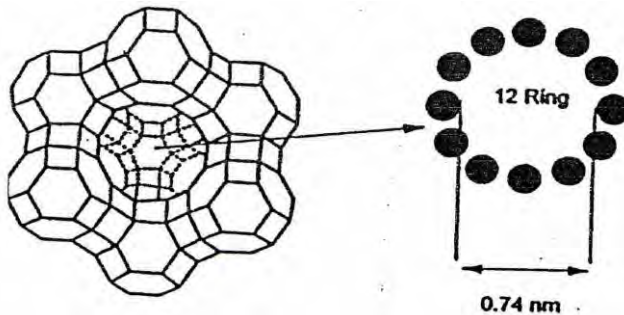
sintesis *analtime* (ANA) juga dilaporkan pada tahun 1882 oleh Schulten. Pada akhir tahun 1940, Milton dan rekannya dapat mensintesis zeolit A (LTA), X (FAU), dan P (GIS) dengan cara kristalisasi hidrotermal dari gel aluminosilikat. Logam alkali reaktif pada suhu 1000 °C dan tekanan (autogenus) di bawah kondisi alkali tanah (pH biasanya diatas 12). Selain itu, mereka mensintesis 20 zeolit pada 1953, dimana sejumlah 14 zeolit tersebut merupakan hasil sintesis. Tercatat pada tahun 1948, telah disintesis zeolit pertama dengan bahan sintesis yang dilaporkan sukses beberapa tahun berikutnya. Penelitian pertama kali dilakukan pada konversi fasa mineral dalam larutan garam kuat pada suhu tinggi (sekitar 170-2700 °C) (Barrer, 1982).

Silikat intermediet dari Zeolit A (LTA) disintesis menggunakan kation tetrametilamonium (TMA). Kerangka rasio Si/Al ditingkatkan dengan penambahan komponen templat organik pada gel aluminosilikat. Hal ini dilakukan untuk mengetahui perkembangan yang signifikan dari sintesis zeolit. Penggunaan kation organik dengan gel aluminosilikat pada suhu 100-200 °C banyak dilakukan untuk sintesis zeolit. Seperti zeolit silika tinggi (BEA) dengan rasio Si/Al dengan batas antara 5 sampai 100 dibuat menggunakan kation tetraetilammonium serta zeolit silika tinggi ZSM-5 (MFI) disiapkan menggunakan kation tetrapropilamonium (Cejka dkk., 2007).

2.3 Zeolit Y

2.3.1 Pengertian Zeolit Y

Zeolit Y merupakan kelompok zeolit faujasit dengan kerangka yang mengandung cincin enam rangkap dan bergabung melalui bidang heksagonal (seperti pada Gambar 2.9) yang dihubungkan melalui *sodalite cage* dan menghasilkan *supercage* dengan diameter pori rata-rata 7,4 Å. Struktur dalam sangkar besar berdiameter 1,3 nm, mempunyai tetrahedral setiap pembukaan cincin-12. Diameter cincin-12 berukuran 0,74 nm memungkinkan molekul yang lebih besar masuk dalam sangkar.



Gambar 2.9 Struktur Zeolit Y dengan Pembukaan Cincin-12 (Augustine, 1996 dalam Yusnani, 2008)

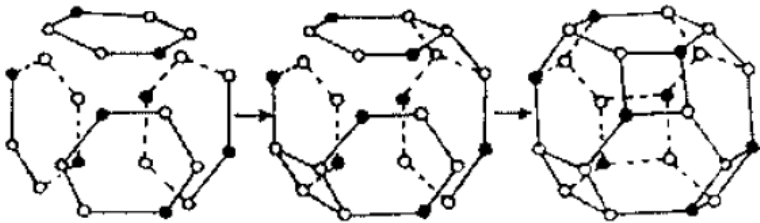
Zeolit Y merupakan zeolit bersilika tinggi yang memiliki perbandingan Si/Al 2-5. Selain itu, struktur zeolit Y merupakan kristal mineral alumino-silikat yang terbentuk dari koordinasi polihedral $[\text{SiO}_4]^{4-}$ dan $[\text{AlO}_4]^{5-}$ dengan sistem kerangka terbuka dengan rongga-rongga dan pori-porinya ditempati oleh kation dan molekul air. Setiap ion silikon mempunyai muatan +4 yang dinetralkan oleh 4 oksigen tetrahedral yang mengelilinginya, sehingga tetrahedral dari silika bermuatan netral. Tetrahedral alumina mempunyai muatan -1, karena ion aluminium yang bermuatan +3 berikatan dengan empat ion oksigen. Muatan negatif tersebut dinetralkan oleh kation penyeimbang yang terdapat di luar kerangka (Gates, 1992).

Zeolit Y memiliki banyak aplikasi dalam kehidupan, misalnya sebagai katalis *cracking* bahan bakar, penyerap reduksi bahan organik yang mudah menguap, aplikasi dalam industri petrokimia (Wang dan Ma, 1998; Hobmberg dkk., 2003; Cundy dan Cox, 2005).

2.3.2 Sintesis Zeolit Y

Pada Tabel 2.2 melaporkan beberapa penelitian sintesis zeolit Y yang menggunakan banyak parameter. Berdasarkan Tabel 2.2 dapat disimpulkan bahwa sintesis zeolit Y dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu komposisi rasio mol, kalsinasi, waktu *stirring* dan waktu hidrotermal. Zeolit Y terbentuk dengan

penggunaan rasio Si/Al sedang dengan menggunakan material dari bahan kimia (bahan komersil). Pada metode secara langsung perlu dilakukan preparasi awal seperti pelarutan (*stirer*) dan *aging* pada waktu yang sesuai sehingga kaolinit larut dengan sempurna. Hal tersebut belum dilakukan oleh beberapa peneliti pada Tabel 2.2 sehingga penghomogenan sebagai awal permulaan kristalisasi belum terbentuk secara maksimal maka waktu hidrotermal yang diperlukan menjadi lama. Proses pembentukan inti zeolit Y selama proses sintesis digambarkan pada Gambar 2.10. Pembentukan inti zeolit Y selama proses sintesis mengandung beberapa cincin sebagai kompleks pembangun, dimana dihubungkan melalui 4 cincin lainnya untuk membentuk kerangka sodalit.



Gambar 2.10 Skema Pembentukan Inti Zeolit Y (Dutta dkk., 1987)

Tabel 2.2 Penelitian Sebelumnya tentang Sintesis Zeolit Y Berdasarkan Variasi Rasio Mol

No.	Rasio Mol	Kalsinasi		Hidrotermal		<i>Stirring</i>	Referensi
		Waktu (jam)	Suhu (°C)	Waktu (jam)	Suhu (°C)	Waktu (jam)	
1	Na:2,4 TMAOH:1,0Al:2,0Si:13 H ₂ O:xTPHAC:8.0 EtOH (x = 0; 1; 2; 5 dan 7,5)	8	600	48-180	110-180	24	Qamar dkk., 2016
2	0,42Na ₂ O:0,074Al ₂ O ₃ : SiO ₂ :17,13H ₂ O:0,0005 F127	6	550	24	102	1,5	Meng dkk., 2012
3	0,42Na ₂ O:0,074Al ₂ O ₃ : SiO ₂ :17,13H ₂ O:xP123 (x adalah P123:SiO ₂ = 0,000; 0,001; 0,003 dan 0,005)	6	550	24	102	1	Zhao dkk., 2016

4	Na ₂ O/SiO ₂ =0,4–2,0; SiO ₂ /Al ₂ O ₃ =11; H ₂ O/Na ₂ O=40	-	-	-	100	24	Garcia, dkk., 2016
5	<i>Seed gel</i> 10,67Na ₂ O:Al ₂ O ₃ :10SiO ₂ :180H ₂ O <i>Feedstock</i> 4,30Na ₂ O:Al ₂ O ₃ :10SiO ₂ :180H ₂ O	6	550	22-24	90	-	Wittayakun dkk., 2008
6	10Na ₂ O:1,0Al ₂ O ₃ :15SiO ₂ : 300H ₂ O	-	-	24 48	40 60	-	Sang dkk., 2005
7	<i>Seed gel A</i> Al ₂ O ₃ :10SiO ₂ <i>Feedstock</i> Al ₂ O ₃ :10SiO ₂	-	-	24	110	-	Mohamed dkk., 2012

2.4 Rasio Mol

Sintesis zeolit yang menggunakan kaolin sebagai sumber gabungan silikat (SiO_2) dan aluminat (Al_2O_3), biasanya dilakukan pula penambahan natrium silika atau sumber silika lainnya sebanyak jumlah yang telah dihitung untuk mengubah rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dari kaolin (Chandrasekhar dan Pramada, 1999). Menurut Shirazi dkk. (2008), rasio Si/Al termasuk salah satu parameter penting dalam sintesis zeolit Y. Rasio mol Si/Al berperan penting dalam menentukan struktur dan komposisi dari produk akhir. Byrappa dkk. (2001) membagi zeolit menurut rasio Si/Al. Ia menyebutkan bahwa tipe zeolit dapat disintesis dengan komposisi perbandingan $\text{Si/Al} \leq 2$ (silika rendah) atau $\text{Si/Al} > 5$ (silika tinggi). Rasio Si/Al yang semakin rendah dapat dikatakan bahwa semakin banyaknya atom Al bervalensi 3 yang menggantikan atom Si yang bervalensi 4 dalam struktur kerangka zeolit. Unit tetrahedral silika dan alumina terbentuk dari 4 atom oksigen yang mengelilingi satu atom Al atau Si. Tiap atom oksigen bermuatan negatif 2 dan tiga atom silikon bermuatan positif 4. Adanya atom Al yang bervalensi 3 menyebabkan tetrahedral alumina bermuatan negatif, sehingga memerlukan kation untuk memenuhi sistem kenetralan. Struktur kerangka zeolit memiliki kation-kation (Na^+ , K^+ dan Ca^+) yang sifatnya dapat dipertukarkan (Hamdan, 1992). Dalam struktur kristal Si yang bervalensi 4 dapat digantikan Al yang bervalensi 3 sampai 50%, artinya perbandingan maksimum Si/Al dalam kerangka zeolit adalah 1:1 sehingga dengan mengatur bahan dasar maka rasio Si/Al dapat dibuat bervariasi (Schweitzer, 1979).

Semakin tinggi rasio Si/Al menunjukkan bahwa semakin sedikit atom Al di dalam kerangka zeolit. Apabila tidak ada atom Al di dalam kerangka, maka hanya ada ikatan Si-O ($1,61 \text{ \AA}$) yang menyusun kerangka zeolit. Hal ini akan menyebabkan zeolit bersifat sangat hidrofobik yang dapat digunakan untuk mengeluarkan atau memisahkan molekul organik dalam campuran air (Sutarti, 1994). Jika atom Si pada ikatan Si-O digantikan oleh atom Al, maka ikatannya menjadi Al-O dengan ikatan yang lebih

panjang yaitu 1,69 Å. Akibatnya sel atau kerangka zeolit akan menjadi lebih besar dan diameter atau ukurannya juga akan lebih besar sehingga semakin banyak atom Al yang menggantikan atom Si, dan menyebabkan semakin besar ukuran zeolit yang dihasilkan (Hamdan, 1992). Pada karakterisasi menggunakan spektroskopi infra merah, daerah yang paling sensitif memberikan informasi perubahan rasio Si/Al terhadap kerangka yang dihasilkan adalah 650-800 cm^{-1} . Zeolit dengan rasio Si/Al tinggi akan memiliki frekuensi getaran di daerah 650-800 cm^{-1} yang lebih tinggi. Spektra produk zeolit juga menunjukkan terjadinya pergeseran puncak. Pergeseran tersebut disebabkan berkurangnya jumlah Al-O dalam kerangka zeolit. Berkurangnya Al-O dalam kerangka menyebabkan intensitas pada daerah Al-O berkurang yang berakibat bergesernya puncak ke daerah frekuensi getaran Si-O (bergeser ke arah frekuensi yang lebih tinggi). Zeolit dengan rasio Si/Al yang semakin besar akan memiliki puncak pita pada frekuensi getaran (650-800 cm^{-1}) yang semakin besar (Hamdan, 1992).

2.5 Metode Hidrotermal

Istilah hidrotermal biasanya mengacu pada reaksi heterogen dalam pelarut berair atau *mineralizer* dibawah tekanan tinggi dan pengkondisian suhu untuk melarutkan dan merekristalisasi bahan yang relatif tidak larut dalam kondisi biasa. Morey dan Niggli (1913) mendefinisikan sintesis hidrotermal sebagai metode yang didalamnya terdapat komponen dikenai gaya air yang umumnya pada suhu dekat walaupun seringkali jauh diatas suhu kritis air (sekitar 370 °C) dalam keadaan tertutup rapat (vakum) dan dibawah tekanan tinggi yang sesuai. Laudise (1970) menyebutkan bahwa pertumbuhan hidrotermal berarti tumbuh dari larutan air di sekitar atau pada kondisi lingkungan (*ambient*). Rabenau (1985) mendefinisikan sintesis hidrotermal sebagai reaksi heterogen dalam media larutan air diatas suhu 100 °C dan 1 bar. Menurut Lobachev (1973), metode hidrotermal merupakan metode dimana kristalisasi dilakukan dari larutan berair bertemperatur tinggi dalam tekanan tinggi. Roy (1994) juga menyebutkan bahwa

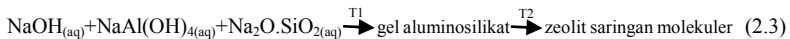
sintesis hidrotermal melibatkan air sebagai katalisator dan kadang-kadang sebagai sebuah komponen dari fase padat dalam sintesis pada suhu tinggi ($>100\text{ }^{\circ}\text{C}$) dan tekanan (lebih besar dari beberapa atmosfer). Byrappa (1992) menjelaskan bahwa sintesis hidrotermal sebagai reaksi heterogen dalam media larutan yang dilakukan diatas suhu kamar dan pada tekanan lebih besar dari 1 atm. Yoshimura (1994) mengusulkan definisi sintesis hidrotermal sebagai reaksi yang terjadi dibawah kondisi suhu tinggi dan tekanan tinggi ($> 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, $>1\text{ atm}$) dalam larutan air pada sistem tertutup.

Kondisi sintesis dengan metode hidrotermal dapat meningkatkan kemampuan solvasi efektif air, meningkatkan kelarutan reaktan dan mengaktifkan reaksi dari material sumber yang mengarah kepada penataan ulang dan peleburan dari gel primer yang terbentuk pada tahap pertama dan mengakibatkan peningkatan nukleasi dan laju kristalisasi. Pada dasarnya proses sintesis hidrotermal zeolit terdiri dari dua tahap yaitu pembentukan awal gel aluminosilikat terhidrasi dan proses kristalisasi dari gel. Proses kristalisasi pada ini terdiri dari empat langkah yaitu : (1) kondensasi anion polisilikat aluminat, (2) nukleasi zeolit, (3) pertumbuhan inti, dan (4) pertumbuhan kristal zeolit yang seringkali terjadi pada nukleasi sekunder. Hal ini masih sangat sulit untuk mencapai pemahaman yang mendalam mengenai mekanisme pembentukan secara rinci proses kristalisasi zeolit karena : 1) proses kristalisasi keseluruhan melibatkan reaksi yang sangat rumit, 2) nukleasi dan pertumbuhan kristal dilakukan dibawah kondisi heterogen, dan 3) seluruh proses terus berubah terhadap waktu.

Pada metode hidrotermal, penggunaan air memiliki peranan yang sangat penting. Air adalah unsur utama dari setiap sistem hidrotermal. Air menunjukkan sifat yang unik, terutama dalam kondisi superkritis. Sifat ini telah dimanfaatkan secara tepat dalam beberapa tahun terakhir untuk menghancurkan bahan organik beracun dan mendaur ulang bahan limbah. Pada sistem hidrotermal, air merupakan pelarut yang sangat penting dan

digunakan sebagai *mineralizer* pada proses hidrotermal. Mineral yang dimasukkan (biasanya disebut dengan *nutrient*) ke dalam pelarut air akan mengalami reaksi, dan kristal akan tumbuh sesuai dengan gradien temperatur pada *autoclave* tersebut. Daerah yang lebih panas akan melarutkan *nutrient*, sedangkan daerah yang lebih dingin akan menjadi tempat tumbuhnya kristal.

Salah satu contoh penggunaan metode hidrotermal pada sintesis zeolit yang mengandung ion natrium meliputi pencampuran bahan-bahan sumber seperti natrium silikat ($\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$) dan natrium aluminat $[\text{NaAl}(\text{OH})_4]$ dalam medium dasar dengan pengadukan untuk membentuk gel homogen, *aging* dari gel yang dihasilkan dengan pencucian, pengeringan dan kalsinasi untuk membentuk produk akhir saringan molekuler, yang dapat secara skematis digambarkan dalam persamaan berikut :



dimana T_1 adalah temperatur *aging* dan T_2 adalah temperatur kristalisasi. Reaksi seperti Persamaan 2.3 melibatkan proses reaksi yang sangat rumit. Proses kristalisasi zeolit dari gel induk dalam proses sintesis hidrotermal dipengaruhi oleh banyak faktor seperti komposisi, reaktan dan sifat reaktan, kondisi *aging*, suhu dan waktu kristalisasi, pH gel, kation anorganik atau organik yang ada dalam sintesis sistem, dan kandungan reaksi sangat memainkan peran penting dalam sintesis hidrotermal zeolit (Xu dkk., 2007).

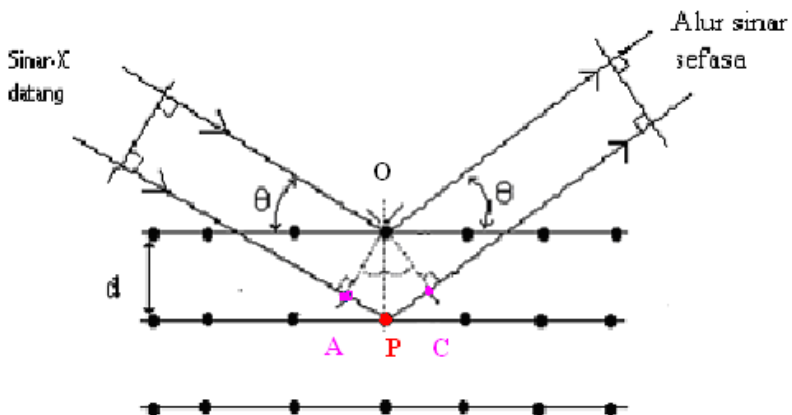
Metode hidrotermal untuk pertumbuhan kristal banyak diaplikasikan dalam proses sintesis karena memiliki beberapa keunggulan. Kelebihan ini sangat penting untuk efisiensi dalam teknologi pengembangan kristal tunggal yang lebih besar dan lebih murni. Selain itu, teknik ini sedang digunakan dalam skala besar untuk mempersiapkan bahan piezoelektrik, magnetik, optik, keramik dan sejumlah bahan lainnya baik sebagai kristal tunggal ataupun bahan polikristalin (Byrappa, 2001).

2.6 Karakterisasi

2.6.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Metode XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan suatu metode analisis kualitatif yang digunakan untuk mengetahui jenis suatu mineral yang terbentuk dan kristalinitasnya dengan diagram skemanya ditunjukkan pada Gambar 2.11. Analisis XRD dilakukan pada intensitas relatif tertentu yang merupakan suatu parameter yang menunjukkan banyaknya bidang kristal yang terukur. Misalnya pada 2θ memiliki intensitas yang relatif tinggi, maka pada sudut tersebut terdapat banyak bidang kristal yang sama.

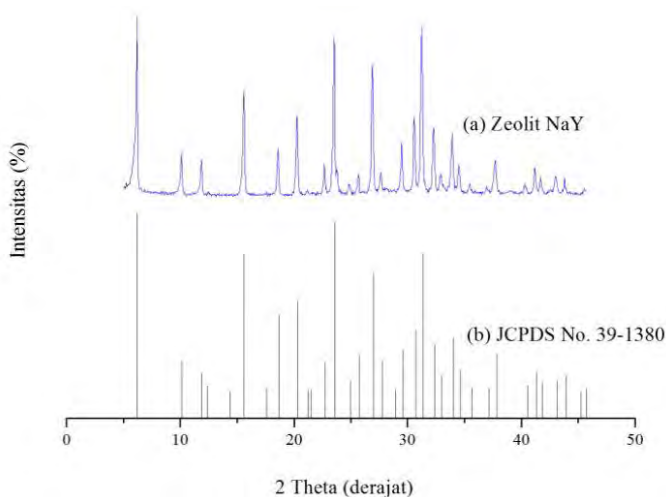
Prinsip kerja XRD adalah radiasi sinar X yang ditembakkan ke suatu sampel akan berinteraksi dengan elektron dalam atom-atom sampel. Interaksi ini akan menghasilkan suatu hamburan cahaya sesuai dengan bentuk, struktur dan keteraturan kristal-kristal sampel. Gelombang-gelombang hasil interaksi pada struktur kristal yang sama akan saling menguatkan pola atau difaktogram XRD yang sama.



Gambar 2.11 Diagram Skema Kerja XRD (Skoog, 1998)

Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD) dilakukan untuk mengetahui bentuk dan letak elektron dalam susunan kristal suatu zeolit (Skoog dkk., 2007). Selain itu, XRD juga berfungsi untuk mengetahui pembentukan fasa dari zeolit melalui kesesuaian difraktogram dengan standar sehingga dapat diketahui berhasil tidaknya suatu sintesis.

Pada Gambar 2.12 dapat diketahui bahwa terdapat kesamaan puncak zeolit hasil sintesis yang muncul dengan difraktogram standar JCPDS No. 39-1380 dari zeolit Y. Hal tersebut menunjukkan bahwa material hasil sintesis merupakan zeolit Y (Wijayanti dan Widiastuti, 2015).



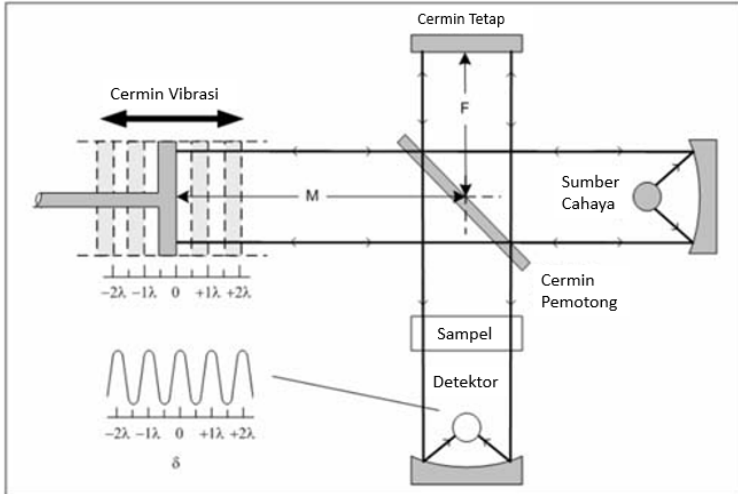
Gambar 2.12 Difraktogram (a) Zeolit Y Hasil Sintesis dan (b) Standar JCPDS No. 39-1380

2.6.2 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Fourier Transform Infrared (FTIR) merupakan pengukuran dengan teknik pengumpulan spektra inframerah dan menghitung intensitas terhadap panjang gelombang atau bilangan gelombang (cm^{-1}). Analisis dengan metode ini didasarkan pada molekul yang memiliki frekuensi khusus yang dihubungkan dengan vibrasi

internal dari atom gugus fungsi. Pengukuran spektroskopi FTIR standar berlangsung pada $7000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ tetapi juga dapat mencapai 50 cm^{-1} , dengan menggunakan tambahan sumber sinar, optik dan detektor. Spektroskopi FTIR mendeteksi vibrasi spesifik dari suatu gugus fungsi dalam suatu sampel. Ketika sinar inframerah berinteraksi dengan materi, ikatan kimia akan mengalami vibrasi, *stretching*, atau *bending*. Sebagai hasilnya, gugus fungsi akan mengadsorpsi sinar inframerah dalam rentang panjang gelombang yang spesifik untuk setiap gugus fungsi.

Cara kerja alat ini adalah sinar inframerah dengan frekuensi bervariasi dari sumber sinar dilewatkan interferometer. Setelah melewati sampel, sinyal yang terukur berupa interferogram. Sinyal yang dihasilkan ini diolah menggunakan metode matematika *Fourier Transform*, sehingga dihasilkan spektrum yang sama dengan spektrum yang dihasilkan dari spektroskopi inframerah konvensional (Sibilia, 1996). Gambar 2.13 menunjukkan skema kerja alat spektroskopi FTIR.



Gambar 2.13 Skema Alat Spektroskopi FTIR (Sibilia, 1996)

Zeolit Y mempunyai gugus fungsional yang dapat diketahui dengan instrumen FTIR. Zeolit Y pada spektra IR terdiri dari dua jenis vibrasi yaitu vibrasi internal, yang terkait dengan vibrasi SiO_4 dan AlO_4 sebagai unit pembangun kerangka zeolit Y dan vibrasi eksternal, yang terkait dengan ikatan-ikatan eksternal antar tetrahedral, sedangkan daerah vibrasi zeolit Y dibagi menjadi lima daerah utama, yang masing-masing terkait dengan jenis yang spesifik dari vibrasi.

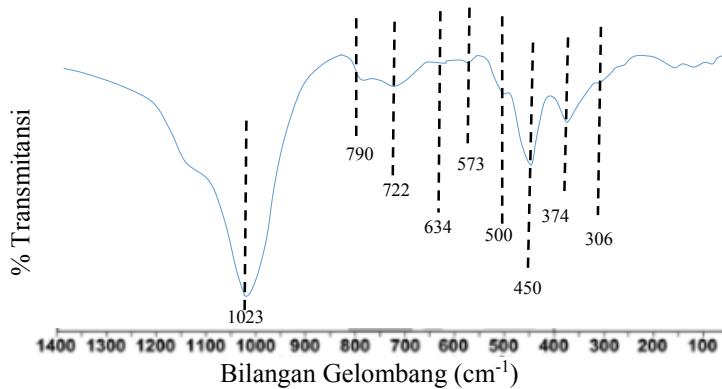
1) Rentangan Asimetri ($900\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$)

Rentangan daerah ini berhubungan dengan rentangan asimetri O-Si-O dan O-Al-O. Rentangan asimetri internal dari unit bangun primer memberikan pita serapan kuat 1020 cm^{-1} . Puncak yang lebar pada 1100 cm^{-1} disebabkan rentangan asimetri eksternal yang disebabkan ikatan antar tetrahedral.

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

Rentang daerah ini berhubungan dengan rentang O-Si-O dan O-Al-O. Vibrasi eksternal pada $700\text{-}780\text{ cm}^{-1}$ pita ini sangat lemah, model rentangan simetri sensitif terhadap perubahan komposisi Si-Al kerangka zeolit Y. Frekuensi akan bergeser ke arah yang lebih rendah dengan meningkatnya jumlah atom tetrahedral aluminium.

Berdasarkan Gambar 2.14 menunjukkan spektra IR dari zeolit Y standar yang merupakan hasil sintesis menggunakan bahan komersial. Walaupun spektrum IR suatu molekul poliatom sangat rumit untuk dianalisis dalam setiap absorpsi, gugus fungsional untuk suatu molekul tampak pada daerah-daerah yang cukup spesifik. Selain itu, pada Tabel 2.3 juga dapat dilihat nilai serapan frekuensi IR dari beberapa gugus fungsi.



Gambar 2.14 Spektrum Inframerah Zeolit Y Standar
(Sumber : wtodzimierz dkk., 2011)

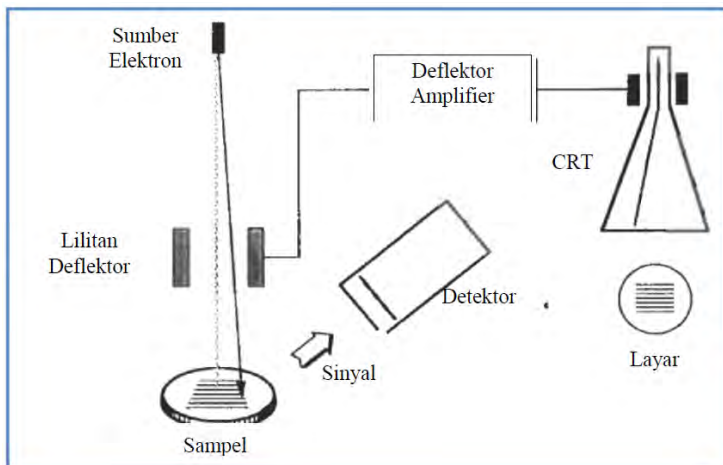
Tabel 2.3 Nilai Serapan Frekuensi IR dari Beberapa Gugus Fungsi

No.	Gugus Fungsi	Frekuensi cm^{-1}	Jenis Vibrasi	Keterangan
1	-NH ₂ (amina primer)	3400-3500	Ulur N-H	2 serapan
		1560-1640	Tekuk N-H	
		700-850	Tekuk N-H	duplet
2	-NH (amina sekunder)	3310-3450	Ulur N-H	1 serapan
3	-Si-O-Si	1030-1140	Ulur Si-O-Si	Asimetri
4	-Si-O-Si	450	Tekuk Si-O-Si	Keluar bidang
5	-O-H	3600-3650	Ulur O-H	
		3200-3500	Ulur O-H	
		1180-1260	Ulur C-O	

(Silverstein, 1984)

2.6.3 Scanning Electron Microscopy - Energy Dispersive X-Ray (SEM – EDX)

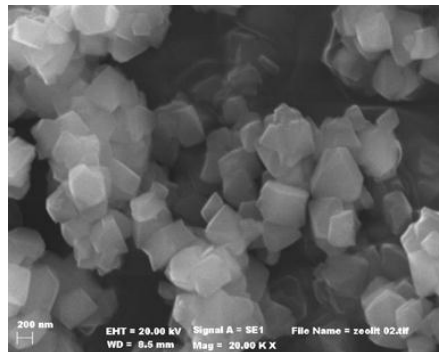
Scanning Electron Microscopy (SEM) merupakan alat sejenis mikroskop yang digunakan untuk melihat benda dengan menggunakan elektron sebagai pengganti dari cahaya (Gedde, 1995). Kelebihan SEM terletak pada fleksibilitas yang melekat karena pembangkitan sinyal ganda, proses pembentukan gambar yang mudah, rentang pembesaran yang lebar, dan bidang kedalaman yang luar biasa. Berkas sinar elektron diperoleh dari penembak elektron, gelombang elektron yang terkondensasi pada lensa kondensor akan terfokus sebagai titik yang jelas oleh lensa objektif. *Scanning coil* yang telah memperoleh energi akan menyediakan medan magnetik bagi sinar elektron yang mengenai sampel menghasilkan elektron sekunder dan akan dikumpulkan oleh detektor sekunder. Foto yang dihasilkan terdiri dari ribuan titik dengan berbagai intensitas pada permukaan *Cathode Ray Tube* sebagai topografi gambar. Tempat sampel diletakkan dalam ruang vakum untuk menghilangkan udara ataupun gas yang ada dan dapat bereaksi dengan sinar elektron. Skema mekanisme SEM ditunjukkan pada Gambar 2.15.



Gambar 2.15 Mekanisme SEM (Brundle dkk., 2001)

Pembentukan foto SEM dipengaruhi oleh sinyal elektron permukaan suatu padatan yang dihasilkan dari sinar elektron dan interaksi antar spesi. SEM dapat digunakan untuk mengkarakterisasi logam, keramik, polimer, komposit maupun material biologi (Sibilia, 1996). Dengan prinsip kerja tersebut, SEM dapat digunakan untuk menguji dan menganalisis struktur morfologi dan karakterisasi komposisi kimia seperti struktur dan bentuk pori yang terdapat pada permukaan sampel tersebut dapat diketahui dengan jelas.

Pengamatan juga dilakukan dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengetahui morfologi sampel zeolit Y standar. Hasil pengamatan ditunjukkan pada Gambar 2.16. Morfologi kristal terlihat mempunyai bentuk seragam dan bentuk kristal teratur oktahedral (Anggarini, 2013).



Gambar 2.16 Hasil SEM Zeolit Y Standar

Metode pengoperasian SEM dilengkapi dengan instrumen *energy dispersive X-Ray* (EDX) untuk emisi spektra sinar-X. EDX digunakan untuk mendapatkan komposisi unsur yang terdapat pada sampel padatan. Instrumen SEM yang dilengkapi dengan detektor EDX yang berperan untuk mengidentifikasi unsur dan memetakan distribusi unsur pada sampel. Pada prinsipnya SEM-EDX merupakan sistem analisis yang menggabungkan SEM dan EDX kedalam satu unit yang dirancang pada konsep pengembangan produk sehingga memungkinkan analisis untuk mencapai

pengamatan cepat, jelas dan akurat. Analisa EDX didasarkan pada interaksi radiasi elektromagnetik dengan suatu materi. EDX merupakan instrumen yang dapat mengukur pancaran sinar-X yang dihasilkan dari penembakan materi oleh suatu elektron. Analisa kuantitatif suatu sampel dilakukan dengan menentukan energi sinar-X dari materi yang tereksitasi oleh tembakan elektron. Sampel yang tertembak oleh suatu elektron akan memancarkan sinar-X dengan jumlah dan energi tertentu yang akan dianalisis menggunakan EDX. Energi dari sinar-X ini menunjukkan perbedaan energi antar kulit suatu unsur, sehingga analisis ini dapat menentukan komposisi unsur dari sampel.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain peralatan gelas, neraca analisis, pengaduk magnetik (*magnetic stirrer*), botol plastik *high density polyethylene* (HDPE), oven, kertas indikator pH universal. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical type Xpert Pro, *Fourier Transform Infrared* (FTIR) Shimadzu Instrument Spectrum One 8400S, SEM ZEISS EVO MA 10 dan EDX BRUKER 129 EV.

3.1.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah kaolin Bangka Belitung (45.86% SiO_2 dan 22% Al_2O_3 , wt% menggunakan XRF), natrium aluminat (NaAlO_2) (53%, wt%) Ludox (30% SiO_2 dan 70% H_2O , wt%) natrium hidroksida (NaOH $\geq 99\%$, Merck), dan aquademineralisasi.

3.2 Prosedur Kerja

Dalam penelitian ini, zeolit Y disintesis dari kaolin Bangka Belitung dan bahan murni dengan variasi komposisi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) adalah 4, 5, 6, dan 7. Sintesis zeolit Y pada penelitian ini sesuai dengan prosedur yang dilakukan Robson-Lillerud (2001) yaitu melalui beberapa tahap antara lain pembuatan gel, nukleasi dan proses kristalisasi. Proses pembuatan gel terdiri dari 3 tahap awal yaitu pembuatan *seed gel*, *feedstock gel* dan *overall gel*. Berikut tahapan dalam sintesis zeolit Y dalam penelitian ini :

a. *Seed Gel*

Pada tahap pembuatan *seed gel*, komposisi perbandingan mol bahan yang digunakan adalah $10,67\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$, dengan variasi komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) adalah 4, 5, 6, dan 7. Untuk efisiensi penggunaan bahan penelitian, maka komposisi mol dari setiap variasi disederhanakan menjadi 1/100 dari resep awal, sehingga diperoleh komposisi mol seperti pada Tabel 3.1. Sintesis diawali dengan penimbangan bahan-bahan sesuai variasi komposisi mol bahan. Kemudian aquademineralisasi ditambahkan dengan natrium hidroksida *pellet* (99% p.a) didalam gelas beker kemudian campuran diaduk hingga NaOH larut sempurna dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Campuran dipindahkan kedalam botol plastik HDPE 250 mL dan ditambahkan NaAlO_2 , kemudian diaduk hingga homogen dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Selanjutnya campuran ditambahkan ludox dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 10 menit. Kemudian botol plastik HDPE ditutup dan dibiarkan pada suhu ruang selama 24 jam. Untuk perbandingan komposisi prekursor pada pembuatan *seed gel* dari setiap variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan perbandingan 1/100 dari resep awal dapat dilihat pada Tabel 3.2.

Tabel 3.1 Komposisi Mol Reaktan Pada *Seed Gel*

Sampel	Na_2O	SiO_2	Al_2O_3	H_2O
A	0,1067	0,04	0,01	1,8
B	0,1067	0,05	0,01	1,8
C	0,1067	0,06	0,01	1,8
D	0,1067	0,07	0,01	1,8

Tabel 3.2 Komposisi Prekursor Pada *Seed Gel* 1/100 dari Resep Awal

<i>Seed Gel</i>				
Prekursor	Masa (gram)			
	A	B	C	D
NaAlO_2	1,92	1,92	1,92	1,92
Ludox	8,01	10,01	12,02	14,02
H_2O	26,79	25,39	23,99	22,58
NaOH	7,48	7,48	7,48	7,48

Keterangan :

A : Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 4$

B : Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 5$

C : Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 6$

D : Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 7$

b. *Feedstock Gel*

Untuk perbandingan mol antara *feedstock gel* yang akan ditambahkan ke *seed gel* untuk membentuk *overall gel* adalah 18:1. Untuk efisiensi penggunaan bahan penelitian, maka komposisi mol dari setiap variasi disederhanakan menjadi 1/100 dari resep awal, sehingga diperoleh komposisi mol seperti pada Tabel 3.3. Pada tahap *feedstock gel*, komposisi perbandingan mol bahan $4,3\text{Na}_2\text{O}:\text{xSiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$, dengan variasi komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) adalah 4, 5, 6, dan 7. Aquademineralisasi ditambahkan dengan NaOH *pellet* (99% p.a) di dalam gelas beker kemudian campuran diaduk hingga larut sempurna dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Campuran dipindahkan kedalam botol plastik HDPE 250 mL dan ditambahkan kaolin Bangka Belitung, kemudian diaduk hingga homogen dengan menggunakan *magnetic stirrer*. Selanjutnya campuran ditambahkan ludox dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan 600 rpm. Kemudian dilakukan penambahan *seed gel*. Untuk perbandingan komposisi prekursor pada pembuatan *feedstock gel* dari setiap variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan perbandingan 1/400 dari resep awal dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Tabel 3.3 Komposisi Mol Reaktan Pada *Feedstock Gel*

Sampel	Na_2O	SiO_2	Al_2O_3	H_2O
A	0,043	0,04	0,01	1,8
B	0,043	0,05	0,01	1,8
C	0,043	0,06	0,01	1,8
D	0,043	0,07	0,01	1,8

Tabel 3.4 Komposisi Prekursor Pada *Feedstock Gel* 1/400 dari Resep Awal

<i>Feedstock Gel</i>				
Prekursor	Massa (gram)			
	A	B	C	D
Kaolin	7,48	7,48	7,48	7,48
Ludox	1,49	4,73	7,96	11,19
H ₂ O	51,22	48,96	46,69	44,43
NaOH	5,55	5,55	5,55	5,55

Keterangan :

A : Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ = 4

B : Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ = 5

C : Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ = 6

D : Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ = 7

c. *Overall Gel*

Seed gel hasil sintesis ditambahkan kedalam *feedstock gel* dalam botol plastik HDPE 250 mL secara perlahan dan diaduk menggunakan *magnetic stirer* dengan kecepatan 600 rpm selama 20 menit. Gel yang terbentuk selanjutnya diperam (*aging*) pada suhu ruang selama 24 jam. Selanjutnya gel dimasukkan ke dalam oven untuk proses hidrotermal pada suhu 105 °C selama 12 jam. Proses hidrotermal menghasilkan padatan zeolit Y dan filtrat jernih. Padatan zeolit Y kemudian disaring menggunakan kertas saring dan corong pisah, serta dilanjutkan dengan proses pencucian menggunakan aquademineralisasi hingga pH netral atau ± 7 . Selanjutnya padatan dikeringkan pada suhu 110 °C selama 12 jam (Robson dan Lillerud, 2001).

3.3 Karakterisasi Padatan

3.3.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Padatan hasil sintesis (variasi rasio mol SiO₂/Al₂O₃) dikarakterisasi dengan Difraktometer Sinar-X untuk mengetahui intensitas partikel. Padatan sebanyak 1 gram ditumbuk sampai halus kemudian diletakkan pada sampel *holder* dan diratakan. Selanjutnya padatan dikarakterisasi dengan Difraktometer Sinar-X

(sumber radiasi sinar $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$, pada 40 kV dan 30 mA) dan sudut 2θ antara $5 - 50^\circ$ (Kulkarni dkk., 1982) dengan kecepatan scan $0.04^\circ/\text{detik}$. Tahap selanjutnya difraktogram dicocokkan dengan database pada JCPDS-*Internal Center of Diffraction* Data PCPDFWIN tahun 2001.

3.3.2 Fourier Transform Infrared (FTIR)

Spektroskopi inframerah digunakan untuk mengkarakterisasi padatan hasil sintesis sehingga dapat diketahui gugus fungsi pada sampel hasil sintesis. Sampel yang diuji adalah hasil sintesis zeolit Y dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) 4, 5, 6, dan 7 dianalisis dengan spektroskopi FTIR pada bilangan gelombang $400\text{--}4000 \text{ cm}^{-1}$. Padatan ditambahkan dengan kalium bromida (KBr) (rasio cuplikan:KBr = 1:99) dan dihaluskan kemudian dibentuk *pellet* dan dimasukkan ke dalam sampel *holder* dan dianalisis dengan spektrofotometer inframerah.

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

Analisis SEM (SEM ZEISS EVO MA 10) digunakan untuk mengetahui morfologi dari sampel yang telah disintesis dan EDX (BRUKER 129 EV) digunakan untuk mengetahui kandungan unsur yang terdapat pada padatan hasil sintesis. Sebelum dilakukan analisis, sampel terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* dan dilakukan proses *coating* dengan Pd/Au selama 15 menit pada tekanan $6 \times 10^{-2} \text{ mBar}$.

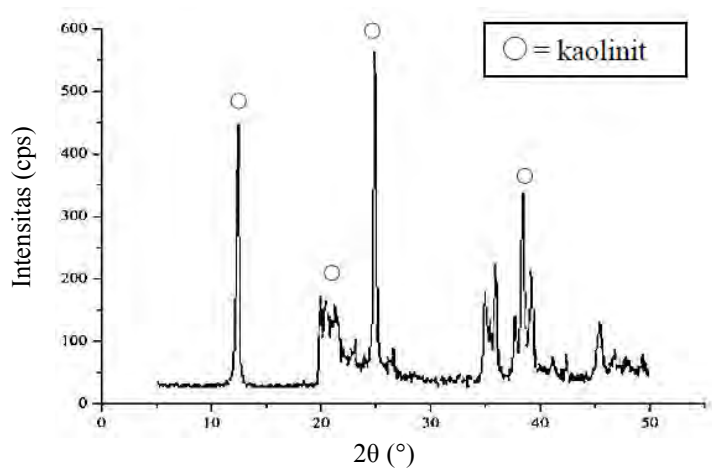
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, telah disintesis zeolit Y menggunakan metode hidrotermal. Zeolit Y disintesis dari kaolin Bangka Belitung secara langsung (tanpa kalsinasi) dengan komposisi rasio mol yang digunakan berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Robson dan Lillerud (2001) yang terbagi menjadi dua yaitu pada *seed gel* adalah $10,67\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dan pada *feedstock gel* adalah $4,3\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$. Pengaruh rasio mol pada kristalisasi zeolit Y ini diamati pada variasi komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ (x) yaitu 4, 5, 6, dan 7 dengan waktu hidrotermal 12 jam. Padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan teknik *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), dan *scanning electron microscopy-energy dispersive x-ray* (SEM-EDX). Difraksi sinar-X digunakan untuk mengetahui struktur dan fasa kristal. Sementara itu, karakterisasi dengan spektroskopi inframerah dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi dan jenis vibrasinya. Selain menggunakan dua instrumen tersebut, sampel zeolit Y juga dikarakterisasi menggunakan SEM-EDX yang bertujuan untuk mengetahui morfologi dan kandungan unsur yang ada didalam padatan hasil sintesis.

4.1 Karakterisasi Kaolin Bangka Belitung

Sampel kaolin dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa yang terdapat dalam kaolin. Gambar 4.1 merupakan difraktogram kaolin hasil karakterisasi. Kahraman (2005) dalam penelitiannya menyebutkan bahwa puncak pada $2\theta = 12,3; 24,8; \text{ dan } 38,3^\circ$ menunjukkan puncak khas yang dimiliki oleh kaolin. Pola difraktogram menunjukkan adanya kandungan fase kaolinit ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) yaitu pada $2\theta = 12,3; 20,1; 24,8; \text{ dan } 38,3^\circ$ (Ilic dkk., 2010).



Gambar 4. 1 Pola Difraktogram Sinar-X Kaolin Bangka Belitung

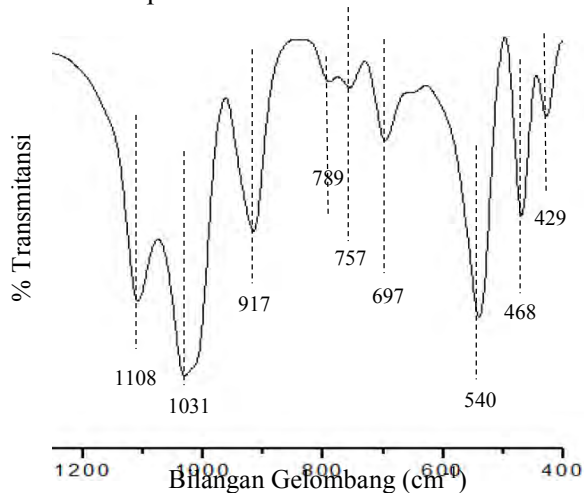
Selain itu, terdapat analisis senyawa dan persentase dari kaolin Bangka Belitung menggunakan instrumen *X-ray Flourence* (XRF) yang telah dilakukan dalam penelitian Zaman (2015) dan dihasilkan data pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data Persentase Kandungan Kaolin Bangka Belitung

Senyawa	Persentase (%)
Al ₂ O ₃	22
SiO ₂	45,86
P ₂ O ₅	3,9
K ₂ O	3,22
CaO	1,8
TiO ₂	2,2
V ₂ O ₅	0,15
Fe ₂ O ₃	8,89
CuO	0,31
Ga ₂ O ₃	0,074
Rb ₂ O	0,16
ZrO ₂	0,22
BaO	0,77

Tabel 4.1 tersebut menunjukkan data persentase senyawa yang terdapat dalam kaolin Bangka Belitung. Kandungan logam dalam kaolin juga sedikit sehingga tidak mempengaruhi proses sintesis. Hasil analisis XRF menunjukkan bahwa kaolin Bangka Belitung memiliki kandungan 45.86% silika dan 22% alumina.

Tahap selanjutnya adalah analisis gugus fungsi menggunakan instrumen spektroskopi inframerah. Spektrum kaolin pada Gambar 4.2 menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 429, 468, 540, 697, 757, 789, 917, 1031, dan 1108 cm^{-1} . Menurut Chandrasekar (1996), pita absorpsi kaolin yang muncul pada bilangan gelombang 540 cm^{-1} yang menunjukkan vibrasi ikatan Al-O pada $\text{Al}[\text{O}(\text{OH})]_6$, sedangkan pada bilangan gelombang 430, 693, 752, 794, 1035, 1096, dan 1114 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ikatan Si-O pada SiO_4 . Alkan., dkk (2005) melaporkan bahwa pada serapan 1115 dan 1008 cm^{-1} terdapat vibrasi Si-O-Si, pada serapan 795 dan 697 cm^{-1} menunjukkan vibrasi Al-O-H, sedangkan pada serapan 469 dan 430 cm^{-1} terdapat vibrasi ikatan Si-O.



Gambar 4.2 Spektrum Inframerah Kaolin Bangka Belitung

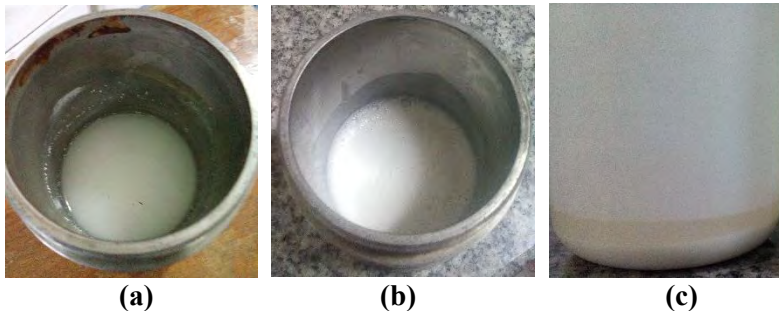
4.2 Zeolit Y Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

4.2.1 Sintesis Zeolit Y Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Pada penelitian ini, sampel zeolit Y telah disintesis secara langsung (tanpa kalsinasi) dari kaolin Bangka Belitung menggunakan metode hidrotermal dengan waktu hidrotermal 12 jam dan perlakuan *aging* selama 24 jam. Sintesis zeolit Y dilakukan melalui beberapa tahap antara lain pembuatan gel, nukleasi (*aging*) dan proses kristalisasi. Proses pembuatan gel terdiri dari 3 tahap awal yaitu pembuatan *seed gel*, *feedstock gel* dan *overall gel* (Robson dan Lillerud, 2001). Proses pembentukan gel terjadi saat pencampuran kaolin, ludox, aquademineralisasi, dan NaOH. Larutan kaolin Bangka Belitung sebagai sumber alumina dan silika, ludox sebagai sumber silika, aquademineralisasi sebagai sumber H_2O . Serta NaOH sebagai sumber alkali Na^+ , sebagai agen mineralisasi yang dapat meningkatkan kelarutan sehingga dapat mempercepat kristalisasi, dan sebagai pelarut silika dan alumina (Cejka dkk., 2010; Chareonpanich dkk., 2004). Semua prekursor tersebut dicampur dan disertai pengadukan. Pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* berfungsi untuk menghomogenkan larutan. Perbandingan komposisi rasio mol yang digunakan dalam penelitian ini berbeda-beda berdasarkan jenis gelnya yaitu *seed gel* dan *feedstock gel*. Komposisi rasio mol pada *seed gel* adalah $10,67\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$ dan *feedstock gel* adalah $4,3\text{Na}_2\text{O}:x\text{SiO}_2:1\text{Al}_2\text{O}_3:180\text{H}_2\text{O}$, dimana x merupakan variasi komposisi mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yaitu 4, 5, 6, dan 7.

Sintesis zeolit Y diawali dari pembuatan *seed gel* (pada Gambar 4.3 a) dan *feedstock gel* (pada Gambar 4.3 b). *Seed gel* merupakan gel yang berfungsi membentuk inti kristal zeolit, sedangkan *feedstock gel* merupakan gel yang berfungsi memperbanyak dan menguatkan inti kristal yang terbentuk dari *seed gel* (Kayadoe, 2013). Keduanya memiliki kesamaan bentuk berupa gel berwarna putih susu yang mengandung padatan amorf silika dan alumina. Sintesis *seed gel* melalui proses *aging* selama 24 jam pada suhu ruang untuk pembentukan inti kristal zeolit (Ojha

dkk., 2004), sedangkan pada sintesis *feedstock* tanpa perlakuan *aging*. Selain itu, pada sintesis *seed gel* dan *feedstock gel* juga melibatkan penambahan natrium hidroksida (NaOH) yang berperan sebagai *mineralising agent* (Foletto dkk., 2009). *Seed gel* kemudian ditambahkan ke dalam *feedstock gel* untuk membentuk *overall gel*. Sesuai prosedur yang dilaporkan Robson dan Lillerud (2001), dimana rasio mol optimum penambahan *feedstock gel* terhadap *seed gel* sebesar 18 : 1. Perbandingan antara *feedstock gel* dan *seed gel* sangat mempengaruhi keberhasilan sintesis zeolit. Apabila penambahan *feedstock gel* dalam jumlah yang besar terhadap *seed gel*, maka akan terjadi penurunan kristalinitas dari zeolit Y. Hal tersebut disebabkan oleh adanya reaksi antara *feedstock gel* dan *seed gel* yang berlangsung lebih cepat, sehingga kristal zeolit yang terbentuk menjadi tidak teratur.



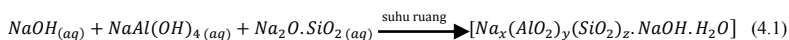
Gambar 4.3 a) *Seed Gel*, b) *Feedstock Gel*, c) *Overall Gel* setelah *aging* 24 jam

Tahap awal pada pembuatan *seed gel* yaitu dengan menimbang aquademineralisasi sesuai dengan perbandingan komposisi rasio mol yang telah ditentukan dan dimasukkan botol plastik *high density polyethylene* (HDPE). Kemudian NaOH ditimbang dan dicampurkan kedalam botol (diusahakan dilakukan secara cepat karena sifatnya yang higroskopis) sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 60-70 rpm hingga NaOH larut. Pengadukan dilakukan pada suhu

ruang dan bertujuan untuk mendapatkan campuran yang homogen. NaOH berperan sebagai induktor untuk membentuk garam silikat dan garam aluminat. Sambil tetap diaduk, NaAlO_2 (pada *seed gel*) ditambahkan dengan jumlah yang sama pada setiap variasi atau ditambahkan pula kaolin (pada *feedstock gel*) dengan jumlah yang juga sama pada setiap variasi. Kemudian ludox ditambahkan dengan jumlah yang berbeda setiap variasi, seperti pada Tabel 3.2 dan 3.4. Botol plastik HDPE kemudian ditutup rapat.

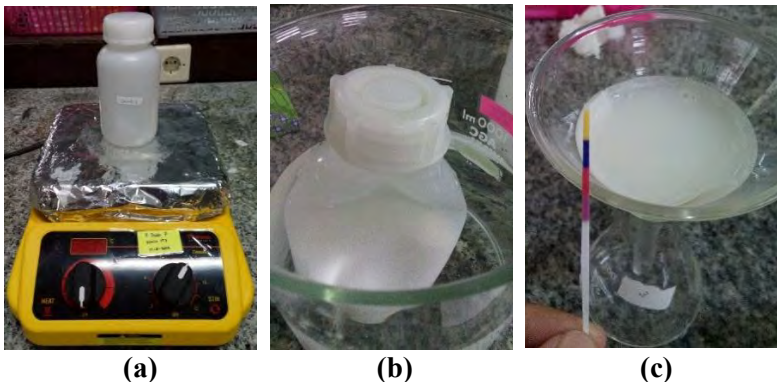
Perbedaan perlakuan pada pembuatan *seed gel* dan *feedstock gel* adalah adanya perlakuan pemeraman (*aging*) selama 24 jam di suhu ruang pada pembuatan *seed gel* dan tidak adanya perlakuan pemeraman (*aging*) di suhu ruang pada pembuatan *feedstock gel*. Selama proses pemeraman ini terjadi penataan ulang ikatan dan struktur kimia yang dapat mempengaruhi pembentukan fasa padatan (Dougherty dkk., 1995; Weitkamp dan Puppe, 1999).

Pemeraman dilakukan pada suhu ruang untuk memaksimalkan proses nukleasi sehingga terjadi pemutusan ikatan pada kaolin yang dibuktikan dengan berkurangnya kristalinitas kaolin (Rustam, 2013). Kemudian dilanjutkan dengan proses hidrotermal, dimana dalam proses ini terjadi reaksi antara material padatan dengan pelarut air pada tekanan tinggi dalam wadah tertutup (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Proses hidrotermal ini berfungsi untuk menumbuhkan inti kristal. Menurut Cundy dan Cox (2005), pada tahap ini terjadi pemutusan ikatan pada prekursor yaitu ikatan Si-O dan Al-O sehingga terbentuk ikatan baru Si-O-Al akibat adanya agen mineralisasi (Byrappa dan Yoshimura, 2001). Saat interaksi antara garam silikat dan aluminat larut dalam air inilah terjadi reaksi hidrolisis sehingga meningkatkan pH campuran. Interaksi antara garam silikat dan aluminat ini merupakan tahap awal pembentukan gel (gelasi). Reaksi yang terjadi seperti ditunjukkan dalam Persamaan 4.1.



(Manurung dkk., 2011; Ojha dkk., 2004)

Selanjutnya *seed gel* dan *feedstock gel* dicampur dan diaduk selama 20 menit dengan kecepatan 600 rpm seperti pada Gambar 4.4 (a) untuk membentuk *overall gel*. Setelah diaduk, campuran diangkat dan tanpa membuka botol, langsung dipanaskan (hidrotermal) kedalam oven dengan suhu 105 °C selama 12 jam. Setelah itu sampel dikeluarkan dari oven dan didinginkan (dengan merendam botol didalam air dengan keadaan tutup botol sedikit terbuka dan jangan sampai air untuk perendaman masuk kedalam botol) seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.4 (b). Kemudian endapan disaring dan dicuci dengan menggunakan aquademineralisasi hingga pH-nya netral (± 7) seperti pada gambar 4.4 (c). Sampel dikeringkan selama 24 jam pada suhu 105 °C didalam oven dan siap dikarakterisasi.



Gambar 4.4 (a) Pengadukan dengan *Magnetic Stirrer*, (b) Pendinginan dengan Cara Perendaman, c) Pencucian Produk Setelah Perlakuan Hidrotermal

4.2.2 Karakterisasi Zeolit Y Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

4.2.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

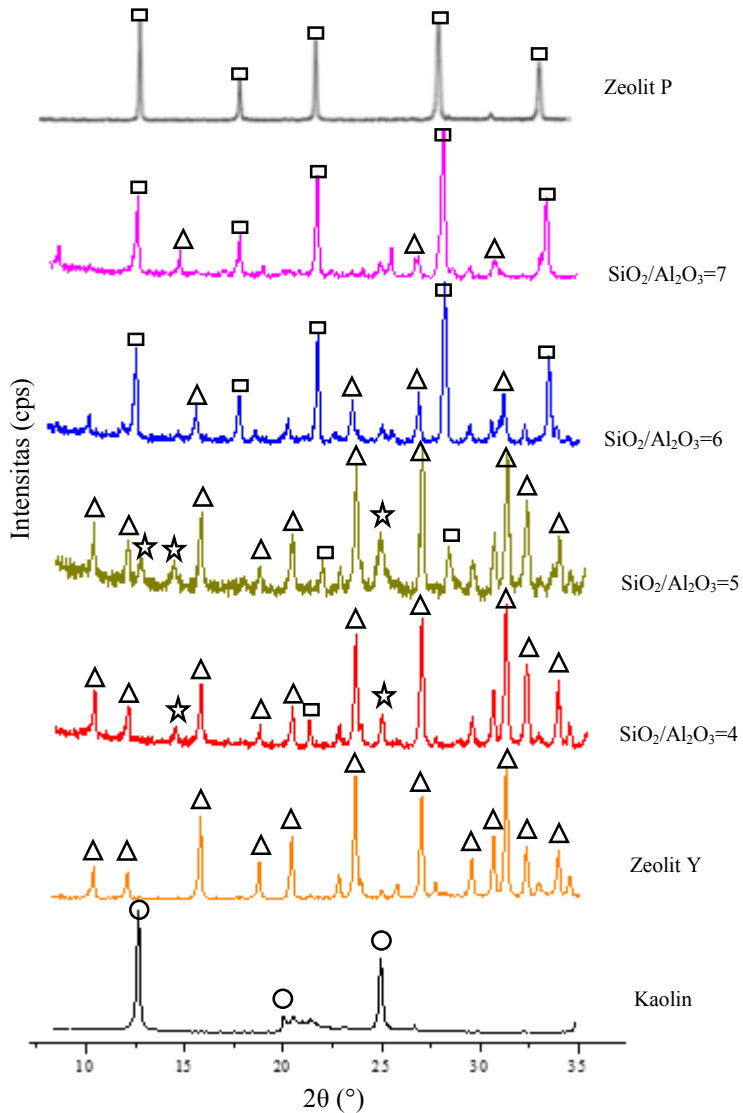
Karakterisasi XRD dilakukan untuk mengetahui fasa kristal padatan hasil sintesis. Pola difraktogram diamati pada 2θ sebesar 8-35°. Berdasarkan pola difraktogram yang diperoleh dapat dilakukan identifikasi fasa kristal dan intensitas (I) dari

sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Berdasarkan puncak karakteristik dari JCPDS No. 39-1380 bahwa zeolit Y muncul pada 2θ sekitar $15,5^\circ$; $23,5^\circ$; $26,9^\circ$; dan $31,2^\circ$ (ditandai dengan simbol Δ). Berdasarkan *Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*, puncak karakteristik dari fasa gismondine (zeolit P) biasanya ditemukan pada 2θ sekitar $12,15^\circ$; $18,04^\circ$; $20,82^\circ$; $28,02^\circ$; dan $32,66^\circ$ (ditandai dengan simbol $\square$), sedangkan fasa kaolinit memiliki puncak karakteristik pada 2θ sekitar $12,3^\circ$; $20,1^\circ$; dan $24,8^\circ$ (ditandai dengan simbol $\circ$) (Ilic dkk., 2010). Hasil difraktogram XRD ditunjukkan pada Gambar 4.5.

Hasil puncak-puncak spesifik difraktogram sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dapat dilihat pada Tabel 4.2 yang menunjukkan bahwa pada sampel variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dan 5 muncul spesifik puncak karakteristik zeolit Y (faujasit), sebagian muncul puncak pengotor seperti fasa gismondin (zeolit P) dan puncak tidak teridentifikasi (ditandai dengan simbol $\star$), sedangkan pada sampel variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6 dan 7 muncul spesifik puncak karakteristik gismondin (zeolit P), sebagian muncul puncak pengotor seperti fasa zeolit Y (faujasit) dan kaolinit.

Tabel 4.2 Fasa Kristalin pada Waktu Hidrotermal 12 jam dan Variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ yang Berbeda.

No.	Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	Fasa Utama	Fasa Pengotor
1	4	Faujasit	Gismondin dan Tidak Teridentifikasi
2	5	Faujasit	Gismondin dan Tidak Teridentifikasi
3	6	Gismondin	Faujasit
4	7	Gismondin	Faujasit



Gambar 4.5 Pola Difraktogram Sinar-X Sampel Kaolin, Zeolit Y, Sampel Variasi Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, dan Zeolit P

Sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 4 pada waktu hidrotermal 12 jam telah membentuk puncak karakteristik zeolit Y pada 2θ yaitu 10,02; 11,74; 15,43; 18,39; 20,06; 24,63; 26,63; 30,91; 32,59; dan 34,14°. Akan tetapi pada sampel ini juga masih terdapat puncak fasa pengotor gismondin pada 2θ sekitar 20,94° dan terdapat juga fasa yang tidak teridentifikasi yaitu pada 2θ sekitar 15,43 dan 26,63°. Tidak munculnya puncak kaolin menandakan bahwa kaolin sudah larut sempurna.

Pada sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 5 pada waktu hidrotermal 12 jam terbentuk fasa kristalin faujasit pada 2θ yaitu 9,97; 11,72; 15,42; 18,39; 20,07; 24,54; 26,66; 30,96; 33,62; dan 34,19°. Selain itu pada sampel ini masih terdapat fasa yang tidak teridentifikasi yaitu pada 2θ sekitar 12,38; 14,05; 24,54° dan juga terdapat puncak pengotor fasa gismondin pada 2θ sekitar 22,47 dan 28,02°. Tidak munculnya puncak kaolin menandakan kaolin sudah larut sempurna pada sampel ini.

Hasil difraktogram XRD sampel zeolit Y dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 6 dan 7 cenderung sama dengan hasil difraktogram XRD menghasilkan fasa utama gismondin (zeolit P). Hal ini ditandai dengan terbentuknya lebih banyak puncak khas zeolit P pada 2θ yaitu 12,50; 17,71; 21,70; 28,13; dan 33,41° untuk sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 6 dan munculnya puncak khas zeolit P pada 2θ yaitu 12,47; 17,70; 21,67; 28,13; dan 33,40° untuk sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 7. Pada rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6 dan 7 dapat dijelaskan bahwa puncak difraktogram zeolit P cenderung semakin bergeser ke arah 2θ yang lebih kecil dengan bertambahnya rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Selain itu, pada sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 6 juga muncul puncak fasa faujasit pada 2θ yaitu 15,55; 24,96; 26,82; dan 31,13°, sedangkan pada sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 7 juga muncul puncak fasa faujasit pada 2θ yaitu 14,64; 26,86; dan 30,77°. Berdasarkan pola dan bentuk puncak difraktogram XRD, dapat disimpulkan bahwa sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ adalah 4 dan 5 merupakan kristal

zeolit Y yang belum murni karena masih ditandai dengan munculnya puncak pengotor zeolit P, sedangkan sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ adalah 6 dan 7 merupakan kristal zeolit P yang belum murni karena masih ditandai dengan munculnya puncak pengotor zeolit Y. Berdasarkan data JCPDS No. 39-1380, sampel tergolong zeolit Y apabila memiliki puncak-puncak khas pada 2θ sekitar 11,8; 15,5; 18,6; 20,2; 23,5; 26,9; 29,4; 30,5; 31,2; 32,3; 33,9; 34,5; 37,6; dan $41,1^\circ$.

Kristal zeolit Y memiliki salah satu puncak tertinggi yang muncul pada $2\theta = \sim 31^\circ$ yang menandakan tingkat keteraturan kristal yang tinggi (Ma dkk., 2001). Semakin tinggi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, maka puncak difraktogram zeolit Y cenderung semakin bergeser ke arah 2θ yang lebih besar. Puncak-puncak spesifik yang dihasilkan oleh sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Perbandingan Hasil Puncak Spesifik pada Difraktogram Sampel dengan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, 6, 7

Variasi $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	2θ ($^\circ$)				
4	11,74	15,43	24,63	26,63	30,91
5	11,72	15,42	24,54	26,66	30,96
6	11,83	15,55	24,96	26,82	31,13
7	12,47	14,64	25,47	26,67	33,40

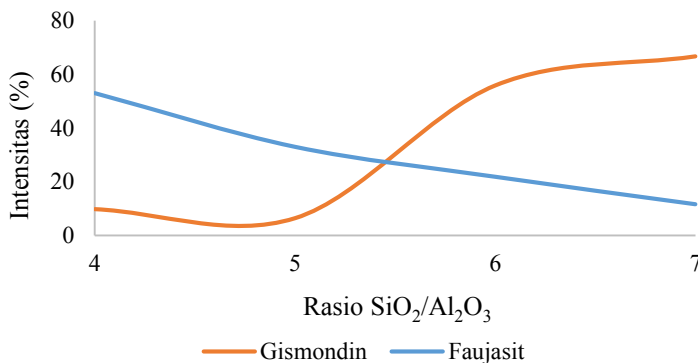
Berdasarkan data JCPDS No. 39-1380 yang menunjukkan bahwa salah satu puncak tertinggi dari kristal zeolit NaY muncul pada $2\theta = \sim 31^\circ$, maka pengukuran intensitas dilakukan pada 2θ sekitar $30\text{--}31^\circ$ dan didapatkan hasil pada Tabel 4.4. Tabel tersebut menunjukkan sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ sama dengan 4 memiliki intensitas puncak tertinggi pada 2θ yaitu $30,91^\circ$ sebesar 58,14. Xu dkk. (2007) menjelaskan bahwa alkalinitas adalah perbandingan OH^-/Si sehingga apabila semakin tinggi rasio Si, maka alkalinitasnya akan semakin rendah. Jika alkalinitas semakin rendah, maka kelarutan sumber silika dan alumina akan lebih

rendah dan tingkat polimerisasi anion polisilikat dan aluminat meningkat sehingga semakin rendah alkalinitas akan memperpanjang periode induksi dan waktu nukleasi serta memperlambat kristalisasi. Hal ini menyebabkan intensitas pada $2\theta = \sim 31^\circ$ (salah satu puncak khas dan tertinggi dari zeolit Y berdasarkan data JCPDS No. 39-1380) semakin menurun seiring bertambahnya jumlah rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

Tabel 4.4 Perbandingan Hasil Nilai Intensitas pada Difraktogram Sampel dengan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, 6, 7

Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	2θ ($^\circ$)	Intensitas (%)
4	30,91	58,14
5	30,96	32,67
6	31,12	25,40
7	30,77	11,19

Hubungan antara variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan intensitas pembentukan fasa faujasit dan fasa gismondin digambarkan pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Hubungan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Intensitas Pembentukan Fasa Faujasit dan Fasa Gismondin

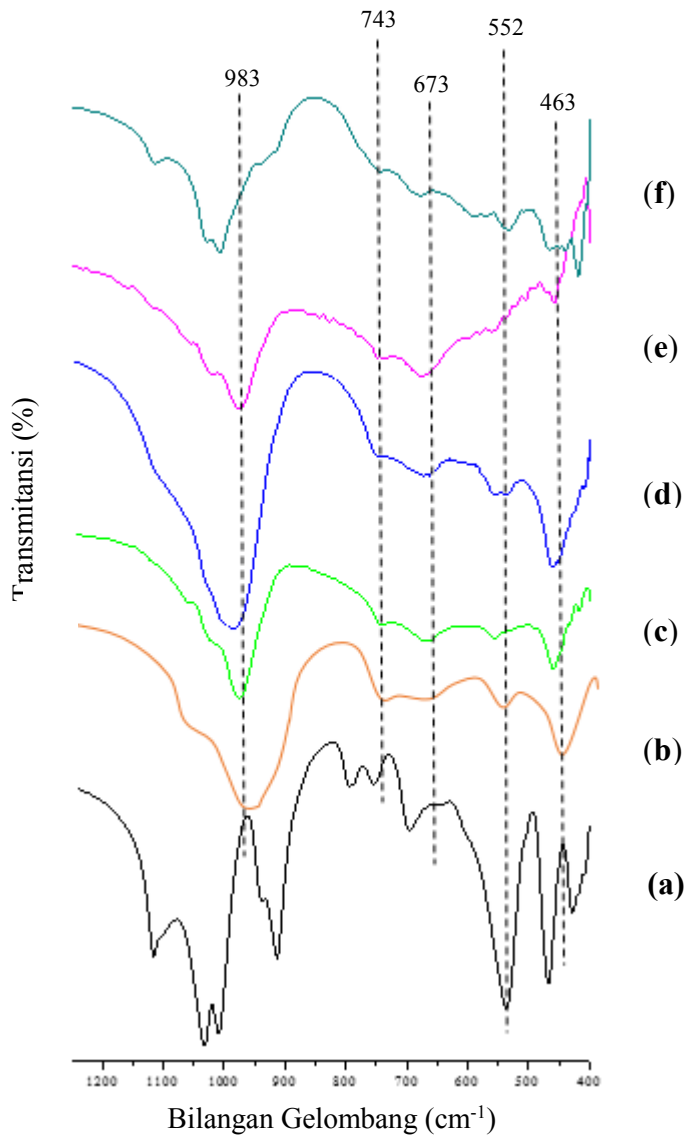
Pembentukan fasa faujasit cenderung menurun intensitasnya seiring bertambahnya rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, sedangkan pembentukan fasa gismondin cenderung meningkat intensitasnya seiring bertambahnya rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$.

4.2.2.2 Spektroskopi Inframerah

Karakterisasi spektra FTIR yang menggunakan instrumen spektroskopi inframerah Shimadzu *Instrument Spectrum One* 8400S dilakukan untuk mengidentifikasi struktur dan gugus fungsi yang terkandung dalam sampel hasil sintesis. Spektra diukur pada bilangan gelombang $1250\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ untuk setiap variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada kondisi waktu hidrotermal 12 jam. Spektra FTIR dari sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ditunjukkan oleh Gambar 4.7 dan menghasilkan puncak pita serapan seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Bilangan Gelombang (cm^{-1}) Karakteristik Fasa Kristalin Pada Sampel dengan Variasi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

Vibrasi	$1/\lambda\text{ (cm}^{-1}\text{)}$			
	C	D	E	F
- Vibrasi eksternal ulur asimetri	743 1055	743	737	745 1026 1111
- Vibrasi eksternal ulur simetri	974	984	976 1018	1007
- Vibrasi eksternal cincin ganda D4R atau D6R	557	552	550	542 596
- Vibrasi internal TO_4 tetrahedral	461	463	459	467



Gambar 4.7 Spektra Inframerah Pada Sampel (a) Kaolin, (b) Zeolit Y, (c) Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, (d) 5, (e) 6, (f) 7

Pada karakterisasi inframerah ini, terdapat spektra inframerah dari kaolin yang muncul pada serapan bilangan gelombang 470, 540, 700, 754, 912, 931, dan 1034 cm^{-1} . Puncak kaolin pada bilangan gelombang sekitar 700 dan 754 cm^{-1} tidak muncul dalam spektra sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, sehingga dapat disimpulkan bahwa struktur kaolin telah larut. Spektra inframerah sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ pada Gambar 4.7 (b-f) menunjukkan beberapa puncak serapan spesifik yaitu sekitar 745-737; 1007-974; 596-542; 467-459; 421-397 cm^{-1} . Bilangan gelombang 745-737 cm^{-1} menunjukkan vibrasi eksternal asimetri dan bilangan gelombang 1007-974 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur eksternal simetri. Puncak pada bilangan gelombang sekitar 914 cm^{-1} dapat digunakan sebagai penanda keberadaan fasa kaolinit, sedangkan pada bilangan gelombang 596-542 cm^{-1} menunjukkan vibrasi eksternal cincin ganda D4R atau D6R dan bilangan gelombang 459-467 cm^{-1} menunjukkan vibrasi internal TO_4 tetrahedral (Li, 2005).

Semua pita serapan yang disebabkan oleh vibrasi internal dalam kerangka adalah sensitif terhadap struktur dan komposisi kerangka. Menurut data daerah serapan zeolit yang dilaporkan oleh Flanigen dkk. (1971) menunjukkan bahwa pada Gambar 4.7 (b-f) ditemukan serapan pada daerah bilangan gelombang 500-650 cm^{-1} . Oleh karena itu, seperti yang telah dijelaskan pada pembahasan sebelumnya bahwa didalam zeolit Y terdapat vibrasi cincin ganda. Dengan adanya vibrasi cincin ganda (D4R atau D6R) pada setiap sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menandakan bahwa sampel yang disintesis pada penelitian ini adalah zeolit Y (Breck, 1974).

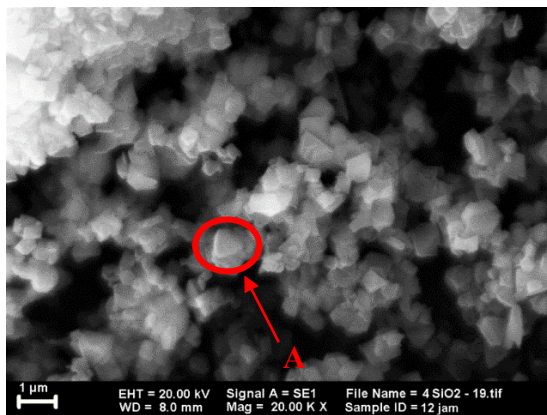
Hasil spektroskopi inframerah untuk sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, 6, dan 7 pada waktu hidrotermal 12 jam (Gambar 4.7 c, d, e, dan f) sudah tidak menunjukkan puncak serapan pada sekitar bilangan gelombang yang menjadi karakteristik dari kaolin, sehingga dapat dikatakan kaolin sudah bereaksi sempurna. Berdasarkan penjelasan tersebut dapat

disimpulkan bahwa fasa zeolit Y (ditandai dengan garis putus-putus) telah terbentuk pada kondisi sintesis yaitu rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, 6, dan 7 dengan waktu hidrotermal 12 jam. Akan tetapi, terjadi pergeseran bilangan gelombang sekitar $1000\text{-}950\text{ cm}^{-1}$ pada spektrum rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7, sedangkan bilangan gelombang lain pada spektrum rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4,5, dan 7 tidak terjadi pergeseran dan cenderung mirip dengan spektrum zeolit Y.

4.3.2.3 Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray (SEM-EDX)

Pengamatan dengan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) bertujuan untuk mengetahui morfologi dan ukuran kristal sampel, sedangkan untuk mengetahui unsur-unsur yang terdapat dalam sampel dapat dianalisis menggunakan *Electron Dispersive X-ray* (EDX). Hasil karakterisasi XRD dan FTIR sampel dengan variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, dan 6 menunjukkan pola difraktogram dan pola spektra inframerah yang seragam dengan zeolit Y. Oleh karena itu, karakterisasi SEM-EDX dilakukan pada sampel zeolit Y rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4, 5, dan 6.

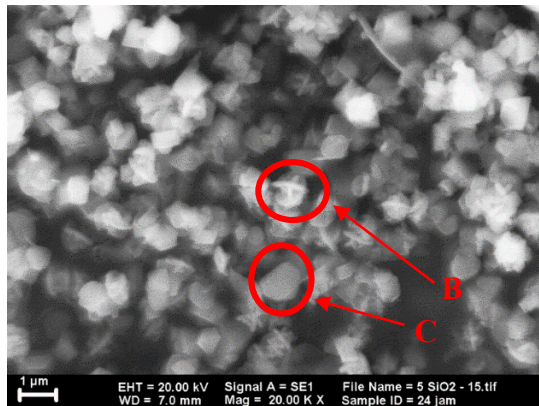
Gambar 4.8 menunjukkan hasil karakterisasi SEM sampel rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4.



Gambar 4.8 Sampel Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4

Berdasarkan Gambar 4.8 menunjukkan bahwa kristal partikel pada sampel rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 memiliki morfologi bentuk kristal yang seragam dan teratur yang berbentuk kotak menggumpal atau saling melekat dengan sudut yang lebih tajam (seperti yang ditunjukkan oleh panah A pada Gambar 4.8) dengan ukuran partikel pada sampel ini sekitar $1\ \mu\text{m}$.

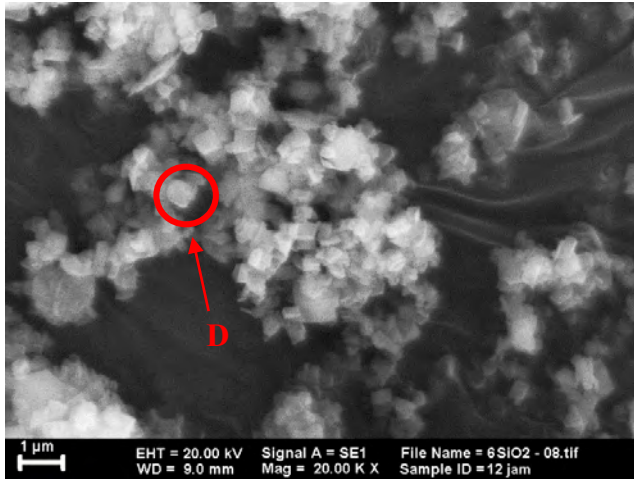
Pada kristal sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 memiliki dua bentuk morfologi kristal yaitu kotak dan terdapat bentuk mengerucut dengan puncak berbentuk X yang masing-masing menggumpal (seperti yang ditunjukkan oleh panah B dan C pada Gambar 4.9) dengan ukuran partikel pada sampel ini sekitar $1,2\ \mu\text{m}$.



Gambar 4.9 Sampel Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4

Pada kristal sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6 menunjukkan bahwa hampir semua partikel sampel memiliki morfologi bentuk kristal yang seragam dan teratur yang berbentuk kotak menggumpal atau saling melekat dengan sudut yang kurang tajam dibandingkan sampel dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 (seperti yang ditunjukkan oleh panah D pada Gambar 4.10) dengan ukuran partikel pada sampel ini sekitar $0,6\ \mu\text{m}$. Oleh karena itu, dapat

disimpulkan bahwa kristal zeolit Y pada sampel variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ memiliki ukuran partikel 0,6-1,2 μm .



Gambar 4.10 Sampel Zeolit Y Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6

Berdasarkan hasil SEM dapat diperkirakan ukuran partikel kristal zeolit Y yang didapatkan. Seperti yang telah dilaporkan oleh Chen dkk., (2007) yang membagi zeolit menurut rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ bahwa pada dasarnya zeolit Y merupakan zeolit bersilika tinggi dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 5,1$ dan Robson dan Lillerud (2001) juga melaporkan bahwa zeolit Y merupakan zeolit bersilika tinggi dengan rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 10$. Oleh karena itu, dilakukan analisa menggunakan *Electronic Dispersive X-ray* (EDX) untuk mengetahui apakah sampel zeolit Y yang terbentuk adalah bersilika tinggi.

Tabel 4.6 menunjukkan hasil karakterisasi dari EDX yang menunjukkan komposisi unsur yang terdapat dalam sampel variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Berdasarkan perhitungan komposisi rasio Si/Al dapat diketahui bahwa komposisi rasio Si/Al dalam sampel hasil sintesis adalah meningkat seiring dengan bertambah

tingginya variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Oleh karena itu, sampel hasil sintesis termasuk dalam golongan zeolit bersilika tinggi (kaya Si). Namun, perbandingan Si/Al dalam sampel hasil sintesis secara perhitungan diketahui lebih rendah daripada perbandingan Si/Al yang digunakan pada campuran sintesis secara teoritis. Hal ini dapat disebabkan karena dalam pembentukan struktur zeolit Y, tidak seluruh aluminium terpakai dalam pembentukan strukturnya (Kim dkk., 2003).

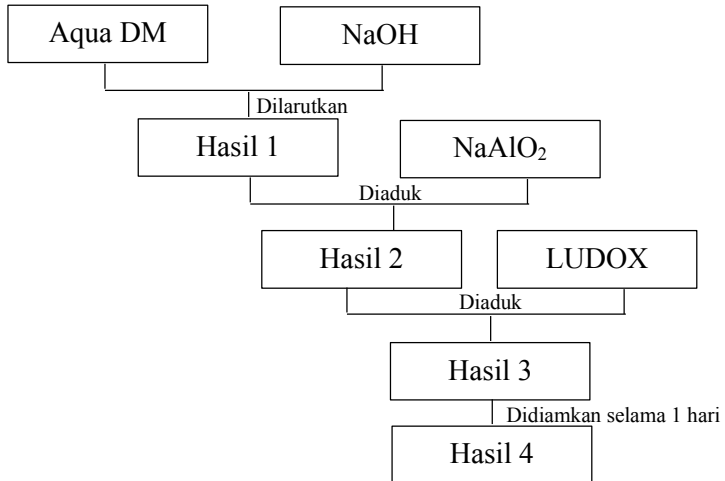
Tabel 4.6 Perhitungan Komposisi Rasio Aluminosilikat dan Komposisi Penyusun Lain Dalam Kristal

Rasio $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ Gel	% Atom				Rasio Si/Al
	Si	Al	O	Na	
4	7,81	9,21	72,44	10,53	0,85
5	3,86	4,41	86,15	5,58	0,88
6	3,24	3,21	88,91	4,64	1,01

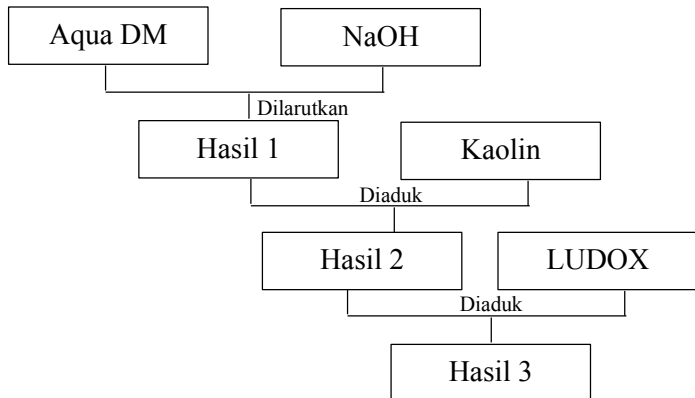
LAMPIRAN

Lampiran A : Skema Kerja Sintesis Zeolit Y

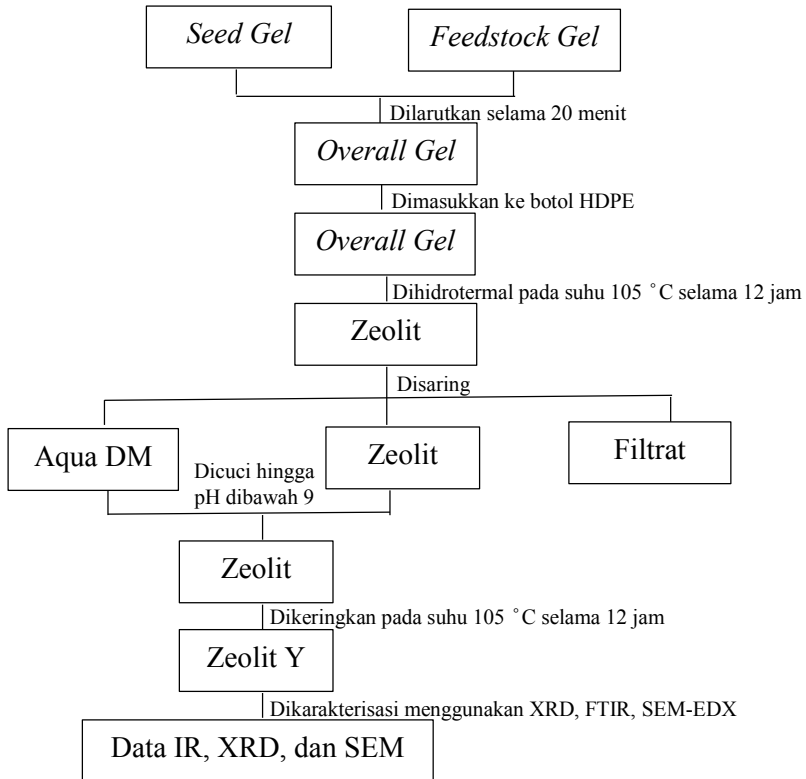
1. Pembuatan *Seed Gel*



2. Pembuatan *Feedstock Gel*



3. Pembuatan *Overall Gel*



Lampiran B : Perhitungan Komposisi Mol Sintesis Zeolit Y

1. Persentase Komposisi Bahan

- a) NaAlO_2
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 50 - 56\%$, rata-rata = 53% ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{Na}_2\text{O} = 40 - 45\%$, rata-rata = $42,5\%$ ($M_r = 62 \text{ g/mol}$)
 - $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 0,05\%$
- b) Kaolin
 - $\text{Al}_2\text{O}_3 = 22 \%$ ($M_r = 101,96 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 45,86 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
- c) LUDOX ($M_r = 60 \text{ g/mol}$)
 - $\text{SiO}_2 = 30 \%$ ($M_r = 60,09 \text{ g/mol}$)
 - $\text{H}_2\text{O} = 70 \%$ ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- d) Aqua DM ($M_r = 18 \text{ g/mol}$)
- e) NaOH pellet = 99% ($M_r = 40 \text{ g/mol}$)

2. Pembuatan *Seed Gel*

Komposisi molar bahan untuk pembuatan *seed gel*

$\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O} = 10,67 : 1 : 4 : 180$

- a) 1 mol Al_2O_3
 Massa NaAlO_2 yang dibutuhkan

$$\begin{aligned} \text{Gram Al}_2\text{O}_3 &= n \times M_r \\ &= 1 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gram/mol} \\ &= 101,96 \text{ gram} \end{aligned}$$

Persentase Al_2O_3 dalam NaAlO_2 adalah 53% , maka massa NaAlO_2 yang harus diambil adalah:

$$\begin{aligned} \text{Massa NaAlO}_2 &= \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{53\%} \\ &= \frac{101,96 \text{ gram}}{53\%} \\ &= 192,38 \text{ gram} \end{aligned}$$

b) 4 mol SiO_2

Massa LUDOX yang diperlukan

$$\text{Massa SiO}_2 = n \times \text{Mr}$$

$$= 4 \text{ mol} \times 60,09 \text{ g/mol}$$

$$= 240,36 \text{ gram}$$

Persentase SiO_2 dalam LUDOX = 30%, maka massa LUDOX yang harus diambil adalah

$$\text{Massa LUDOX} = \frac{\text{massa SiO}_2}{34,25\%}$$

$$= \frac{240,36 \text{ gram}}{30\%}$$

$$= 801,2 \text{ gram}$$

c) 180 mol H_2O

Massa H_2O yang diperlukan

$$\text{Massa H}_2\text{O} = n \times \text{Mr}$$

$$= 180 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol}$$

$$= 3240 \text{ gram}$$

Persentase H_2O dalam LUDOX adalah 70%

$$\text{Massa H}_2\text{O} = 70\% \times \text{massa LUDOX}$$

$$= 70\% \times 801,2 \text{ gram}$$

$$= 560,84 \text{ gram}$$

Sehingga gram H_2O yang harus diambil adalah

$$\text{Massa H}_2\text{O} = (3240 - 560,84) \text{ gram}$$

$$= 2679,16 \text{ gram}$$

d) 10,67 mol Na_2O

Massa NaOH yang diperlukan

Persentase Na_2O dalam NaAlO_2 adalah 42,5%

$$\text{Massa Na}_2\text{O} = 42,5\% \times \text{massa NaAlO}_2$$

$$= 42,5\% \times 192,38 \text{ gram}$$

$$= 81,76 \text{ gram}$$

$$\text{Mol Na}_2\text{O} = \frac{81,76 \text{ gram}}{62 \text{ gram/mol}}$$

$$= 1,32 \text{ mol}$$

maka NaOH yang perlu ditambahkan adalah

$$\text{mol NaOH} = (10,67 - 1,32) \text{ mol}$$

$$= 9,35 \text{ mol (ditambahkan dari NaOH)}$$

$$\text{Penambahan NaOH} = 2 \times 9,35 \text{ mol}$$

$$= 18,7 \text{ mol}$$

$$\text{Gram NaOH yang harus ditambahkan} = 18,7 \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol}$$

$$= 748 \text{ gram}$$

Semua massa bahan dalam *seed gel* dibagi dengan 100, sehingga massa bahan untuk pembuatan *seed gel* adalah :

$$\text{NaAlO}_2 = 192,38 \text{ gram} : 100 = 1,92 \text{ gram}$$

$$\text{LUDOX} = 801,2 \text{ gram} : 100 = 8,01 \text{ gram}$$

$$\text{H}_2\text{O} = 2679,16 \text{ gram} : 100 = 26,79 \text{ gram}$$

$$\text{NaOH} = 748 \text{ gram} : 100 = \underline{7,48 \text{ gram}} +$$

$$\text{Massa total teoritis} = 44,2 \text{ gram}$$

Tabel B.1 Komposisi Prekursor Pada *Seed Gel* 1/100 resep

Prekursor	<i>Seed Gel</i>			
	Massa (gram)			
	A	B	C	D
NaAlO ₂	1,92	1,92	1,92	1,92
LUDOX	8,01	10,01	12,02	14,02
H ₂ O	26,79	25,39	23,99	22,58
NaOH	7,48	7,48	7,48	7,48
TOTAL	44,2	44,8	45,41	46

Untuk membuat *overall gel*, massa seed gel yang ditambahkan ke dalam feedstock gel adalah 3,96 gram untuk variasi A ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=4$); 4,02 gram untuk variasi B ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=5$), 4,07

gram untuk variasi C ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=6$), 4,12 gram untuk variasi D ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=7$) sehingga komposisi molar masing-masing bahan dalam *seed gel* ditunjukkan pada tabel berikut.

Tabel B.1 Komposisi Molar Masing-Masing Bahan Dalam 3,96 gram *Seed Gel* Pada Variasi 1

Bahan	Mol	Gram
Na_2O	0,1067	$0,1067 \text{ mol} \times 62 \text{ gram/mol} = 6,62 \text{ gram}$
Al_2O_3	0,01	$0,01 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gram/mol} = 1,02 \text{ gram}$
SiO_2	0,04	$0,04 \text{ mol} \times 60 \text{ gram/mol} = 2,4 \text{ gram}$
H_2O	1,8	$1,8 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol} = 32,4 \text{ gram}$

Tabel B.2 Mol Komponen Dalam 3,96 gram *Seed Gel* Pada Variasi 1

Mol Na_2O	$= (3,96 \text{ gram}/44,2 \text{ gram}) \times 0,1067 \text{ mol}$ $= 0,0096 \text{ mol}$
Mol Al_2O_3	$= (3,96 \text{ gram}/44,2 \text{ gram}) \times 0,01 \text{ mol}$ $= 0,0009 \text{ mol}$
Mol SiO_2	$= (3,96 \text{ gram}/44,2 \text{ gram}) \times 0,04 \text{ mol}$ $= 0,0036 \text{ mol}$
Mol H_2O	$= (3,96 \text{ gram}/44,2 \text{ gram}) \times 1,8 \text{ mol}$ $= 0,1613 \text{ mol}$

3. Pembuatan *Feedstock Gel*

Perbandingan *feedstock gel* : *seed gel* yang harus ditambahkan untuk membentuk overall gel adalah 18 : 1.

$$\begin{aligned}
 &\text{Rasio perbandingan } \text{SiO}_2 \text{ dan } \text{Al}_2\text{O}_3 \text{ pada } \textit{feedstock gel} : \textit{seed gel} \\
 &= (0,0645 + 0,0161) : (0,0036 + 0,0009) \\
 &= 0,081 : 0,0045 \\
 &= 18 : 1
 \end{aligned}$$

Tabel B.3 Rasio SiO_2 dan Al_2O_3 pada *feedstock gel* : *seed gel* Pada Variasi 1

Spesi	Mol Al_2O_3	Mol SiO_2	Mol H_2O
<i>Seed gel</i>	0,0009	0,0036	0,1613
<i>Feedstock gel</i>	0,016131	0,064523	2,903541
Rasio terhadap Al_2O_3	1	4	180

a) Massa kaolin yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa Al}_2\text{O}_3 &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,016131 \text{ mol} \times 101,96 \text{ gram/mol} \\ &= 1,645 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase Al_2O_3 dalam kaolin adalah 22%, maka massa kaolin yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa kaolin} &= \frac{\text{massa Al}_2\text{O}_3}{22\%} \\ &= \frac{1,645 \text{ gram}}{22\%}\end{aligned}$$

$$= 7,48 \text{ gram}$$

b) Massa LUDOX yang diperlukan

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 &= n \times \text{Mr} \\ &= 0,064523 \text{ mol} \times 60,09 \text{ gr/mol} \\ &= 3,877 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase SiO_2 dalam kaolin adalah 45,86%, maka massa SiO_2 dari kaolin adalah

$$\begin{aligned}\text{Massa SiO}_2 \text{ dari kaolin} &= 45,86\% \times \text{massa kaolin} \\ &= 45,86\% \times 7,48 \text{ gram} \\ &= 3,43 \text{ gram}\end{aligned}$$

Persentase SiO_2 dalam LUDOX adalah 30%, maka massa SiO_2 yang dibutuhkan dari LUDOX yang harus diambil adalah

$$\text{Massa SiO}_2 \text{ dari LUDOX} = (3,877 - 3,43) \text{ gram}$$

$$= 0,447 \text{ gram}$$

$$\begin{aligned} \text{Massa LUDOX yang dibutuhkan} &= \frac{0,45 \text{ gram}}{30\%} \\ &= 1,49 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{c) Massa H}_2\text{O} \\ \text{Massa H}_2\text{O} &= n \times \text{Mr} \\ &= 2,903541 \text{ mol} \times 18 \text{ gram/mol} \\ &= 52,264 \text{ gram} \end{aligned}$$

Persentase H₂O dalam LUDOX adalah 70%

$$\begin{aligned} \text{Massa H}_2\text{O} &= 70\% \times \text{massa LUDOX} \\ &= 70\% \times 1,49 \text{ gram} \\ &= 1,0547 \text{ gram} \end{aligned}$$

Sehingga massa H₂O yang harus diambil adalah

$$\begin{aligned} \text{Massa H}_2\text{O} &= (52,264 - 1,0547) \text{ gram} \\ &= 51,22 \text{ gram} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{d) Massa NaOH} \\ \text{Massa NaOH} &= 2 \times \text{Na}_2\text{O} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 2 \times (0,016131 \times 4,3) \text{ mol} \times 40 \text{ gram/mol} \\ &= 5,55 \text{ gram} \end{aligned}$$

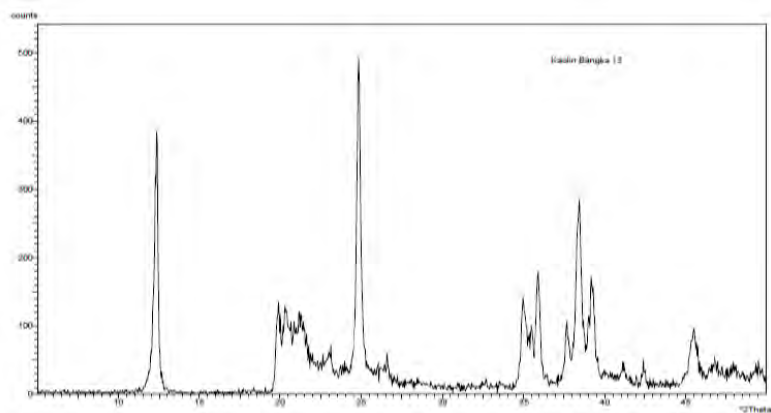
Tabel B.4 Komposisi Prekursor Pada *Feedstock Gel* 1/100 resep

<i>Feedstock Gel</i>				
Prekursor	Massa (gram)			
	A	B	C	D
Kaolin	7,48	7,48	7,48	7,48
LUDOX	1,49	4,73	7,96	11,19
H ₂ O	51,22	48,96	46,69	44,43
NaOH	5,55	5,55	5,55	5,55

Lampiran C : Data Karakterisasi

1. Data XRD

a. Kaolin Bangka Belitung



N'Pert Graphics & Identify
(searched) peak list: kaolin bangka 13

User-1
Date: 7/21/13 12:53

Description:
Innovatd Q/Kinno ITS

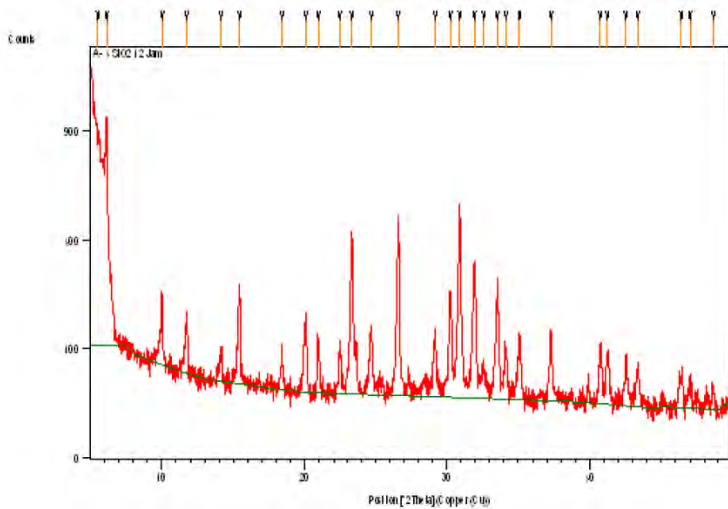
Original scan: kaolin bangka 13
Scan created: 7/22/13 11:00
Description of scan:
Innovatd Q/Kinno ITS

Used wavelength: K-Alpha
Wavelength (Å): 1.54056

Peak search parameter set:
Set created: 10/15/10 03:38
Peak positions defined by: Minimum of 2nd derivative
Minimum peak up width (°2Theta): 0.00
Maximum peak up width (°2Theta): 1.00
Peak base width (°2Theta): 2.00
Minimum significance: 0.60

d-spacing (Å)	Relative Intensity (%)	Angle (°2Theta)	Peak Height (counts)	Background (counts)	Tip Width (°2Theta)	Significance
7.17221	76.91	12.33067	369.90	3.21	0.16000	3.31
4.46475	23.99	19.86930	115.39	4.32	0.16000	1.00
4.36081	24.02	20.34787	115.52	5.05	0.20000	1.06
4.17699	21.81	21.25349	104.92	6.42	0.32000	0.87
3.86366	10.80	22.99967	51.95	9.07	0.16000	1.31
3.57883	100.00	24.63834	480.97	11.90	0.20000	5.27

b. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



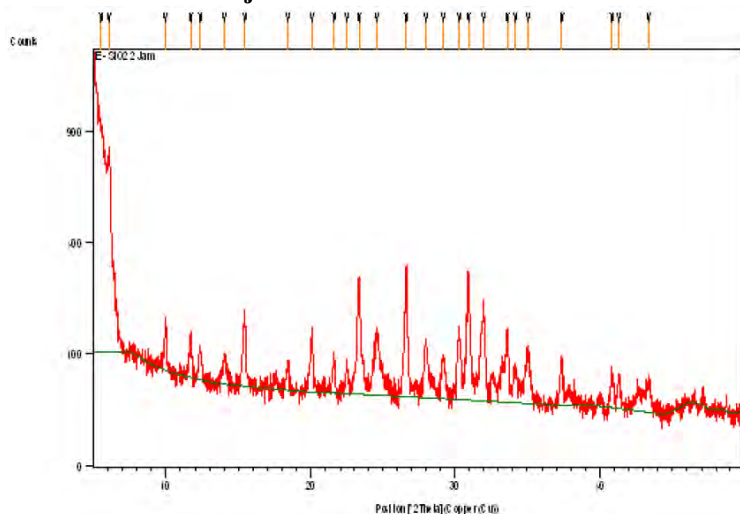
Date: 5/27/2016 Time: 1:19:28 PM

File: A - 4 SiO2 12 Jam

User: State Univ of Malang

Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.5579	758.41	0.9446	15.90127	86.39
6.1403	877.89	0.0787	14.39427	100.00
10.0182	161.07	0.0787	8.82950	18.35
11.7383	116.85	0.1181	7.53919	13.31
14.1494	49.08	0.1181	6.25947	5.59
15.4273	208.59	0.0984	5.74372	23.76
18.3939	48.70	0.1574	4.82351	5.55
20.0612	136.18	0.0984	4.42625	15.51
20.9364	86.31	0.0787	4.24316	9.83
22.4444	72.18	0.1574	3.96136	8.22
23.2894	401.70	0.1378	3.81951	45.76
24.6275	112.49	0.1378	3.61493	12.81
26.6327	465.21	0.1771	3.34714	52.99
29.2009	104.30	0.1181	3.05834	11.88
30.2720	194.46	0.1378	2.95252	22.15
30.9104	510.44	0.1181	2.89299	58.14
31.9527	297.22	0.1574	2.80096	33.86
32.5868	39.76	0.3149	2.74789	4.53
33.5523	243.58	0.1181	2.67099	27.75
34.1367	72.46	0.1968	2.62659	8.25
35.1018	98.45	0.1574	2.55655	11.21
37.2932	102.95	0.1574	2.41121	11.73
40.7507	84.51	0.1968	2.21426	9.63
41.2492	67.76	0.1574	2.18865	7.72
42.5374	53.35	0.1968	2.12530	6.08
43.3495	47.85	0.1968	2.08735	5.45
46.4095	35.12	0.3542	1.95660	4.00
46.9981	30.93	0.2362	1.93346	3.52
48.6307	21.57	0.1920	1.87075	2.46

c. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



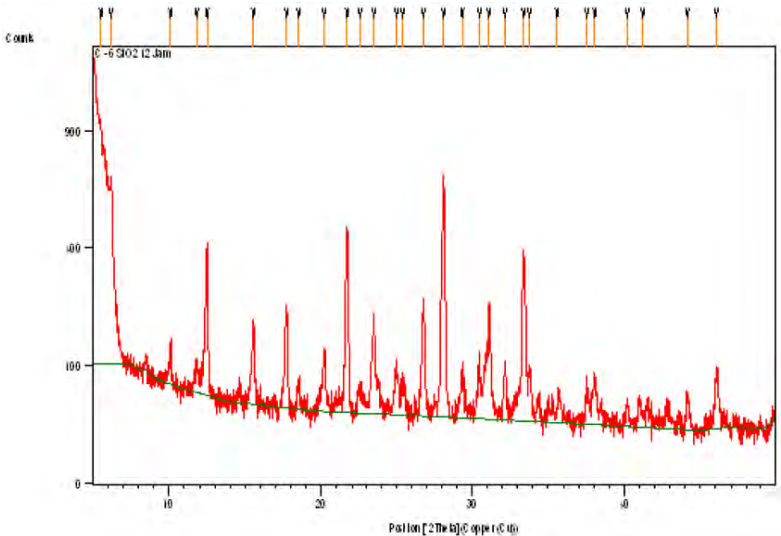
Date: 5/27/2016 Time: 1:17:26 PM

File: E - SiO2 2 Jam

User: State Univ of Malang

Pos. [°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
5.5322	808.84	0.9446	15.97493	100.00
6.0925	662.90	0.0984	14.50716	81.96
9.9705	75.03	0.1181	8.87164	9.28
11.7148	69.16	0.1968	7.55427	8.55
12.3772	50.51	0.1574	7.15147	6.25
14.0458	42.63	0.3149	6.30540	5.27
15.4174	124.39	0.1574	5.74742	15.38
18.3936	36.62	0.2362	4.82361	4.53
20.0712	110.91	0.1181	4.42405	13.71
21.5918	52.27	0.1968	4.11581	6.46
22.4730	36.14	0.2362	3.95637	4.47
23.3078	247.23	0.1378	3.81653	30.57
24.5433	100.21	0.2362	3.62713	12.39
26.6573	266.99	0.1378	3.34410	33.01
28.0183	82.63	0.2362	3.18467	10.22
29.2178	59.85	0.1574	3.05660	7.40
30.3127	116.41	0.1968	2.94865	14.39
30.9564	264.21	0.0787	2.88880	32.67
31.9872	169.90	0.1968	2.79801	21.01
33.6195	109.91	0.1574	2.66581	13.59
34.1991	45.63	0.2362	2.62194	5.64
35.0771	78.89	0.1574	2.55830	9.75
37.3711	63.88	0.1574	2.40636	7.90
40.8486	38.98	0.2362	2.20918	4.82
41.3149	39.84	0.1574	2.18532	4.93
43.3570	29.61	0.2880	2.08528	3.66

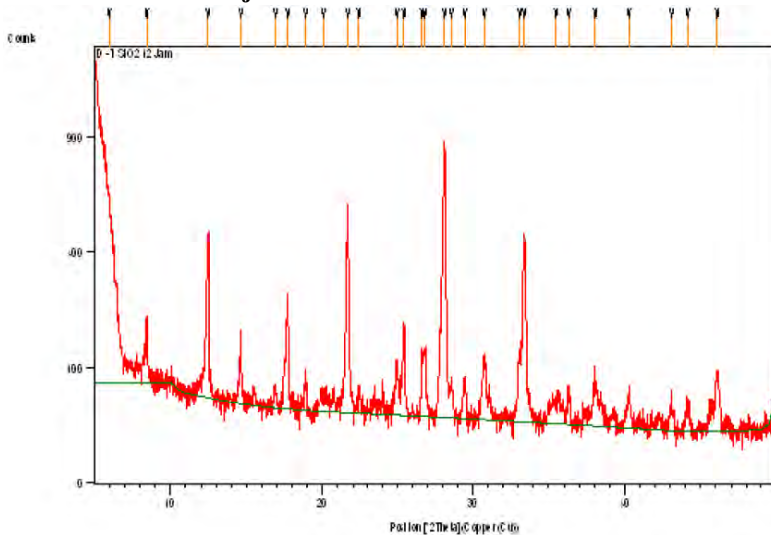
d. Komposisi Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ 6 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



Date: 5/27/2016 Time: 1:18:29 PM File: C - 6 SiO2 12 Jam User: State Univ of Malang

Pos. [°2Th.]	Height[cts]	FWHM[°2Th.]	d-spacing[Å]	Rel.Int.[%]
5.5291	790.28	0.9446	15.98401	100.00
6.1992	575.32	0.0984	14.25773	72.80
10.0991	69.12	0.1181	8.75897	8.75
11.8306	51.64	0.1181	7.48061	6.53
12.5031	367.56	0.1181	7.07971	46.51
15.5493	147.45	0.0787	5.69894	18.66
17.7114	168.67	0.1181	5.00783	21.34
18.5239	31.54	0.1181	4.78997	3.99
20.1858	74.71	0.1181	4.39921	9.45
21.7024	441.45	0.1378	4.09508	55.86
22.5619	25.42	0.3936	3.94099	3.22
23.4510	171.83	0.0787	3.79356	21.74
24.9590	57.59	0.2755	3.56767	7.29
25.4509	52.00	0.1968	3.49982	6.58
26.8183	172.73	0.1378	3.32439	21.86
28.1279	661.86	0.1968	3.17252	83.75
29.3791	56.86	0.1574	3.04019	7.20
30.4854	95.03	0.0984	2.93234	12.03
31.1259	200.76	0.0787	2.87345	25.40
32.1835	74.21	0.1968	2.78140	9.39
33.4074	347.59	0.0984	2.68224	43.98
33.7926	72.22	0.1181	2.65255	9.14
35.6144	16.39	0.6298	2.52093	2.07
37.5577	43.15	0.1574	2.39484	5.46
38.0816	53.76	0.2362	2.36309	6.80
40.2028	21.72	0.3149	2.24316	2.75
41.2397	13.28	0.6298	2.18913	1.68
44.1730	29.56	0.2362	2.05033	3.74
46.0739	59.74	0.2880	1.96844	7.56

e. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



Date: 5/27/2016 Time: 1:17:56 PM

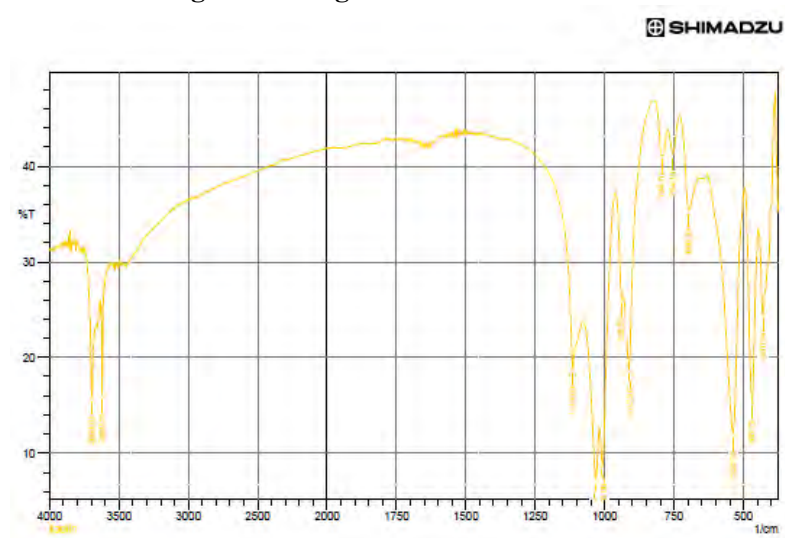
File: D - 7 SiO2 12 Jam

User: State Univ of Malang

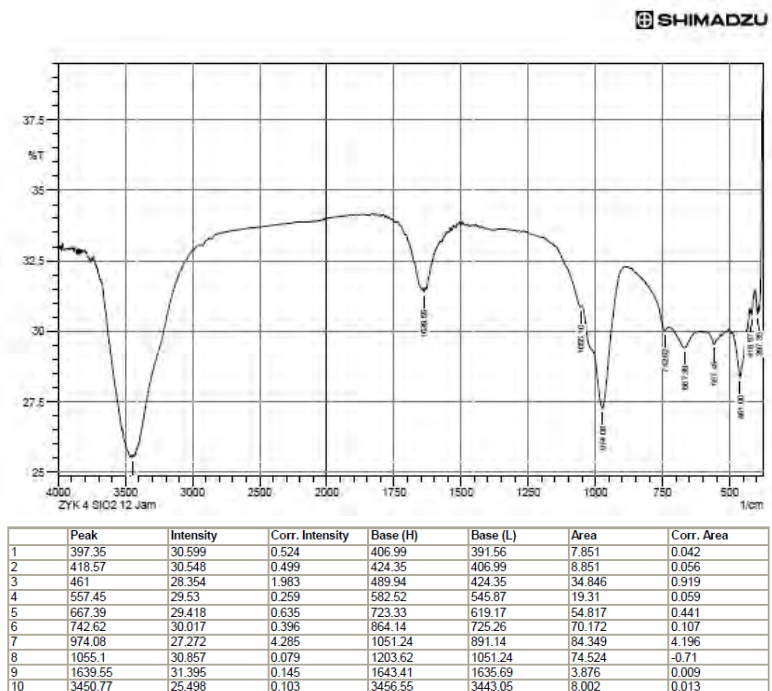
Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
5.9783	507.96	0.6298	14.78397	62.57
8.4373	134.14	0.0787	10.47995	16.52
12.4724	402.67	0.0984	7.09707	49.60
14.6355	129.07	0.0787	6.05266	15.90
16.9045	23.59	0.2362	5.24499	2.91
17.7001	221.45	0.0984	5.01101	27.28
18.8974	43.95	0.1181	4.69613	5.41
20.0886	21.79	0.4723	4.42027	2.68
21.6658	541.48	0.1574	4.10192	66.70
22.3918	25.21	0.2362	3.97055	3.11
24.8982	67.64	0.1574	3.57623	8.33
25.4729	161.54	0.1181	3.49684	19.90
26.6725	104.30	0.0590	3.34223	12.85
26.8641	94.41	0.1181	3.31883	11.63
28.1302	811.78	0.2165	3.17227	100.00
28.6015	53.37	0.1574	3.12106	6.57
29.4613	45.84	0.2362	3.03190	5.65
30.7697	90.83	0.2755	2.90589	11.19
33.0761	97.73	0.1181	2.70835	12.04
33.4019	417.17	0.1574	2.68267	51.39
35.4742	21.41	0.6298	2.53057	2.64
36.3218	46.22	0.1574	2.47344	5.69
38.0678	70.17	0.1574	2.36392	8.64
40.2925	41.63	0.1574	2.23838	5.13
43.0910	26.88	0.2362	2.09927	3.31
44.1457	26.00	0.2362	2.05154	3.20
46.0957	66.13	0.3360	1.96756	8.15

2. Data FTIR

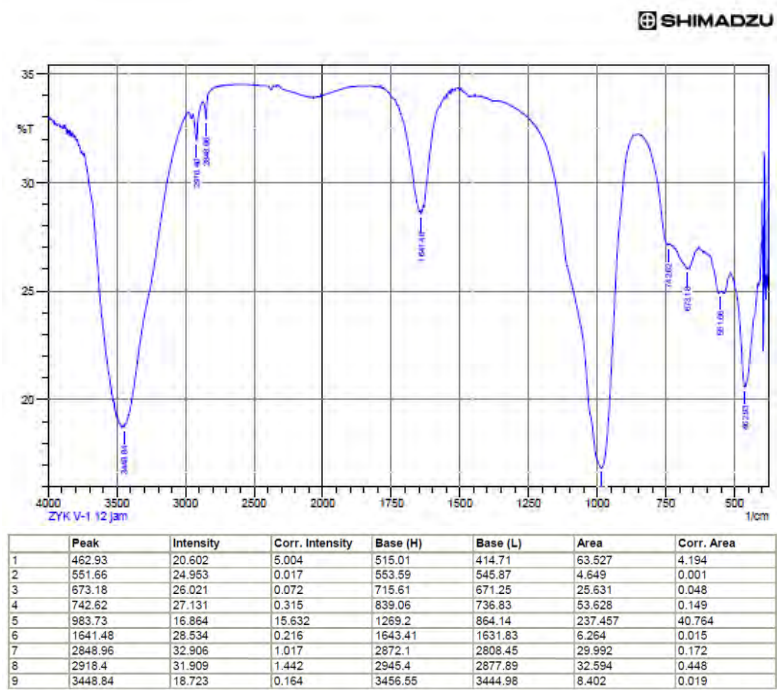
a. Kaolin Bangka Belitung



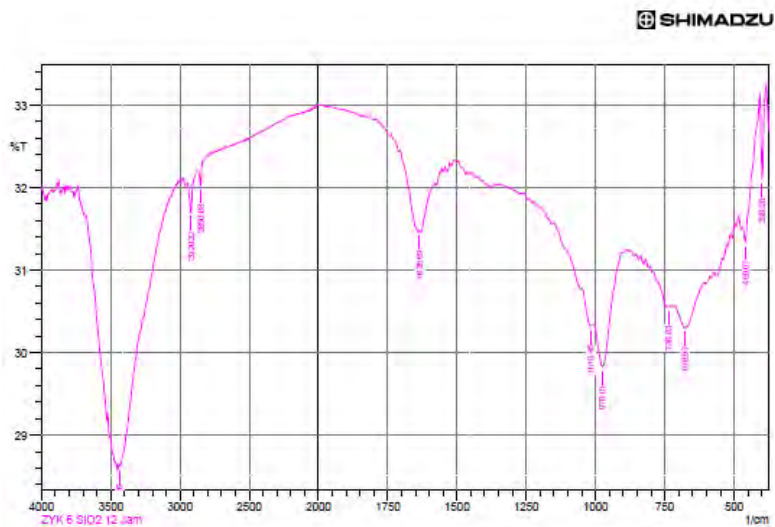
b. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



c. Komposisi Rasio Mol SiO₂/Al₂O₃ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

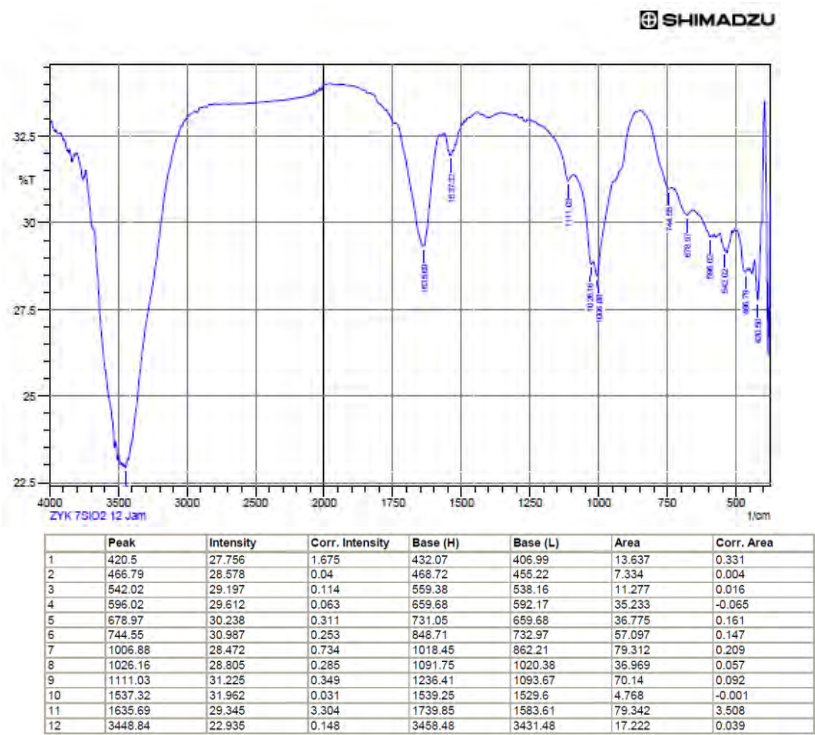


d. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



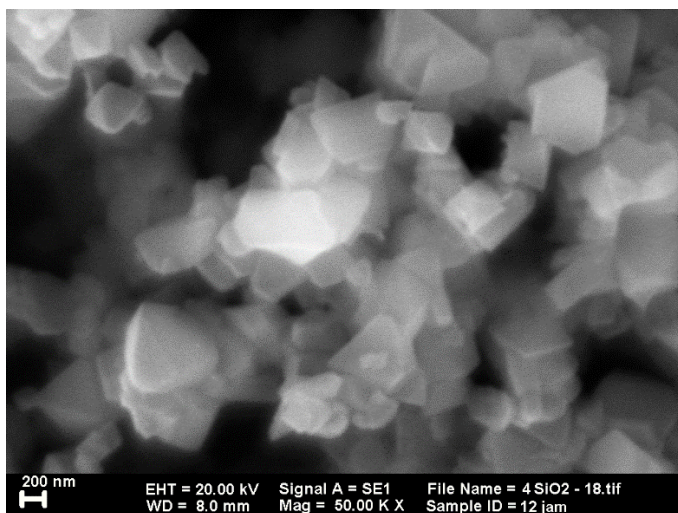
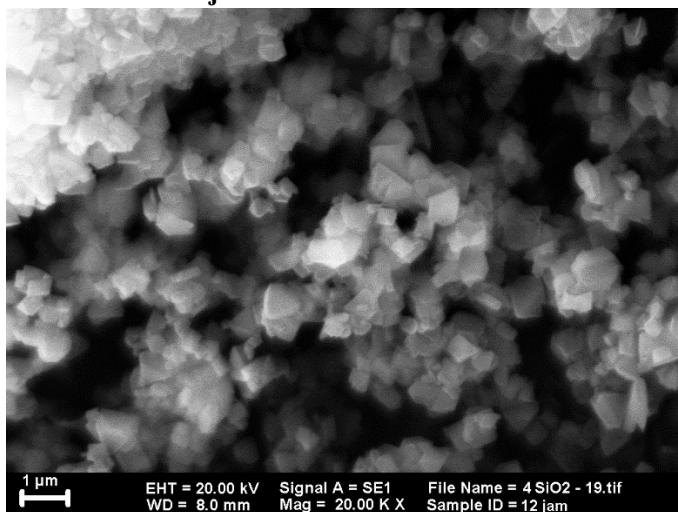
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	399.28	32.095	1.082	406.99	383.85	11.224	0.139
2	459.07	31.346	0.367	466.79	406.99	29.477	0.137
3	678.97	30.297	0.359	713.69	609.53	53.694	0.285
4	736.83	30.549	0.021	744.55	723.33	10.923	0.003
5	976.01	29.826	0.801	1010.73	904.64	54.837	0.538
6	1018.45	30.319	0.115	1047.38	1010.73	18.91	0.039
7	1635.69	31.47	0.007	1637.62	1633.76	1.937	0
8	2850.88	32.025	0.249	2870.17	2833.52	18.051	0.049
9	2920.32	31.699	0.41	2947.33	2870.17	38.167	0.123
10	3437.26	28.616	0.036	3441.12	3429.55	6.286	0.003

e. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

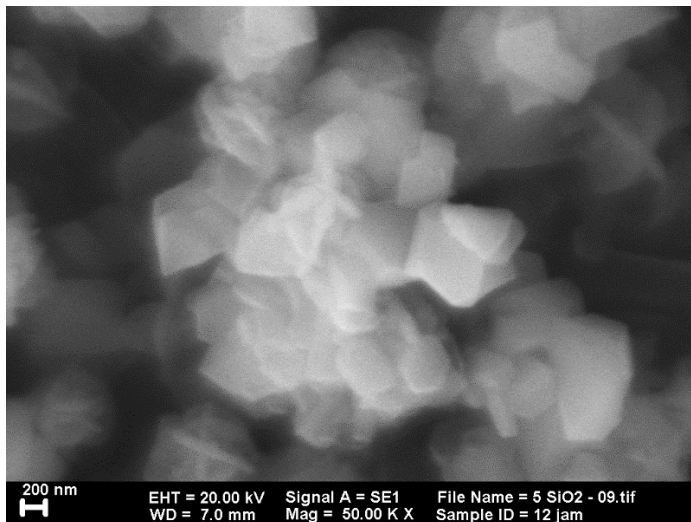
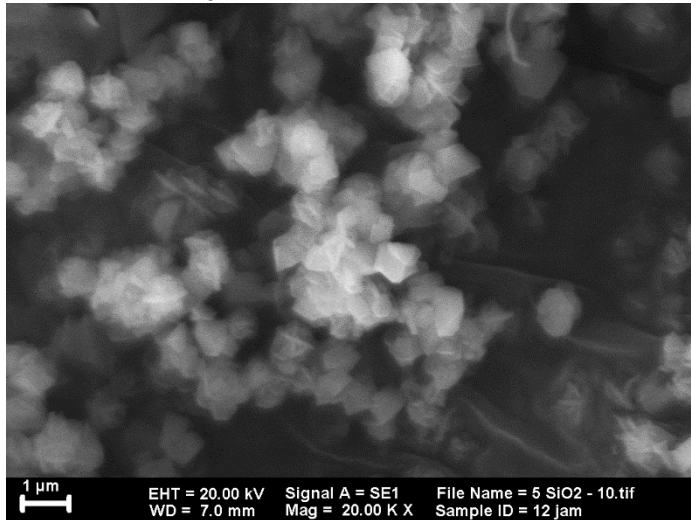


3. Data SEM

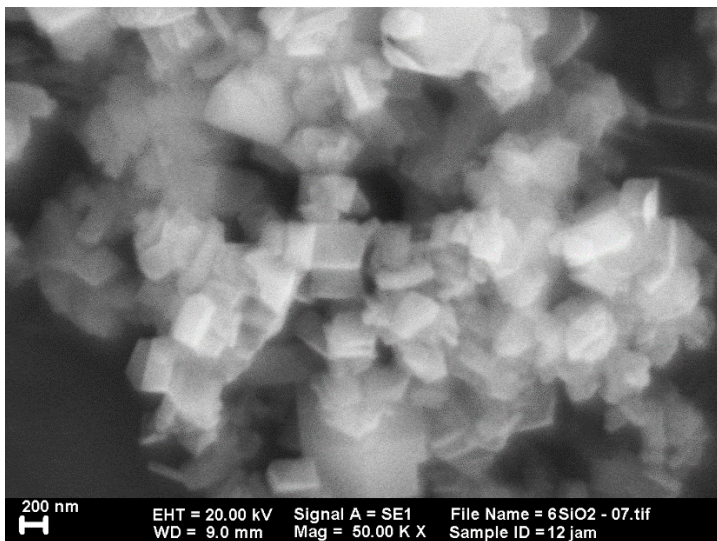
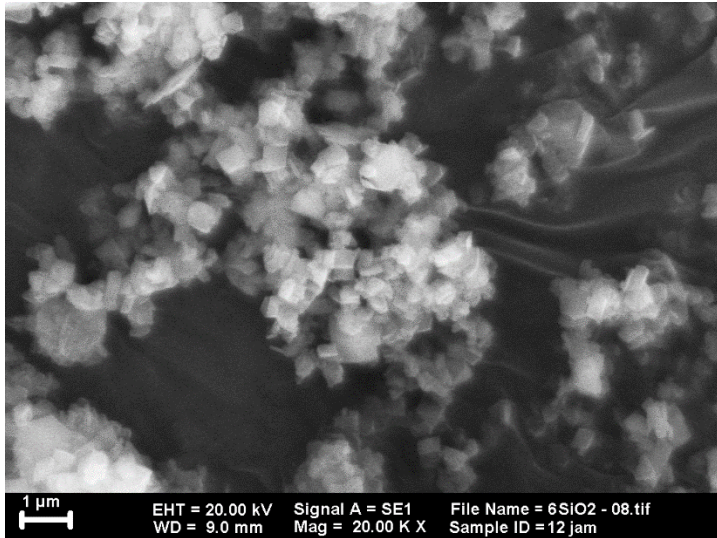
a. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



b. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



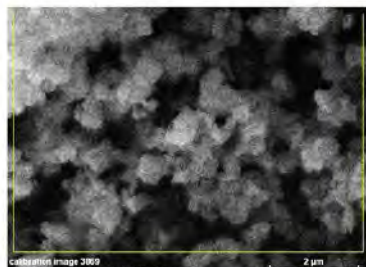
c. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam



4. Data EDX

a. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 4 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

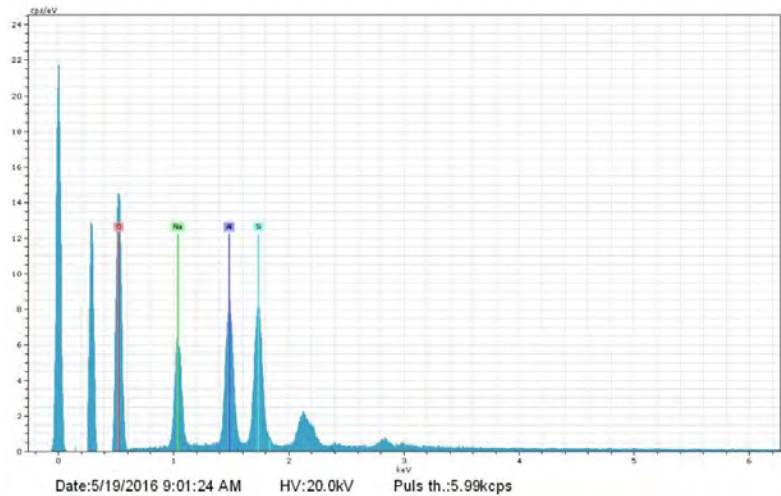
4 SiO₂ 12 jam



calibration image 2009
Si: 14.00 20.00 8.14V 20.0kV WD: 7.8mm
calibration image 3869 Date: 5/19/2016 9:00:42 AM Image size: 512 x 384 Mag: 20000x HV: 20.0kV

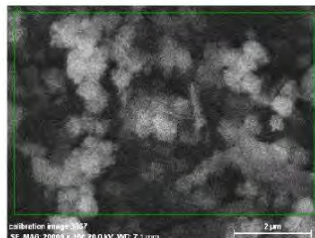
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	58.71	72.44	80.77	7.2
Na	11	K-series	8.54	10.53	8.17	0.6
Al	13	K-series	7.47	9.21	6.09	0.4
Si	14	K-series	6.33	7.81	4.96	0.3
Total:			81.05	100.00	100.00	

5/20/2016



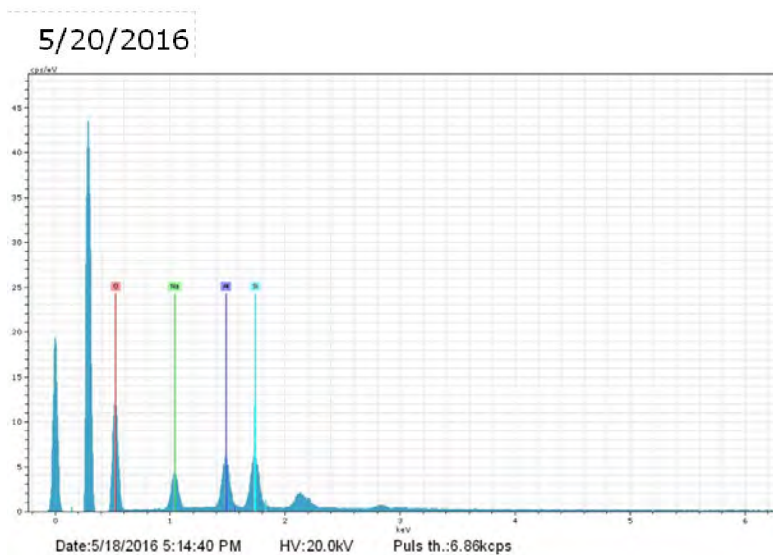
b. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 5 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

5 SiO₂ 12 jam



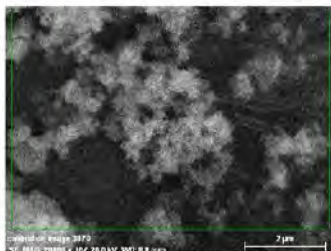
calibration image 3867 Date: 5/18/2016
 5:13:58 PM Image size: 512 x
 384 Mag: 20000x HV: 20.0kV

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	86.15	86.15	90.83	1.8
Na	11	K-series	5.58	5.58	4.10	0.4
Al	13	K-series	4.41	4.41	2.76	0.2
Si	14	K-series	3.86	3.86	2.32	0.2
Total:			100.00	100.00	100.00	



c. Komposisi Rasio Mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 6 dengan Waktu Hidrotermal 12 jam

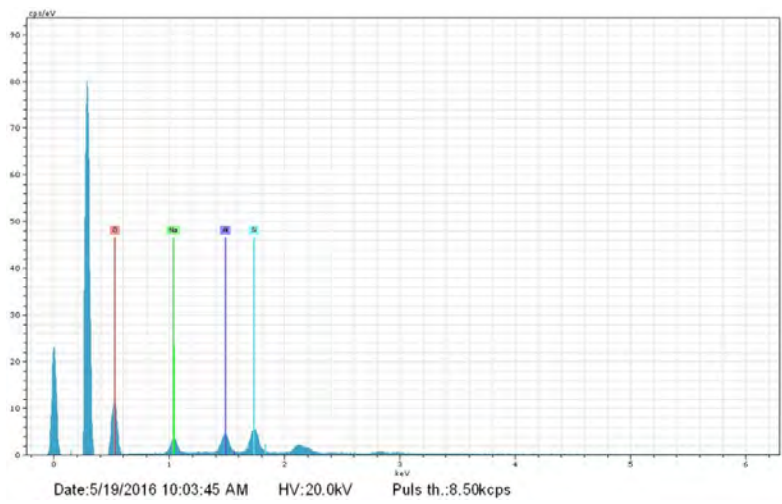
6 SiO₂ 12 jam



calibration image 38700Date:5/19/2016
10:03:09 AMImage size:512 x
384Mag:20000xHV:20.0kV

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	88.91	88.91	92.72	1.8
Na	11	K-series	4.64	4.64	3.37	0.3
Al	13	K-series	3.21	3.21	1.98	0.2
Si	14	K-series	3.24	3.24	1.92	0.2
Total:			100.00	100.00	100.00	

5/20/2016



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Sintesis zeolit Y dari kaolin Bangka Belitung dapat dilakukan dengan metode hidrotermal. Berdasarkan hasil karakterisasi dengan *X-Ray Diffraction* (XRD) dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), bertambahnya rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ menyebabkan menurunnya intensitas fasa faujasit dan meningkatnya fasa gismondin. Selain itu, berdasarkan hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) kristal zeolit Y pada sampel variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ memiliki ukuran partikel 0,6-1,2 μm , sedangkan berdasarkan hasil perhitungan komposisi rasio Si/Al dari *Energy Dispersive X-ray* (EDX) menunjukkan bahwa komposisi rasio Si/Al dalam sampel hasil sintesis meningkat seiring dengan bertambahnya variasi rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$. Oleh karena itu, sampel hasil sintesis termasuk dalam golongan zeolit bersilika tinggi (kaya Si).

5.2 Saran

Pada penelitian selanjutnya yang berkaitan tentang sintesis zeolit Y berbahan dasar kaolin Bangka Belitung dengan rasio mol $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ disarankan untuk melakukan variasi waktu hidrotermal agar pengaruh terhadap intensitas partikel zeolit Y diketahui secara lebih detail dan dapat pula digunakan untuk mengetahui waktu hidrotermal yang optimum.

DAFTAR PUSTAKA

- Adamczyk, Z., & Bialecka, B., (2005), "Hydrothermal synthesis of zeolites from polish coal fly ash", *Pol. J. Environ. Stud.*, page 713-719
- Akolekar, D., Chaffee, A., & Howe, R., (1997), "The Transformations of Kaolin to Low-Silica X Zeolite", *Zeolite*, page 359-365
- Alberti, A., Colella, C., Oggiano, G., Pansini, M., & Vezzalini, G., (1994), "Zeolite production from waste kaolin containing materials", *Mater. Eng.*, page 145-158
- Alkan, M., Hopa C., Yilmaz Z., Guler H., (2005), "The effect alkali concentration and solid/liquid ratio on the hydrothermal synthesis of zeolit NaA from natural kaolinite", *Microporous and Mesoporous Materials*, vol 86, page 176-184
- Anggarini U., (2013), "*Sintesis dan Karakterisasi Karbon Tertemplat Zeolit-Y dengan Aktivasi K_2CO_3 sebagai Material Penyimpan Hidrogen*", Thesis, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya
- Atta, A., Jibril, B., Aderemi, B., & Adefila, S., (2012), "Preparation of Analcime from Local Kaolin and Rice Husk Ash", *Applied Clay Science*, vol 61, page 8-13
- Baerlocher, C. H., Meier, W. M., & Olson, D. H., (2001), "*Atlas of Zeolite Framework Types*", 5th Revised Edition, USA Elsevier
- Baerlocher, C., dan McCusker, L., (2001), "*Atlas of Zeolite Framework of Types*". Fifth revised edition, USA

- Barnes, M. C., Addai-Mensah, J., & Gerson, A. R., (1999a), "The mechanism of the sodalite-to- cancrinite phase transformation in synthetic spent bayer liquor". *Microporous Mesoporous Mater.*, page 287-302
- Barnes, M. C., Addai-Mensah, J., & Gerson, A. R., (1999b), "A methodology for quantifying sodalite and cancrinite phase mixtures and the kinetics of the sodalite to cancrinite phase transformation", *Microporous Mesoporous Mater.*, page 303-319.
- Barnes, M. C., Addai-Mensah, J., & Gerson, A. R., (1999c), "The solubility of sodalite and cancrinite in synthetic spent bayer liquor", *Colloids Surf. A Physicochemical and Engineering Aspects*, page 106-116
- Barrer, R., (1982), "*Hydrothermal Chemistry of Zeolites*". London: Academic Press
- Bauer, A., & Berger, G., (1998), "Kaolin and smectite dissolution rate in high molar KOH solutions at 35 and 80 C", *Appl. Geochem.*, page 905–916
- Bauer, A., Velde, B., & Berger, G., (1998), "Kaolin transformation in high molar KOH solutions", *Appl. Geochem.*, page 619-629
- Bekku, V. H., Flanigen, E. M., Jacobs, P. A., & Jansen, J. C., (1991), "*Introduction to Zeolite Science and Practice*", Netherlands: Elsevier
- Belviso, C., Cavalcante, F., Lettino, A., & Fiore, S., (2013), "A and X-type zeolites synthesised from kaolinite at low temperature", *Appl. Clay Sci.*, page 162-168

- Belviso, C., Cavalcante, F., Gennaro, S. D., Lettino, A., Palma, A., & Fiore, S., (2014), "Removal of Mn from aqueous solution using fly ash and its hydrothermal synthetic zeolite", *J. Environ. Manage*, page 16-22
- Breck, D., (1974), "*Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry and Uses*", New York: John Wiley
- Breck, D. W., (1984), "*Zeolite Molecular Sieves: Structure, Chemistry, and Use*", New York: John Wiley & Sons Inc
- Breck, D. W., (1987), "*Handbook of Hydrothermal Technology a Technology for Crystal Growth and Materials Processing*", New Jersey: Noyes Publications
- Brundle, C. R., Evans, C. A., Wilson, S., (2001), "*Encyclopedia of Materials Characterization*", Manning Publications, United States of America
- Buhl, J., (1991), "Synthesis and characterization of the basic and nonbasic members of the cancrinite-natrodavvyne family", *Thermochim. Acta* , page 19-31
- Buhl, J. C., & Loens, J., (1996), "Synthesis and crystal structure of nitrate enclathrated sodalite $\text{Na}_8[\text{AlSiO}_4]_6(\text{NO}_3)_2$. *J. Alloys Compd.*, page 41-47
- Buhl, J. C., Stief, F., Fechtelkord, M., Gesing, T. M., Taphom, U., & Taake, C., (2000a), "Synthesis, X-ray diffraction and MAS NMR characteristics of nitrate cancrinite $\text{Na}_{7.6}[\text{AlSiO}_4]_6(\text{NO}_3) 1.6(\text{H}_2\text{O})_2$ ", *J. Alloys Compd.*, page 93-102
- Buhl, J. C., Hoffmann, W., Buckermann, W. A., & Muller-Warmuth, W., (2000b), "The crystallization kinetics of sodalites grown by the hydrothermal transformation of

- kaolin studied by ^{29}Si MAS NMR", *Solid State Nucl. Magn. Reson.*, page 121-128
- Byrappa, K., (1992), "*Hydrothermal Growth of Crystals*", page 1–365, Pergamon Press, Oxford, UK
- Byrappa, K., & Yoshimura, M., (2001), "*Handbook of Hydrothermal Technology: A Technology For Crystal Growth and Materials Processing*", New Jersey USA: Noyes Publications
- Cejka, J., Bekkum, H., Corma, A., & Schuth, F., (2007), "*Introduction to Zeolite Science and Practice*", 3rd Revised Edition, Amsterdam: Elsevier
- Cejka, J., Corma, A., & Zones, S., (2010), "Zeolites and Catalysis: Synthesis, Reactions and Applications", *Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA*, Weinheim
- Chandrasekhar, S., dan Pramada, P.N., (1999), "Investigation on Synthesis of Zeolite NaX from Kerala Kaolin", *Journal of Porous Materials*, vol 6, page 283-297
- Chandrasekhar, S., & Pramada, P. N., (2008), "Microwave assisted synthesis of zeolite A from metakaolin", *Microporous Mesoporous Mater.*, page 152-161
- Chareonpanich, M., Namto, T., Kongkachuichay, P., & Limtrakul, J., (2004), "Synthesis of ZSM-5 Zeolite from Lignite Fly Ash and Rice Husk Ash", *Fuel Processing Technology*, vol 85, page 1623-1634
- Chen, L., K.Singh, R. and Webley, P., (2007), "Synthesis, characterization and hydrogen properties of microporous carbons templated by cation exchanged forms of zeolite Y with propylene and butylene as carbon precursors",

Journal of Microporous and Mesoporous Materials, vol 102, page 159 – 170

- Cheng, H., Liu, Q., Yang, J., Ma, S., Frost, R. L., (2012), "The thermal behavior of kaolinite intercalation complexes-a review", *Thermochim*, vol 545, page 1-13
- Chetam, D.A., (1992), "*Solid State Compound*", Oxford University Press, page 234-237
- Corma, A., (1997), "From Microporous to Mesoporous Molecular Sieve Materials and Their Use in Catalysis", *Chem. Rev*, page 2373-2419
- Costa, E., Lucas, A. D., Uguina, M. A., & Ruiz, J. C., (1988), "Synthesis of 4A Zeolite from Calcined Kaolins for Use in Detergents", *Ind. Eng. Chem. Res*, page 1291-1296
- Covarrubias, J., Garcia, R., Arriagada, R., Yanez, J., & Garland, T., (2006), "Cr(III) Exchange on Zeolites Obtained from Kaolin and Natural Mordenite", *Microporous Mesoporous Mater.*, page 220-231
- Cundy, C., dan Cox, P., (2005), "The Hydrothermal Synthesis of Zeolites: Precursors, Intermediates and Reaction Mechanism", *Microporous and Mesoporous Materials*, vol 82, page 1-78
- Davis, M. E., & Lobo, R. F., (1992), "Zeolite and Molecular Sieve Synthesis", *Chem. Mater*, page 756-768
- Demortier, A., Gobeltz, N., Lelieur, J. P., & Duhayon, C., (1999), "Infrared evidence for the formation of an intermediate compound during the synthesis of zeolite Na-A from metakaolin", *Int. J. Inorg. Mater.*, page 129-134

- Dornath, P., & Fan, W., (2014), "Dehydration of Fructose into Furans over Zeolite Catalyst using Carbon Black as Adsorbent", *Microporous and Mesoporous Materials*, page 10-17
- Dougherty, J., Iton, L., & White, J., (1995), "Room Temperature aging of ZSM-5 Preparation Detected by Small Angle X-ray and Neutron Scattering and NMR Spectroscopy", *Zeolites*, vol 15, page 640-649
- Dudzik, Z., & Kowalak, S., (1974), "Preparation of zeolites of faujasite type from kaolin", *Przemys'ł Chemiczny*, page 616-618
- Dyer, A., (1988), "*An introduction to zeolite molecular sieves*", New York
- Dyer, A., & Keir, D., (1984), "Nuclear waste treatment by zeolites", *Zeolites*, page 215-217
- Earl, D. J., & Deem, M. W., (2006), "Toward a Database of Hypothetical Zeolite Structures", *ind. Eng. Chem. Res.*, page 5449-5454.
- Engelhardt, G., & Michel, D., (1987), "*High-Resolution Solid-State NMR*", New York: Wiley
- ESDM, (2012), "*Pusat Sumber Data Geologi*", Kementerian Energi dan Sumber Daya Mineral Indonesia
- Feng, H., Li, C., & Shan, H., (2009), "In-Situ Synthesis and Catalytic Activity of ZSM-5 Zeolite", *Applied Clay Science*, vol 42, page 439-445
- Flanigen, E.M., Khatami, H., Szymanski, H., (1971), "Infrared Structural Studies of Zeolites Framework. Union Carbide Coop", Linde Division laboratory, New York

- Foletto, E.L., Castoldi, M.M., Oliveira, L.H., Hoffmann, R., and Jahn, S.L., (2009), "Conversion of Rice Husk Into Zeolitic Materials", vol 39, page 75-78
- Gates, B.C., (1992). "*Catalytic Chemistry*". John Wiley & Sons, Inc. New York
- Gedde, U., (1995). "*Polimer Physics*", London: Chapman & Hall
- Georgiev, D., Bogdanov, B., Angelova, K., Markovska, I., & Hristov, Y., (2009), "Synthetic Zeolites - Structure, Classification, Current Trends in Zeolite Synthesis", *International Science Conference, Economics and Society Development on The Base of Knowledge*, page 1-5
- Gougazeh, M., & Buhl, J.C., (2013), "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*, page 35-42
- Grim, R. E., (1968), "*Clay mineralogy 2nd ed.*", New York: McGraw-Hill
- Gualtieri, A., Norby, P., Artioli, G., & Hanson, J., (1997), "Kinetic study of hydroxysodalite formation from natural kaolins by timeresolved synchrotron powder diffraction", *Microporous Mater.*, page 189-201
- Hamdan, H., (1992), "*Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modification*", Universiti Teknologi Malaysia, Kuala Lumpur.
- Harben, P. W., & Kužvart, M., (1996), "*Industrial minerals : A global geology, Industrial Minerals Information Ltd.*" London: Metal Bulletin PLC.

- Hay, R. L., (1966), "*Zeolites and zeolitic reactions in sedimentary rocks*", California: Dept. Geology and Geophysics, University of California
- Hirscher, M., (2009), "Handbook of Hydrogen Storage: New Materials for Future Energy Storage", *Wiley-VCH Verlag GmbH and Co. KGaA, Germany*, page 12-44
- Hobmberg, B. A., Wang, H. T., & Norbeck, J. M., (2003), "Microporous Mesoporous Mater", vol 13
- Ilic, B., Mitrovic, A., & Milicic, L., (2010). "*Thermal Treatment of Kaolin Clay to Obtain Metakaolin*". Institute for Testing of Materials, Belgrade, Serbia
- Jha, B., & Singh, D. N., (2014), "A three step process for purification of fly ash zeolites by hydrothermal treatment", *Appl. Clay Sci.*, page 122-129.
- Kahraman, Sibel., Müşerref Önal, Yüksel Sarıkaya, İhsan Bozdoğan, (2005), "Characterization of Silica Polymorphs in Kaolins by X-ray Diffraction Before and After Phosphoric Acid Digestion and Thermal Treatment", *Analytica Chimica Acta*, vol 552, page 201–206
- Kim, D.J., Chung H.S., (2003), "Synthesis and Characterization of ZSM-5 Zeolite from Serpentine", *Applied Clay Science*, vol 24, page 69-77
- Kulkarni, S., Shilarkar, V., Kotasthane, A., R.B., B., & Ratnasamy, P., (1982), "Studies in the synthesis of ZSM-5 zeolites", *Zeolites*, vol 2, page 313-318
- Laudise, R. A., (1970), "*The Growth of Single Crystals*". page 278–281, Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ

- Lew, C. M., Cai, R., & Yan, Y., (2010), "Zeolite Thin Films: From Computer Chips to Space Stations", *Acc. Chem. Res.*, page 210
- Li, G.H., (2005), "*FT-IR Studies of Zeolite Materials: Characterization and Environmental Applications*", Ph.D. Thesis, Graduate College, The University of Iowa, Iowa City, page 162
- Lin, D. C., Xu, X. W., Zuo, F., & Long, Y. C., (2004), "Crystallization of JBW, CAN, SOD and ABW type zeolite from transformation of metakaolin", *Microporous Mesoporous Mater.*, page 63-70
- Lobachev, A.N., (1973), "*Crystallization Processes Under Hydrothermal Conditions*", page 1–255. New York: Consultants Bureau
- Loewenstein, W., (1954), "The distribution of aluminum in the tetrahedra of silicates and aluminates", *Am. Miner.*, page 92
- Loiola, A. R., Andrade, J. C., Sasaki, J. M., & da Silva, L. R., (2012), "Structural analysis of zeolite NaA synthesized by a cost-effective hydrothermal method using kaolin and its use as water softener", *J. Colloid Interface Sci.*, page 34-39
- Ma, Z., Kyotani, T. and Tomita, A., (2001), "Synthesis methods for preparing microporous carbons with a structural regularity of zeolite Y", *Carbon*, vol 40, page 74-2367
- Mackinnon, I. D., Millar, G. J., & Stolz, W., (2010), "Low temperature synthesis of zeolite N from kaolinites and montmorillonites", *Appl. Clay Sci.*, page 622-630
- Manurung, T.W., Sunardi dan Irawa, U., (2011), "Kajian Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Karakter Zeolit Sintetik dari

Kaolin Lokal Kalimantan Selatan", *Sains dan Terapan Kimia*, vol 5, page 76-83

Marcelo, L. M., Diego, I. P., Nadia, R. C., Fernandes.Machado, S. B., & Pergher, (2007), "Synthesis of mordenite using kaolin as Si and Al source", *Appl. Clay Sci.*, page 99-104

Melo, C. R., Riella, H. G., Kuhnen, N. C., Angioletto, E., Melo, A. R., Bernardin, A. M., Silva, L. d., (2012), "Synthesis of 4A zeolites from kaolin for obtaining 5A zeolites through ionic exchange for adsorption of arsenic", *Materials Science and Engineering B*, page 345-349

Mohamed, R., Mkhalid, I., & Barakat, M. A., (2012), "Rice husk ash as a renewable source for the production of zeolite NaY and its characterization", *Arabian Journal of Chemistry*, page 48-53

Molina, A., & Poole, C., (2004), "A comparative study using two methods to produce zeolites from fly ash", *Miner. Eng.*, page 167-173

Mon, J., Deng, Y., Flury, M., & Harsh, J., (2005), "Cesium incorporation and diffusion in cancrinite, sodalite, Zeolite, and allophone", *Microporous Mesoporous Mater.*, page 277-286

Moore, E., & Smart, L., (1993), "*Solid State Chemistry: An Introduction 1st edition*". London: Chapman & Hall University and Professional Division

Morey, G. W., dan Niggli, P., (1913), "The Hydrothermal Formation of Silicates", A Review, *Journal American Chemistry Society*, vol 35, page 1086-1130

- Murray, H.H., (2000), "Traditional and New application for Kaolin, smectite, and Palygorskite: a general Overview", *Applied Clay Science*, vol 17, page 207-221
- Murray, H., (2007), "*Applied Clay Mineralogy*", Vol. 17, Netherland: Elsevier
- Musyoka, N. M., Petrik, L., Fatoba, O. O., & Hums, E., (2013), "Synthesis of zeolites from coal fly ash using mine water", *Miner. Eng.*, page 9-15
- Nagim, I. A., Kulkarni, K. S., & Kulkarni, A. D., (2011), "Impact of zeolites in petroleum industries", *J. Eng. Res. Stud*, page 272
- Ojha, K., Pradhan, N.C. and Amarnath, S., (2004), "Zeolite from Fly Ash: synthesis and characterization", *Journal of Bull Mater*, vol 27, page 555 – 564
- Othmer, K., (1993), "*Encyclopedia of Chemical Technology*", New York: Wiley Interscene
- Payra, P., Dutta, P. K., & Carrado, K. A., (2003), "*Handbook of Zeolite Science and Technology*", New York: Marcel Dekker
- Perego, C., Villa P., (1997), "Catalyst Preparation Methods", *Catalysis Today*, vol 34, page 281-305
- Prasad, M. S., Reid, K. J., & Murray, H. H., (1991), "Kaolin: processing, properties and applications", *Applied Clay Science*, page 87-119
- Querol, X., Plana, F., Alastuey, A., & Lopez-Soler, A., (1997), "Synthesis of Na-zeolites from fly ash", *Fuel*, page 793-799

- Rabenau, A., (1985), "The Role of Hydrothermal Synthesis in Preparative Chemistry", *Angew. Chem., (English Ed.)*, vol 24, page 1026–1040
- Rashad, A., (2013), "Metakaolin as Cementitious Material: History, Sources, Production and Composition : A Comprehensive Overview", *Construction and Building Materials*, vol 41, page 303-318
- Rees, L., & Chandrasekhar, S., (1993), "Hydrothermal reaction of kaolin in presence of fluoride ions at pH less than 10", *Zeolites*, page 534-541
- Rios, C. A., Williams, C. D., & Fullen, M. A., (2009), "Nucleation and growth history of zeolite LTA synthesized from kaolinite by two different methods", *Applied Clay Science*, page 446-454
- Robson, H., & Lillerud, K., (2001), "*Verified Syntheses of zeolitic materials second revised edition*", Elsevier Science
- Roy, R., (1994), "Acceleration the Kinetics of Low-Temperature Inorganic Syntheses". *Journal Solid State Chemistry*, vol 111, page 11–17
- Rustam, (2013), "*Direct Synthesis of ZSM-5 from Kaolin the Presence of TPABr and TPAOH as Organic Templates*", Thesis Kimia ITS, Surabaya
- Saija, L., Ottana, R., & Zipelli, C., (1983), "Zeolitization of pumice in ash-sodium salt solutions", *Mater. Chem. Phys.*, page 207-216
- Sanhueza, V., Kelm, U., & Cid, R., (1999), "Synthesis of molecular sieves from Chilean kaolins: 1. Synthesis of NaA type zeolite", *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, page 358–363

- Schweitzer, P. A., (1979), "*Handbook of Separation Techniques for Chemical Engineers*", McGraw-Hill Book Company, New York
- Shirazi, L., Jamshidi, E., & Ghasemi, M., (2008), "The effect of Si/Al ratio of ZSM-5 zeolite on its morphology, acidity and crystal size", *Crystal Research and Technology*, vol 43, page 1300-1306
- Sibilia, P., (1996), "*Guide To Material Characterization and Chemical Analysis 2nd ed*". John wiley-VCH, New york
- Silaghi, M. C., Chizallet, C., & Raybaud, P., (2014), "Challenges on molecular aspects of dealumination and desilication of zeolites", *Microporous and Mesoporous Materials*, page 82-96
- Silverstein, Bassler, R. M., C, G., & Morrill, T. C., (1984), "*Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik, edisi ke 4*", Jakarta: Erlangga
- Skoog, D., Holler, F., & Nieman, T., (1998), "*Principles of Instrumental Analysis (2nd ed.)*", Saunders College Publishing, Philadelphia
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. F., (2007), "*Principles of Instrumental Analysis*" Canada: Thomson Brooks/Cole
- Sutarti, M., dan Rachmawati, M., (1994), "*Zeolit: Tinjauan Literatur*", Pusat Dokumentasi dan Informasi Ilmiah, LIPI, Jakarta
- Szoztak, R., (1998), "*Molecular Sieves: Principles of Synthesis and Identification 2nd ed*". London: Blackie Academic and Professional

- Takaishi, T., & Kato, M., (1995), "Determination of the ordered distribution of aluminium atoms in a zeolite", *Zeolites*, page 21-32
- Tanaka, H., Miyagawa, A., Eguchi, H., & Hino, R., (2004), "Synthesis of a pure-form Zeolite A from coal fly ash by dialysis", *Ind. Eng. Chem. Res.*, page 6090-6094
- Tanaka, H., Fujii, A., Fujimoto, S., & Tanaka, Y., (2008), "Microwave-assisted two-step process for the synthesis of a single-phase Na-A zeolite from coal fly ash", *Adv. Powder Technol.*, page 83-94
- Vilma, S., Ursula, K., & Ruby, C., (1999), "Synthesis of molecular sieves from Chilean kaolins: 1. synthesis of NaA type zeolites", *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, page 358-363
- Walek, T. T., Saito, F., & Zhang, Q., (2008), "The effect of low solid/liquid ratio on hydrothermal synthesis of zeolites from fly ash", *Fuel*, page 3194-3199
- Wang, B., & Ma, H. Z., (1998), "*Microporous Mesoporous Mater*", page 131
- Wang, C. F., Li, J. S., Wang, L. J., & Sun, X. Y., (2008), "Influence of NaOH concentrations on synthesis of pure-form zeolite A from fly ash using two-stage method", *J. Hazard. Mater.*, page 58-64
- Weitkamp, J., & Puppe, L., (1999), "*Catalysis and Zeolites*", Berlin: Springer-Verlag
- Wijayanti, R., & Widiastuti, N., (2015), Adsorpsi-Desorpsi Hidrogen dalam Material Karbon Tertemplat Zeolit-Y dengan Variasi Suhu. *JURNAL SAINS DAN SENI POMITS*, page 1-8

- Wittayakun J., Khemthong, P., Prayoonpokarach, S., (2008), "Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica", *Korean J. Chem. Eng.*, vol 25(4), page 861-864
- Włodzimierz M., Magdalena K., Katarzyna B., (2011), "FT-IR Studies of Zeolites from Different Structural Groups" *Chemik*, vol 66 (7), page 667-674
- Xu, R., Pang, W., Yu, J., Qisheng, H., & Chen, J., (2007), "*Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials: Synthesis and Structure*", Singapore, Asia: John Wiley and Sons
- Xue, Z., Li, Z., Ma, J., Bai, X., Kang, Y., Hao, W., & Li, R., (2014), "Effective removal of Mg^{2+} and Ca^{2+} ions by mesoporous LTA zeolite", *Desalination*, page 10-18
- Yeritsyan, H., Sahakyan, A., Harutyunyan, V., Nikoghosyan, S., Hakhverdyan, E., Grigoryan, N., Rhodes, C., (2013), "Radiation-modified natural zeolites for cleaning liquid nuclear waste (irradiation against radioactivity)", *Sci. Rep.*, page 2900
- Yoshimura, M., dan Suda, H., (1994), "Hydrothermal Processing of Hydroxyapatite: Past, Present, and Future. in: Hydroxyapatite and Related Materials (P. W. Brown and B. Constanz, eds.)", *CRC Press, Inc.*, page 45–72
- Zaman, M. B., (2015), "Pengaruh Variasi Molar Si/Al Pada Sintesis Sodalit dari Kaolin Bangka Belitung". *JURNAL SAINS DAN SENI POMITS*, page 1-6
- Zhang, Y., Gao, W., & Cui, L., (2007), "In-situ growth of ZSM-5 zeolite on acid-activated metakaolin". *Studies in Surface Science and Catalysis, Elsevier*, page 426-431

- Zhao, H., Deng, Y., Harsh, J., Flury, M., & Boyle, J., (2004), "Alteration of Kaolinite to Canrinite and Sodalite by Simulated Hanford Waste and its Impact on Cesium Retention", *Calys Clay Miner.*, page 1-13
- Zhu, J., Cui, Y., Wang, Y., & Wei, F., (2009), "Direct Synthesis of Hierarchical Zeolite from A Natural Layered Material", *Chemical Communication*, page 3282-3284

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Yurike Ika Cahyo dan biasa dipanggil Yurike. Penulis dilahirkan di Probolinggo, 01 Januari 1994, merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Pendidikan formal yang telah ditempuh oleh penulis, yaitu di TK Tunas Harapan (1999-2000), SDN Ganting Kulon (2000-2006), SMPN 1 Pajarakan (2006-2009) dan SMAN 1 Kraksaan (2009-2012). Setelah lulus dari SMAN 1 Kraksaan, penulis mengikuti SNMPTN Tulis

dan diterima di jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya pada tahun 2012 serta terdaftar dengan NRP. 1412 100 060. Di Jurusan Kimia ini, Penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi dibawah bimbingan Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc. Selama kuliah, penulis pernah aktif dalam organisasi kemahasiswaan yaitu Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMKA) sebagai staff Departemen Sosial (2013-2014) dan mengikuti beberapa pelatihan serta menjadi panitia kegiatan diberbagai kegiatan baik dalam lingkup HIMKA, BEM FMIPA dan BEM ITS. Selain itu, penulis juga pernah melakukan Kerja Praktek di laboratorium air PT. SIER selama 1 bulan. Semoga hasil penelitian ini dapat memberikan manfaat bagi para pembaca dan memberikan inspirasi untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya di bidang ilmu Kimia. Penulis dapat dihubungi melalui *email* yurikeikacahyo@gmail.com.