SKRIPSI - SK141501

SINTESIS SODALIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG : PENGARUH VARIASI RASIO OH^-/Si

LUTFI RACHMAWATI
NRP. 1412 100 043

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

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

UNDERGRADUATE THESIS

SYNTHESIS OF SODALITE FROM KAOLIN of BANGKA BELITUNG : INFLUENCE of OH^-/Si RATIO

LUTFI RACHMAWATI
NRP. 1412 100 043

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

DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

SINTESIS SODALIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG : PENGARUH VARIASI RASIO OH^-/Si

SKRIPSI

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan mata kuliah Tugas
Akhir program S-1
Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Disusun Oleh :

LUTFI RACHMAWATI
NRP 1412100043

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN

SINTESIS SODALIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG : PENGARUH VARIASI RASIO OH^-/Si

SKRIPSI

Disusun Oleh :

LUTFI RACHMAWATI
NRP 1412100043

Surabaya, 3 Agustus 2016

Menyetujui,
Dosen Pembimbing

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 197110616199703 1 002

Mengetahui :
Ketua Jurusan Kimia,

Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.
NIP. 197110616199703 1 002

SINTESIS SODALIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG : PENGARUH VARIASI RASIO OH^-/Si

Nama : **LUTFI RACHMAWATI**
NRP : **1412100043**
Jurusan : **Kimia FMIPA-ITS**
Dosen Pembimbing : **Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc.**

Abstrak

Sodalit telah berhasil disintesis secara langsung dari kaolin Bangka Belitung dengan menggunakan metode hidrotermal pada suhu 100 °C selama 24 jam. Penelitian ini menggunakan komposisi molar $3Na_2O$: $2SiO_2$: Al_2O_3: 128 H_2O, dimana variasi $3Na_2O$ dibagi menjadi $3Na_2O$, $2Na_2O$:2NaCl, Na_2O:4NaCl, dan 6NaCl. Padatan hasil sintesis dianalisis menggunakan difraksi sinar-X (XRD), FTIR, dan SEM-EDX. Berdasarkan hasil karakterisasi XRD terlihat bahwa sodalit mulai terbentuk pada variasi OH^-/Si 1. Hasil analisis XRD ini menunjukkan semakin besar rasio OH^-/Si yang digunakan, semakin banyak kristal sodalit yang terbentuk. Berdasarkan hasil analisa SEM, sampel sodalit dengan rasio OH^-/Si 2 dan 3 memiliki morfologi yang seragam terhadap sampel SOD standar dengan bentuk menyerupai bulatan-bulatan kecil yang menggumpal dan saling melekat satu sama lain. Hasil analisa EDX menunjukkan bahwa pada sampel dengan rasio OH-/Si 1, 2, dan 3 mengandung unsur Si, Al, dan Na.

Kata kunci* : *Sodalit, kaolin, rasio OH^-/Si

SYNTHESIS OF SODALITE FROM KAOLIN of BANGKA BELITUNG : INFLUENCE OF OH^-/Si RATIO

Name : **LUTFI RACHMAWATI**
NRP : **1412100043**
Deoartment : **Kimia FMIPA-ITS**
Supervisor : **Prof. Dr. Didik Presetyoko, M.Sc.**

Abstract

Sodalite has been successfully synthesized directly from kaolin Bangka Belitung using hydrothermal method at 100 ° C for 24 hours. Sodalite has been synthesized using molar composition $3Na_2O$: $2SiO_2$: Al_2O_3: $128H_2O$, where the variation $3Na_2O$ divided into $3Na_2O$, $4Na_2O$: 2NaCl, Na_2O: 4NaCl, and 6NaCl. The products of synthesis are analyzed using X-ray diffraction (XRD), FTIR, and SEM-EDX. Based on XRD characterization, the result shows that sodalite begins to form in the composition OH^-/Si 1. The result of XRD analysis showed that the more ratio of OH^-/Si is used, the more sodalite will be formed. Based on SEM analysis, the result shows that variations in the sodalite OH^-/Si 2 and 3 have the morphology similar to the standard SOD, which is similar with small spheres that attached to each other. Based on EDX analysis, the result shows that the samples with a ratio OH- / Si 1, 2, and 3 contain elements Si, Al, and Na.

Keyword : Sodalite, kaolin, OH^-/Si ratio.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufiq, dan hidayah-Nya kepada penulis sehingga penyusunan tugas akhir yang berjudul : **"SINTESIS SODALIT DARI KAOLIN BANGKA BELITUNG : PENGARUH VARIASI RASIO OH^-/Si"** dapat terselesaikan dengan baik, lancer, dan tepat waktu.

Seiring terselesaikannya penyusunan naskah skripsi ini, dengan penuh kesungguhan dan kerendahan hati, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Didik Prasetyoko M.Sc selaku Dosen Pembimbing sekaligus Ketua Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Terima kasih atas segala bimbingan, waktu, dan pelajaran berharga yang telah diberikan kepada penulis,
2. Bapak Muhammad Nadjib, M. Si., selaku dosen wali atas masukan, bimbingan, dan dukungannya,
3. Bapak Djoko Hartanto, M. Si., selaku kepala laboratorium KME atas segala bimbingan, cerita, dan pengalaman, serta nasehatnya.
4. Segenap Dosen serta karyawan Jurusan Kimia FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember,
5. Kedua orang tua penulis, Ayah dan Ibu, Kakak Aris, Kakak Ufid, Norma, dan Nabilah. Terimakasih atas segala cinta, kasih sayang, semangat, dukungan, doa, dan harapan yang tak pernah putus,
6. Riestania Irma, sahabat terbaik yang selalu ada,
7. Tim Hura-Hura, Kakak Echy, Kakak Memey, Kakak Dawam, Kakak Futri, Kakak Putri, Kakak Vitha, Omita, Lala, Yurike, Deni, dan Junaydi. Terima kasih telah

menyemarakkan suasana hati penulis saat penulis merasa *low motivation* dan meramaikan Lab. KME tercinta,

8. Ishmatun Naila, sahabat rempong super baik hati yang selalu menyemangati walaupun berbeda lab,
9. Teman-teman SPECTRA 2012 yang senantiasa mendukung, membantu, dan memotivasi penulis dalam menyelesaikan naskah ini,
10. Serta seluruh pihak yang terlibat dalam penulisan naskah ini yang tidak bisa disebutkan satu persatu

Semoga naskah skripsi ini dapat memberikan manfaat, baik bagi penulis maupun bagi pembacanya dalam upaya menambah wawasan tentang ilmu kimia. Akhir kata penulis menyampaikan permintaan maaf sedalam-dalamnya apabila terdapat kesalahan pada proses pembuatan naskah ini. Wassalam.

Surabaya, 3 Agustus 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	**i**
LEMBAR PENGESAHAN	**iv**
ABSTRAK	**v**
ABSTRACT	**vi**
KATA PENGANTAR	**vii**
DAFTAR ISI	**ix**
DAFTAR GAMBAR	**xi**
DAFTAR TABEL	**xiii**
DAFTAR LAMPIRAN	**xiv**
BAB I PENDAHULUAN	**1**
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Permasalahan	3
1.3 Batasan Penelitian	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	**5**
2.1 Kaolin ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$)	5
2.2 Zeolit	7
2.2.1 Sodalit	11
2.2.2 Sintesis Sodalit	13
2.2.3 Metode Hidrotermal	16
2.2.4 Pengaruh Ion OH^-	18
2.3 Karakterisasi Padatan	18
2.3.1 Fourier Transform Infra Red (FTIR)	18
2.3.2 X-Ray Diffraction (XRD)	20
2.3.3 Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive X-ray (SEM-EDX)	21
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	**25**
3.1 Alat dan Bahan	25

3.1.1 Alat dan Instrumentasi 25
3.1.2 Bahan 25
3.2 Prosedur Penelitian 25
3.2.1 Sintesis Sodalit 25
3.3 Karakterisasi 26
3.3.1 Spektroskopi Inframerah (FTIR) 26
3.3.2 Difraksi Sinar-X (XRD) 27
3.3.3 Scanning Electron Microscopy- Enegy Dispersive X-ray (SEM-EDX) 27

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN 29
4.1 Sintesis Sodalit 29
4.2 Karakterisasi Sodalit 31
4.2.1 Spektroskopi Inframerah (FTIR) 31
4.2.2 Difraksi Sinar-X 36
4.2.3 Scanning Electron Microscopy- Enegy Dispersive X-ray (SEM-EDX) 41

BAB V KESIMPULAN 47
5.1 Kesimpulan 47
5.2 Saran 47

DAFTAR PUSTAKA 49
LAMPIRAN 57

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur (a) kaolinit, (b) lapisan tetrahedral, dan (c) lapisan oktahedral (Cheng dkk., 2012)	6
Gambar 2.2	*Primer building unit* (PBU) pada zeolit, (a) tetrahedral TO_4; (b) tetrahedral TO_4 yang terhubung dengan Oksigen (Xu dkk., 2007)	8
Gambar 2.3	*Secunder building unit* (SBU) pada zeolit (Xu dkk., 2007)	9
Gambar 2.4	Unit pembangun rongga (*cage*) zeolit (Smart dan Moore, 1993)	10
Gambar 2.5	(a) cincin-6 mempunyai 2 atom Al dan 4 atom Si, (b) unit sodalit, (c) struktur kerangka sodalit (Xu, 2007) Sodalite *cage* [4668] (Xu, dkk., 2007)	12
Gambar 2.6	Diagram interaksi kation Na dengan molekul air (Čejka dkk., 2007)	15
Gambar 2.7	Spektra FTIR pada sampel dengan variasi waktu hidrotermal: (a) 0 jam, (b) 1 jam, (c) 2 jam, dan (d) 3 jam (Yao, dkk., 2006)	20
Gambar 2.8	Komponen alat SEM (Prasetyoko dkk., 2016)	21
Gambar 2.9	Mikrograf SEM sodalit standar (Zaman,	22

	2015)	
Gambar 4.1	Spektra IR kaolin, sampel SOD OH-0, OH-1, OH-2, dan OH-3, serta SOD standar	32
Gambar 4.2	Pola difraktogram sinar-X Kaolin BB, sampel SOD OH-0, OH-1, OH-2, dan OH-3, serta SOD standar	37
Gambar 4.3	Diagram Pertumbuhan Sodalit	40
Gambar 4.4	Mikrograf SEM sodalit standar (Zaman, 2015)	42
Gambar 4.5	Mikrograf SEM sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3	43
Gambar 4.6	Gambar 4.6 Spektra EDX sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3	45

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Perbandingan spektra IR sampel sodalit standar dengan sampel sodalit hasil sintesis variasi rasio OH^-/Si	34
Tabel 4.2	Perbandingan hasil puncak spesifik pada difraktogram sinar-X sampel SOD standar dengan sampel sodalit produk sintesis variasi OH^-/Si	39
Tabel 4.3	Perbandingan Hasil Nilai Intensitas pada Difraktogram Sampel Sodalit dengan Variasi Rasio Mol OH^-/Si 0, 1, 2, 3, dan SOD Standar	39

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN A	Diagram Alir Penelitian	57
LAMPIRAN B	Perhitungan	59
LAMPIRAN C	Data Karakterisasi Sampel	62

BAB I
PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Zeolit merupakan material aluminosilikat kristalin berpori mikro (kurang dari 2 nm) yang tersusun dari unit tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 (Corma dkk., 2013). Zeolit sebagai bahan matriks dipandang paling unggul bila dibandingkan dengan bahan yang lain. Selain mempunyai struktur pori 3 dimensi hingga berukuran nanometer, zeolit juga mempunyai kestabilan mekanik dan termal yang tinggi, sehingga zeolit dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang, seperti industri, medis, pengolahan limbah, dan lain-lain. Luasnya aplikasi zeolit ini mendorong para peneliti untuk terus meneliti dan mengembangkannya.

Zeolit dapat disintesis menggunakan material dari bahan komersil seperti natrium aluminat sebagai sumber alumina dan ludox sebagai sumber silika (Hiyoshi, 2012; Yao dkk., 2008). Bahan komersil tersebut tentunya membutuhkan biaya yang relatif mahal. Untuk mengatasi hal tersebut, maka penggunaan sumber silika dan alumina dari bahan komersil dapat diganti dengan material dari alam atau limbah yang relatif lebih murah, seperti abu layang batubara (Rayalu dkk., 2005), abu sekam padi (Prasetyoko dkk., 2006), abu layang tebu (Purnomo dkk., 2012), illit (Mezni dkk., 2011), bentonit (Musyoka dkk., 2014), dan kaolin (Rios dkk., 2009).

Berdasarkan uraian sebelumnya, kaolin adalah salah satu material yang dapat digunakan untuk mensintesis zeolit. Kaolin merupakan bahan tambang berupa lempung (*clay*) dan berwarna putih. Kaolin adalah mineral alumina-silika dengan struktur kristal yang terdiri dari lapisan yang terikat lemah. Kaolin digunakan sebagai material untuk mensintesis zeolit karena di dalamnya terkandung mineral utama berupa kaolinit

[$Al_2Si_2O_5(OH)_4$] yang dapat digunakan sebagai sumber SiO_2 dan Al_2O_3 selama proses sintesis. Jenis zeolit yang dapat dihasilkan dari material kaolin diantaranya yaitu zeolit LTA (Wang dkk., 2014), zeolit X (Kovo, 2012), zeolit Na-P (Alkan dkk., 2005), kankrinit (Lin dkk., 2004), zeolit Na-Y (Sun dkk., 2011), ZSM-5 (Holmes dkk., 2011), zeolit SAPOs (Wang dkk., 2010), analsim (Atta dkk., 2012), dan sodalit (Huang dkk., 2011).

Salah satu jenis zeolit sintetik yang ada saat ini yaitu sodalit (SOD). Sodalit merupakan salah satu jenis zeolit dengan struktur kerangka yang terdiri dari 6 cincin. Pori sodalit termasuk dalam golongan mikropori dengan ukuran pori sebesar 2,8 Å. Secara umum, sodalit memiliki komposisi $Na_8[Al_6Si_6O_{24}](X)_2$, dimana X adalah anion *monovalent.* Struktur kerangka sodalit berbentuk kubik yang tersusun dari *β-cage*. Setiap *β-cage* terdiri dari 24 atom T (T = Si^{4+} atau Al^{3+}) yang masing-masing unit tersusun dari tetrahedral SiO_4 dan AlO_4. Setiap *β-cage* dengan *β-cage* yang lain dihubungkan oleh cincin sederhana T4 [S4R] (Felsche dkk., 1986).

Sintesis sodalit dari bahan limbah diantaranya pernah dilaporkan oleh Derkowski dkk. (2006), yaitu dengan menggunakan abu layang batu bara, Naskar dkk. (2011) dengan menggunakan abu sekam padi, Rios dkk. (2009) menggunakan kaolin dengan metode sintesis sodalit secara langsung (tanpa kalsinasi), dan Musyoka dkk. (2014) menggunakan bentonit, lempung merah, dan lempung putih dengan metode difusi selama 1,5 jam pada suhu 550 °C.

Ada beberapa faktor yang bepengaruh dalam sintesis sodalit. Optimasi terhadap faktor-faktor tersebut masih perlu dilakukan agar memperoleh karakter sodalit yang murni. Adapun faktor-faktor tersebut antara lain sumber Si/Al, alkalinitas, suhu, dan waktu hidrotermal. Alkalinitas

didefinisikan sebagai rasio OH^-/Si (Xu, dkk., 2007). Alkalinitas yang besar sangat sesuai untuk sintesis sodalit. Semakin tinggi alkalinitas maka kelarutan Si dan Al akan semakin meningkat, sehingga waktu pembentukan inti pendek dan proses kecepatan kristalisasi meningkat. Selain itu akan menyebabkan distribusi ukuran partikel menjadi lebih seragam (Zaman, 2015).

Wahyuni (2015) telah berhasil mensintesis sodalit dengan mempelajari pengaruh waktu kristalinitas dimana sodalit murni dilaporkan mulai terbentuk pada waktu kristalinitas 24 jam. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan sintesis sodalit dengan menggunakan bahan dasar alam kaolin dari Bangka Belitung sebagai sumber silika dan alumina dengan metode secara langsung (tanpa kalsinasi), menggunakan waktu kristalinitas 24 jam pada suhu 100 ^oC (tanpa perlakuan *aging*), dan dengan menggunakan variasi rasio OH^-/Si untuk dapat dipelajari pengaruhnya. Kristal sodalit yang terbentuk akan dibandingkan dengan kristal sodalit standar. Semua produk sintesis akan dikarakterisasi dengan menggunakan, difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR), dan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X*-ray (SEM-EDX).

1.2 Permasalahan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh beberapa peneliti sebelumnya, dapat dilaporkan bahwa sodalit dapat disintesis dengan menggunakan metode secara langsung (tanpa kalsinasi). Ada beberapa faktor yang masih perlu dikaji kembali untuk menemukan komposisi terbaik agar dapat dihasilkan sodalit yang murni, salah satunya rasio OH^-/Si. Semakin banyak ion hidroksida, semakin meningkat kelarutan silikat dan aluminat, sehingga waktu pembentukan inti pendek dan kecepatan kristalisasi meningkat (Zaman, 2015). Dalam penelitian ini akan dilakukan sintesis sodalit berbahan dasar

kaolin sebagai sumber silika dan alumina dengan menggunakan waktu kristalinitas 24 jam pada suhu 100 ^{o}C, serta digunakan variasi OH^-/Si untuk dipelajari pengaruhnya.

1.3 Batasan Penelitian

Sintesis sodalit pada penelitian ini dilakukan dengan metode langsung (tanpa kalsinasi) menggunakan bahan dasar kaolin yang berasal dari Bangka Belitung dengan rasio molar $3Na_2O$: $2SiO_2$: $1Al_2O_3$: $128H_2O$. Rasio $3Na_2O$ dibagi menjadi 4 varian, yaitu $3Na_2O$, $2Na_2O$:2NaCl, Na_2O:4NaCl, dan 6NaCl, dimana sumber Na_2O yang digunakan berasal dari NaOH.

1.4 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh rasio OH^-/Si terhadap pembentukan kristal sodalit berbahan dasar kaolin dengan metode secara langsung (tanpa kalsinasi).

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini yaitu untuk mengetahui pengaruh rasio OH^-/Si terhadap pembentukan kristal sodalit berbahan dasar kaolin dengan metode secara langsung (tanpa kalsinasi).

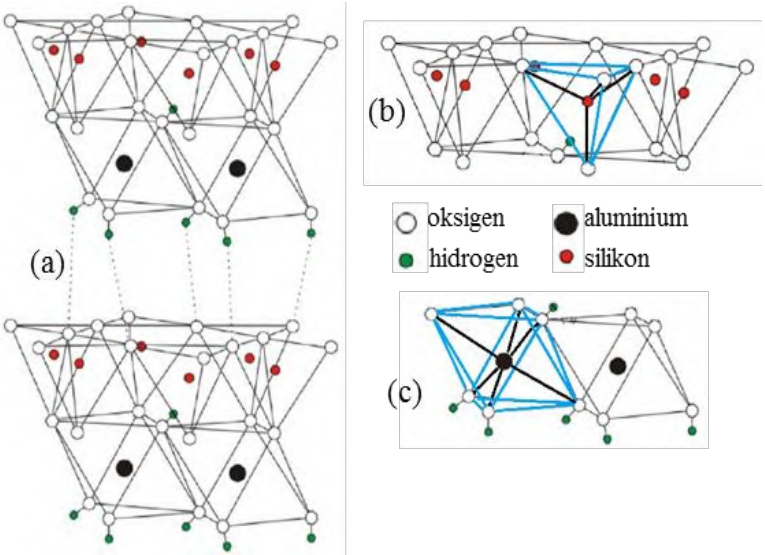
BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kaolin

Istilah "kaolin" berasal dari kata “Cau-Ling” yang berarti *“High Mountains”* atau pegunungan tinggi, yang merupakan sebuah nama yang diberikan untuk sebuah bukit dekat Jau-chau Fu, China, dimana kaolin pertama kali ditambang sekitar abad ke-7 (Sepulveda dkk., 1983). Kaolin merupakan sejenis tanah lempung (*clay*) yang mengandung mineral utama berupa kaolinit (85-95%). Sifat fisik kaolin diantaranya berwarna putih atau agak putih, memiliki daya hantar panas dan listrik yang rendah, lembut, tidak abrasif, dan memiliki massa jenis 2,6 g/cm^3. Komposisi kimia kaolin secara teoritis adalah SiO_2 46,54%; Al_2O_3 39,50%; dan H_2O 13,96% (Prasad dkk., 1991; Murray, 2007).

Sifat fisik dan kimia kaolin ditentukan dari kondisi geologis pembentukan kaolin dan komposisi mineral yang terkandung di dalamnya. Dalam dunia industri, penggunaan kaolin sangat bergantung pada sifat fisik dan kimianya. Kaolin biasa digunakan dalam industri kertas sebagai *filler*, pencerah, dan pelapis, serta digunakan dalam industri lainnya seperti industri cat, plastik, karet, keramik, kosmetik, farmasi, dan semen (Murray, 2007). Selain dalam bidang industri, kaolin juga dapat digunakan dalam bidang pengobatan dan kesehatan. Pada bidang pengobatan, pemanfaatan kaolin diantaranya digunakan sebagai adsorben untuk mengadsorp lipid, protein, serta virus dan bakteri (Grim, 1968).

Kaolin tersusun dari komponen utama berupa kaolinit. Kaolinit ($Al_4Si_4O_{10}(OH)_8$) berukuran kecil, tipis, dan memiliki densitas sebesar 2,1-2,6 g/cm^3. Struktur kaolinit ditunjukkan pada Gambar 2.1.



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

Struktur kaolinit terbentuk dari dua lapisan yaitu oktahedral dan tetrahedral yang membentuk simetri pseudo heksagonal (Cheng dkk., 2012). Unit dasar lapisan tetrahedral adalah silika tetrahedral (SiO_4) dimana satu silikon mengikat empat atom O. 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, 2007).

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 5 dan 4 dengan mengubah Al berkoordinat 6. Reaktifitas kaolin meningkat seiring dengan penurunan jumlah Al berkoordinat

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 di atas suhu 900 °C akan mengubah metakaolin menjadi γ-Al_2O_3. Metakaolin banyak digunakan sebagai bahan dasar sintesis zeolit karena bersifat semikristalin dan lebih reaktif bila dibandingkan dengan kaolin.

2.2 Zeolit

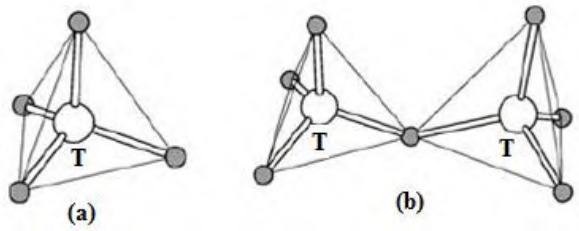
Zeolit berasal dari kata Yunani kuno "*zeo"* (mendidih) dan "*lithos"* (batu) yang berarti "batu mendidih" karena kemampuan dari material tersebut untuk mengabsorb air dan melepaskannya pada saat pemanasan. Zeolit merupakan material anorganik berupa kristal dengan struktur kerangka tiga dimensi yang tersusun oleh tetrahedral aluminosilikat dan kation alkali (K^+, Na^+) atau alkali tanah (Ca^{2+}, Ba^{2+}) membentuk struktur berpori. Ukuran pori zeolit 5-12 Å atau 0,5-1,2 nm (Xu dkk., 2007). Pada umumnya zeolit mengandung silika, alumina, oksigen, dan kation pada struktur kerangkanya. Rumus umum zeolit dinyatakan sebagai berikut:

$$M_{x/n}\,[Si_{1-x}Al_xO_2].mH_2O \qquad (2.1)$$

dimana M merupakan kation logam dengan valensi *n* dan pada umumnya merupakan kation golongan I dan II A. M juga dapat berupa logam lain yang dapat menyeimbangkan muatan negatif pada Al di dalam kerangka struktur zeolit.

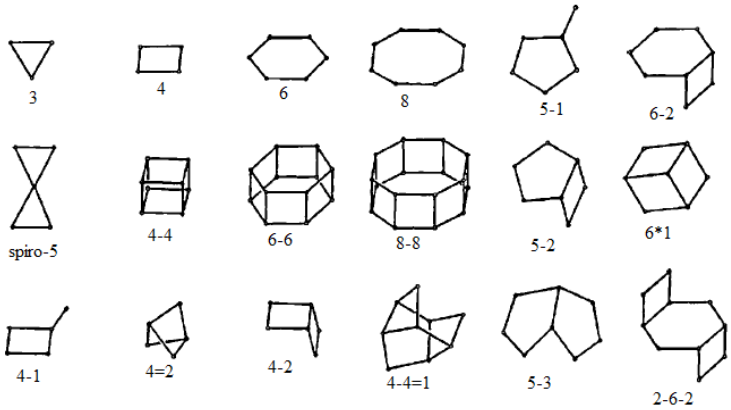
Struktur zeolit terdiri atas tiga unit pembangun, yaitu unit bangun primer *(Primary Building Unit, PBU)*, unit bangun sekunder *(Secondary Building Unit, SBU)*, dan unit bangun tersier *(Tertiary Building Unit, TBU). Primer building unit*

(PBU) adalah tetrahedral TO_4. T merupakan Si atau Al yang masing-masing T terkoordinasi dengan 4 atom oksigen, dengan masing-masing atom oksigen berikatan dengan dua atom T. *Primer Building Unit* (PBU) ditunjukkan pada Gambar 2.2.



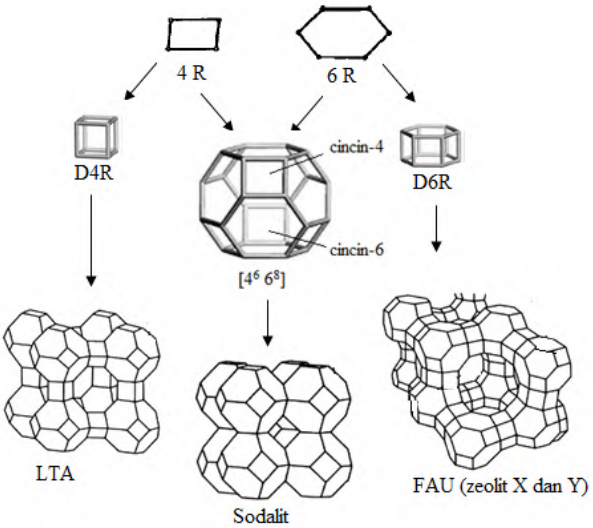
Gambar 2.2 *Primer building unit* (PBU) pada zeolit, (a) tetrahedral TO_4; (b) tetrahedral TO_4 yang terhubung dengan Oksigen (Xu dkk, 2007).

Secunder building unit (SBU) pada kerangka zeolit terbentuk dari gabungan beberapa *primer building unit* (PBU). *Secunder building unit* (SBU) pada struktur zeolit terdiri dari cincin 3, 4, 5, dan 6 (*n*-MR). Masing-masing *n*-MR terdiri dari *n* yang merupakan atom T yang terhubung dengan cincin melalui ion O dan biasanya mempunyai atom 2*n*. Misalnya, jika ada 6-MR maka total atomnya sebanyak 12 atom. Struktur tersebut teratur membentuk cincin besar yang menggambarkan molekul pori, biasanya 8-, 10-, dan 12-MR. Zeolit yang mengandung 8-, 10-, dan 12-MR disebut sebagai zeolit yang berukuran pori kecil, sedang, dan besar. Unit pembangun sekunder mengandung 16 tetrahedral yang berikatan dengan atom T (Xu dkk., 2007). *Secunder building unit* (SBU) ditunjukkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 *Secunder building unit* (SBU) pada zeolit (Xu dkk, 2007).

Tertiary Building Unit (TBU) merupakan gabungan unit-unit sekunder yang saling berikatan membentuk struktur tetrahedral tiga dimensi atau polihedral. Polihedral tersebut akan membentuk kerangka kristal zeolit dengan bentuk yang lebih spesifik. TBU atau disebut juga dengan *cage building units* mempunyai beberapa karakteristik unit pembangun rongga/polihedral (*cage*) pada kerangka zeolit. *Cage* pada umumnya digambarkan dalam bentuk n-cincin (jumlah cincin) pada bagian permukaan. Sebagai contoh sodalit oktahedron (unit sodalit) pada bagian permukaannya mempunyai enam cincin-4 dan delapan cincin-6 yang dinotasikan sebagai *cage* $[4^6\ 6^8]$. *Cage* yang sama akan menghasilkan tipe struktur kerangka yang berbeda jika dihubungkan oleh cincin yang berbeda. Contohnya pada rongga SOD (sodalit) struktur sodalit terbentuk ketika *β-cage* terhubung dengan cincin-4 tunggal, struktur LTA terbentuk ketika *β-cage* terhubung dengan cincin-4 rangkap, dan FAU (faujasit) terbentuk ketika *β-cage* terhubung dengan cincin-6 rangkap (Xu dkk., 2007). *Tertiary building unit* (SBU) ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Unit pembangun rongga (*cage*) zeolit (Smart dan Moore, 1993).

Sifat zeolit sangat tergantung dari jumlah komponen Al dan Si yang terkandung di dalamnya. Oleh karena itu, zeolit sintesis dapat dikelompokkan sesuai dengan perbandingan kadar komponen Al dan Si, yaitu rasio Si/Al≤2 merupakan zeolit bersilika rendah, rasio 2<Si/Al≤5 merupakan zeolit bersilika sedang, dan rasio Si/Al>5 adalah zeolit bersilika tinggi (Byrappa dkk., 2001).

Zeolit dapat diaplikasikan dalam berbagai hal, anatara lain sebagai penukar ion, penyerap bahan, dan katalisator. Masing-masing penjelasannya adalah sebagai berikut.

1. Adsorpsi

   Ruang hampa dalam zeolit dalam keadaan normal akan terisi oleh molekul air bebas yang berada di sekitar kation. Molekul air ini akan keluar dengan adanya pemanasan pada suhu 300-400 °C sehingga zeolit dapat

berfungsi sebagai penyerap gas atau cairan. Beberapa jenis mineral zeolit mampu menyerap gas sebanyak 30% dari beratnya dalam keadaan kering. Selektifitas adsorpsi zeolit terhadap ukuran molekul tertentu disesuaikan dengan jalan dekationisasi, dealuminasi secara hidrotermal, dan pengaruh perbandingan Si/Al.

2. Penukar ion

   Ion-ion pada rongga atau kerangka elektrolit berguna untuk menjaga kenetralan zeolit. Ion-ion ini dapat bergerak bebas sehingga pertukaran ion yang terjadi tergantung dari ukuran dan muatan maupun jenis zeolitnya.

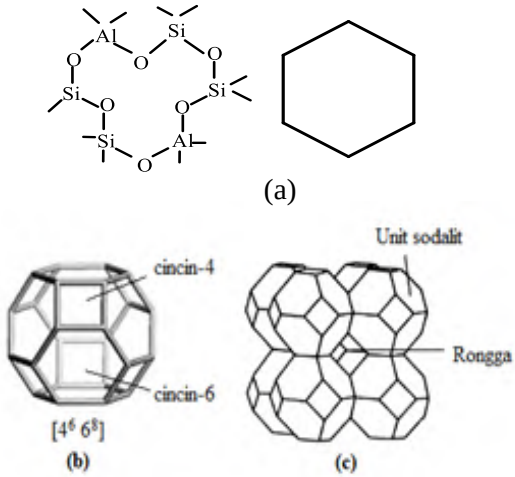
3. Katalis

   Ruang kosong yang ada akan membentuk saluran di dalam struktur zeolit yang merupakan ciri paling khusus dari zeolit. Zeolit merupakan katalisator yang baik karena mempunyai pori-pori yang besar dengan luas permukaan yang maksimum.

2.2.1 Sodalit

Sodalit merupakan salah satu jenis zeolit yang mempunyai ukuran pori 2,8 Å. Dengan ukuran pori ini, sodalit digolongkan ke dalam jenis material kristal mikropori. Sodalit merupakan material yang dapat diaplikasikan sebagai material pengolahan limbah, penyimpan hidrogen, pemisahan hidrogen, *support* katalis, dan material optik (Jiang dkk., 2012). Komposisi secara umum sodalit adalah Na_8 $[Al_6Si_6O_{24}](X)_2$, dimana X adalah anion *monovalent*. Tipe dari material sodalit ini adalah (Na_8^+Cl) $[Al_6Si_6O_{24}]$-SOD, kubik *P*-43 n, dan *a* = 8.870 Å. Ion Na^+ dan Cl^- dalam struktur sodalit masing-masing dapat ditukar sehingga sodalit dapat berfungsi sebagai penukar ion.

Sodalit tergolong dalam jenis zeolit tektosilikat dimana struktur sodalit terdiri dari unit pembangun primer (PBU) yang terdiri dari atom Si dan Al di bagian pusat dan empat atom oksigen. Tiap atom oksigen terhubung secara tetrahedral. Tetrahedral menyusun struktur kerangka sodalit sehingga terbentuklah polihedral (rongga-β) menjadi unit sel kubik. Tiap unit sel kristal sodalit terdiri dari 12 tetrahedral. Adapun struktur kerangka sodalit ditunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 (a) cincin-6 mempunyai 2 atom Al dan 4 atom Si, (b) unit sodalit, (c) struktur kerangka sodalit (Xu, 2007).

Kerangka sodalit dapat digambarkan sebagai kubus primitif yang tersusun dari rongga-β yang tergabung dengan cincin-4, membentuk rongga-β di bagian pusatnya (Xu, 2007). Rongga tertutup oleh delapan unit sodalit (Gambar 2.5). Pada struktur tiga dimensi, tetrahedral Si dan Al terletak pada perpotongan empat garis karena jembatan oksigen terbentuk melalui ikatan antara puncak tetrahedron yang saling

terhubung. Sodalit memiliki struktur simetri yang bagus. Gabungan rongga-rongganya dapat membentuk saluran atau pori yang tersusun dari tiga kristal kubik, dan saluran masuk ke porinya dapat melalui cincin-4 (Smart dan Moore, 1993).

2.2.2 Sintesis Sodalit

Sintesis sodalit merupakan suatu proses yang dilakukan untuk membuat sodalit. Sodalit dapat disintesis dengan metode hidrotermal dan dalam prosedurnya melibatkan pembentukan fase metastabil pada kondisi hidrotermal. Adapun tahap kristalisasinya meliputi pembentukan dan pertumbuhan inti kristal yang melibatkan reaksi seperti pelarutan-presipitasi dan polimerisasi-depolimerisasi. Sintesis sodalit dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu komposisi *batch*, rasio Si/Al, alkalinitas, jumlah air, kation anorganik, suhu dan waktu hidrotermal, serta waktu *aging* (Čejka dkk., 2007). Berikut masing-masing penjelasannya.

1. Komposisi *Batch*

   Komposisi *batch* berpengaruh penting dalam proses sintesis sodalit. Sintesis sodalit dilakukan pada sistem Na_2O-Al_2O_3-SiO_2-H_2O. Sodalit terbentuk ketika komposisi air berkurang menjadi 60-85%.

2. Sumber Si/Al

   Sumber Si dan Al mempengaruhi proses pembentukan kristalisasi pada sintesis sodalit. Perbedaan dalam penggunaan sumber silika akan mempengaruhi reaktivitas dan proses kelarutan terutama pada kecepatan kristalisasi, ukuran dan morfologi kristal, serta distribusi ukuran partikelnya. Silika yang mempunyai luas area yang besar akan lebih mudah larut ke dalam media alkali sehingga akan mempercepat terjadinya proses penjenuhan yang secara otomatis akan mempercepat juga proses pembentukan inti dan menyebabkan kristal yang

terbentuk berukuran kecil. Syarat terbentuknya sodalit adalah rasio Si/Al rendah (Si/Al<5) (Čejka dkk., 2007).

3. Alkalinitas

Alkalinitas didefinisikan sebagai rasio OH^-/Si atau rasio H_2O/Na_2O (Xu, dkk., 2007). Alkalinitas yang besar sangat sesuai untuk sintesis sodalit. Semakin tinggi alkalinitas maka kelarutan Si dan Al semakin meningkat sehingga waktu pembentukan inti pendek dan proses kecepatan kristalisasi meningkat. Selain itu, ukuran partikel yang terbentuk menjadi berkurang dan distribusi ukuran partikelnya lebih seragam (Badrus, 2015).

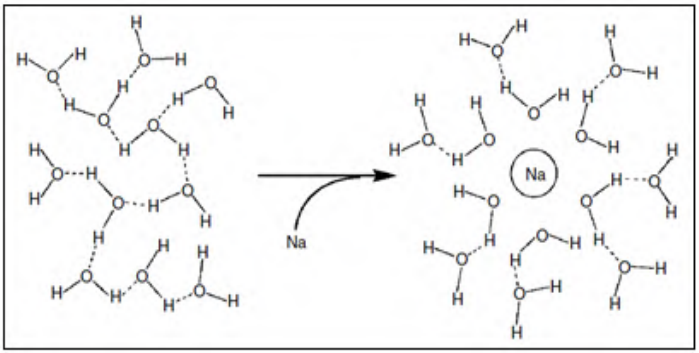
4. Jumlah Air (H_2O)

Pada sintesis sodalit, jumlah H_2O berperan sebagai pelarut selama proses hidrotermal. Seperti yang dijelaskan pada penjelasan sebelumnya bahwa sintesis sodalit optimal jika komposisi air 60-85%. Jumlah air yang banyak akan memperlambat proses penjenuhan sehingga pembentukan inti dan pertumbuhan kristal menjadi lambat pula. Oleh karena itu, sodalit yang terbentuk kristalnya akan berukuran besar. Namun jika jumlah air yang digunakan sedikit, maka yang terjadi adalah sebaliknya (Čejka dkk., 2007).

5. Kation Anorganik

Kation anorganik berperan dalam proses kristalisasi terutama dalam pembentukan struktur kerangka sodalit. Kation anorganik yang biasanya digunakan yaitu logam alkali hidroksida (NaOH). Flanigen dkk., (2010) menjelaskan bahwa kation logam alkali dapat berperan sebagai: i) sumber ion hidroksida yang diperlukan untuk melarutkan silikat dan aluminat; ii) sebagai pengarah struktur kerangka sodalit. Pada umumnya, kation berada pada kondisi basa membentuk MOH yang kemudian menghasilkan konsentrasi ion OH^- yang diseimbangkan dengan konsentrasi kation. Ion OH^- mempengaruhi pelarutan dan reaksi polimerisasi-

depolimerisasi silikat dan aluminosilikat. Gambar 2.6 menunjukkan interaksi kation Na dengan air sehingga dapat berikatan dengan tetrahedral silika dan alumina membentuk struktur seperti *cage*.



Gambar 2.6 Diagram interaksi kation Na dengan molekul air (Čejka dkk., 2007).

6. Suhu dan Waktu Kristalisasi

Pada sintesis sodalit, suhu dan waktu kristalisasi mempengaruhi pembentukan inti dan pertumbuhan kristal. Suhu berpengaruh terhadap kenaikan laju nukleasi dan pertumbuhan kristal sehingga terbentuk kristal yang berukuran lebih besar. Jika waktu kristalisasi meningkat, maka kristalinitas juga akan semakin meningkat, yang kemudian akan menyebabkan terbentuknya sodalit dengan ukuran partikel yang lebih besar (Čejka dkk., 2007).

7. Waktu *Aging*

Waktu *aging* merupakan waktu penghomogenan suatu campuran reagen dan sebagai awal mula proses kristalisasi dimulai. *Aging* berperan penting dalam proses sintesis sodalit karena berkaitan dengan pembentukan inti dan pertumbuhan kristal sodalit. Selama proses *aging*, pembentukan inti dan krisatalisasi sodalit terjadi karena: (i) meningkatnya kecepatan pembentukan inti; (ii) berkurangnya waktu induksi dan waktu

kristalisasi; (iii) berkurangnya ukuran kristal; (iv) meningkatnya jumlah kristal (Čejka dkk., 2007).

Metode sintesis sodalit secara langsung untuk mengkonversi kaolin menjadi sodalit terdiri dari pelarutan kaolin dalam larutan alkali, misalnya NaOH atau KOH yang berperan untuk mengekstrak alumina dan silika. Kemudian proses dilanjutkan dengan pemanasan untuk membentuk kristal sodalit. Senyawa aluminat atau silikat dapat ditambahkan untuk mengatur rasio Si/Al agar terbentuk sodalit. Transformasi kaolin menggunakan metode secara langsung melibatkan dua proses yaitu: (1) pelarutan kaolinit untuk melepaskan Si dan Al, (2) pembentukan sodalit, X^- adalah OH^-. Adapun reaksi yang terjadi pada proses sintesis sodalit ditunjukkan pada persamaan berikut ini.

$$Al_2Si_2O_5(OH)_4 + 6OH^- + H_2O \rightarrow 2Al(OH)^{4-} + 2H_2SiO_4^{2-} \quad (2.2)$$

$$6Al(OH)^{4-} + 2H_2SiO_4^{2-} + 8Na^+ + 2X^- \rightarrow Na_6Si_6Al_6O_{24}2NaX^- + 12OH^- + 12\ H_2 \quad (2.3)$$

Kristalisasi sodalit terjadi pada konsentrasi NaOH yang tinggi. Kaolinit mengalami transformasi secara hidrotermal. Fase amorf bertransformasi menjadi zeolit A yang kemudian bertransformasi menjadi sodalit (Rios dkk., 2009). Tahapan transisi dari aluminosilikat → fase amorf → zeolit LTA → sodalit telah dilaporkan oleh Liu dan Navrotsky (2007). Tahapan ini dapat digunakan untuk menjelaskan transformasi kaolinit dalam media alkali.

2.2.3 Metode Hidrotermal

Metode hidrotermal memegang peran yang sangat penting di dalam proses sintesis sodalit. Metode hidrotermal merupakan suatu metode yang digunakan untuk mereaksikan substansi dengan pelarut air pada tekanan dan suhu yang tinggi (reaksi kristalisasi). Dengan menggunakan metode

hidrotermal, kemampuan solvasi efektif air dapat meningkat. Kelarutan reaktan pun ikut meningkat sehingga dapat mengaktifkan reaksi dari material sumber yang mengarah pada penataan ulang dan peleburan dari gel primer yang terbentuk pada tahap pertama, serta dapat 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, meskipun proses kristalisasi dari gel aluminosilikat terhidrasi sangat rumit. Tidak ada kesimpulan yang dicapai untuk menjelaskan proses kristalisasi yang rumit sampai sejauh ini. Namun terlepas dari mekanisme transformasi fasa cair atau padat yang pernah diusulkan sebelumnya, secara umum dapat diterima bahwa proses kristalisasi zeolit terdiri dari empat langkah, yaitu: (i) kondensasi anion polisilikat aluminat, (ii) nukleasi zeolit, (iii) pertumbuhan inti, dan (iv) pertumbuhan kristal zeolit yang seringkali terjadi pada saat nukleasi sekunder. Mekanisme pembentukan zeolit secara rinci pada saat proses kristalisasi masih sangat sulit untuk dipahami secara mendalam karena: 1) proses kristalisasi keseluruhan melibatkan reaksi yang sangat rumit, 2) nukleasi dan pertumbuhan kristal dilakukan di bawah kondisi heterogen, dan 3) seluruh proses terus berubah terhadap waktu. Adapun keuntungan sintesis zeolit menggunakan metode hidrotermal yaitu kereaktifan reaktan yang tinggi, penggunaan energi yang rendah, rendahnya polusi udara, mudah mengontrol larutan pada pembentukan fase metastabil dan fase padatan yang khas (Byrappa dan Yoshimura, 2001; Julbe, dkk., 2000; Rabenau, 1985).

2.2.4 Pengaruh Ion Hidroksida (OH^-)

Ion hidroksida (OH^-) memegang peran penting dalam pembentukan struktur molekul dan proses polimerisasi-depolimerisasi pada proses sintesis zeolit. Konsentrasi ion hidroksida dalam proses sintesis zeolit dapat mempengaruhi kecepatan kristalisasi dan memperpendek periode induksi pembentukan kristal. Keberadaan ion hidroksida sangat berpengaruh terhadap kelarutan silika dan alumina. Semakin banyak ion hidroksida, semakin meningkat kelarutan silikat dan aluminat, sehingga waktu pembentukan inti pendek dan kecepatan kristalisasi meningkat. Selain itu ion hidroksida akan menyebabkan distribusi ukuran partikel menjadi lebih seragam (Zaman, 2015). Adapun peran ion hidroksida selama proses sintesis zeolit antara lain sebagai pengontrol tingkat polimerisasi silika dalam larutan, pemodifikasi waktu nukleasi dengan mempengaruhi proses transpor silika dari fasa padat menjadi larutan, berpengaruh terhadap kecepatan proses kristalisasi, dan dapat berperan sebagai pengontrol kemurnian fase (Szostak, 1989).

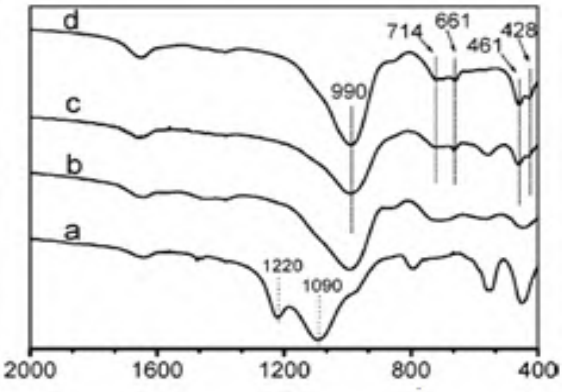
2.3 Karakterisasi Padatan

2.3.1 *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

Spektrofotometri (FTIR) merupakan teknik karakterisasi yang digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa memanfaatkan vibrasi dari gugus fungsi yang dikenai radiasi sinar inframerah. Panjang gelombang dari sinar inframerah yang biasa digunakan untuk karakterisasi adalah 4000-400 cm^{-1} (Silverstein, dkk., 2005). Menurut Prasetyoko dkk. (2016), FTIR dapat memberi informasi dalam memperkirakan struktur molekul serta gugus fungsi dari senyawa dalam padatan yang dikarakteriasisi. Keunggulan dari karakterisasi menggunakan FTIR adalah waktu pengukuran/karakterisasi yang lebih singkat dan

akurasinya yang lebih baik dibanding spektrometer dispersif konvensional (Sibilia, 1996). Sebagai contoh spektrum infra merah yang terletak pada daerah 300-1300 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi dari kerangka zeolit. Frekuensi vibrasi kerangka-kerangka tertentu pada daerah tengah IR (300-1300 cm^{-1}) menyediakan informasi mengenai komposisi dan cara setiap tetrahedral SiO_4 dan AlO_4 terikat satu sama lain. Informasi struktur lain yang didapat dari spektra IR ialah komposisi kerangka Si/Al, perubahan structural selama proses dekomposisi termal, serta pergerakan kation selama dehidrasi dan dehidroksilasi (Flanigen, 1976).

Contoh spektra IR untuk sodalit ditunjukkan pada Gambar 2.7. Spektra karakteristik sodalit terdapat pada bilangan gelombang 990 cm^{-1} yang menunjukkan *stretching* asimetri (T-O-T, T= Si, Al). Bilangan gelombang 714 dan 661 cm^{-1} berkaitan dengan *stretching* simetri (T-O-T), dan bilangan gelombang 461 dan 428 cm^{-1} merupakan *bending* vibrasi (O-T-O).



Gambar 2.7 Spektra FTIR pada sampel dengan variasi waktu hidrotermal: (a) 0 jam, (b) 1 jam, (c) 2 jam, dan (d) 3 jam (Yao, dkk., 2006).

2.3.2 *X-Ray Diffraction* (XRD)

XRD merupakan salah satu metode karakterisasi material yang sangat penting dan membantu untuk mengidentifikasi fasa kristalin atau struktur kristal material, ukuran kristal, komposisi fasa, orientasi atom-atom, dan *defect* yang dimiliki material yang dianalisis. XRD menggunakan sinar-X sebagai sumber sinar dalam teknik karakterisasinya.

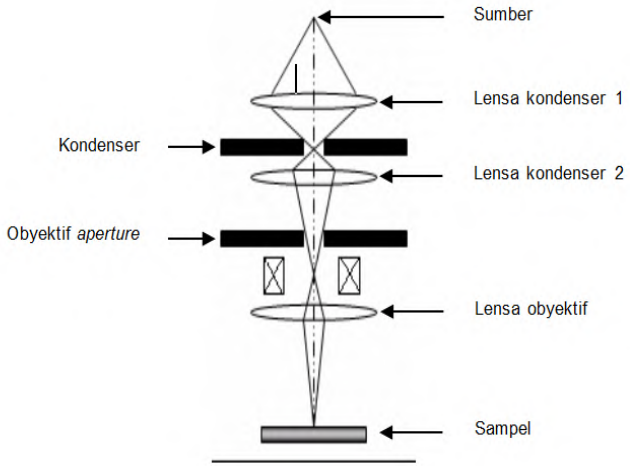
Sinar X adalah radiasi elektromagnetik yang memiliki panjang gelombang ($\lambda \approx 0{,}1$ nm) yang lebih pendek daripada gelombang cahaya (λ = 400-800 nm). Sinar ini dihasilkan ketika logam sasaran ditembak dengan elektron berkecepatan tinggi di dalam tabung vakum udara. Radiasi yang dikeluarkan dapat dikelompokkan menjadi dua komponen yaitu spektrum kontinu dan spektrum garis. Spektrum kontinu memiliki rentang panjang gelombang yang lebar sedangkan spektrum garis merupakan karakteristik dari logam yang ditembak (Smallman, 2000). Panjang gelombang sinar-X inilah yang dijadikan sebagai dasar untuk mengatahui struktur mikroskopik dari suatu bahan.

Prinsip kerja dari *X-ray Diffraction* (XRD) adalah difraksi gelombang sinar X yang mengalami *scattering* setelah bertumbukan dengan atom-atom kristal. Pola difraksi yang dihasilkan mempresentasikan struktur kristal. Bentuk dari data difraksi sinar-X tergantung dari struktur kristal dari suatu material. Struktur tersebut digambarkan dengan tipe kisi, ukuran kristal, parameter unit sel dan tipe distribusi dari variasi ion dan molekul dalam unit sel (Weller, 1996). Metodenya adalah dengan cara memplot intensitas difraksi XRD terhadap sudut difraksi 2θ. Intensitas akan meninggi pada 2θ yang terjadi difraksi. Intensitas yang tinggi tersebut dalam grafik terlihat membentuk puncak-puncak pada nilai 2θ tertentu. Pelebaran puncak bisa diartikan material yang benar-

benar amorf, butiran yang sangat kecil dan bagus, atau material yang memiliki ukuran kristal sangat kecil melekat dengan struktur matriks yang amorf.

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

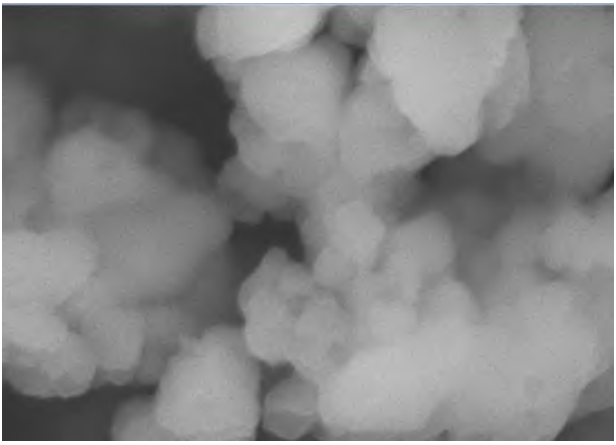
SEM adalah instrumen yang menggunakan berkas elektron berenergi tinggi untuk mengamati objek dengan skala yang sangat kecil. Pengamatan dengan menggunakan SEM akan memberikan informasi tentang topologi (ciri-ciri permukaan), morfologi (bentuk dan ukuran partikel), komposisi, dan informasi kristalografi (penyusunan atom dalam objek). Kelebihan SEM terletak pada fleksibilitas yang melekat karena pembangkitan sinyal ganda, proses pembentukan gambar yang mudah, dan rentang pembesaran yang lebar.. Namun, sayangnya SEM hanya digunakan untuk mendapatkan gambar permukaan sehingga resolusi dan informasi kristalografi terbatas pada permukaan (Voutou dan Stefanaki, 2008). Mekanisme kerja SEM dapat dilihat pada Gambar 2.8.



Gambar 2.8 Komponen alat SEM (Prasetyoko dkk., 2016)

Prinsip kerja SEM yaitu berkas elektron yang berasal dari katoda filamen dialiri listrik yang akan memanaskan filamen dan menyababkan elektron terakselerasi untuk bergerak turun kearah sampel. Ketika elektron berinteraksi dengan sampel, elektron kehilangan sejumlah energi sehingga terjadi pemantulan elektron dan emisi elektron. Hasil dari pemantulan dan emisi tersebut kemudian dideteksi dengan detektor tertentu dan diperoleh gambar berupa morfologi suatu kristal (Prasetyoko dkk., 2016).

Aplikasi utama dari SEM adalah untuk melihat material menggunakan perbesaran yang maksimum dan memberikan informasi tentang ukuran, bentuk dan komposisi dari permukaan padatan. Metode pengoperasian SEM biasanya dilengkapi juga dengan instrumen *Energy Dispersive X-Ray* (EDX). Pada prinsipnya SEM-EDX merupakan sistem analisis yang menggabungkan SEM dan EDX ke dalam satu unit yang dirancang pada konsep pengembangan produk sehingga memungkinkan analisis untuk pencapaian pengamatan secara cepat, jelas, dan akurat.



Gambar 2.9 Mikrograf SEM sodalit standar (Zaman, 2015)

Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan gambar permukaan morfologi dari suatu sampel yang dianalisis. Mikrograf dari sodalit standar pernah dilaporkan oleh Zaman (2015), yang ditunjukkan pada Gambar 2.9. Morfologi sodalit standar menyerupai bulatan-bulatan kecil yang menggumpal dan saling melekat satu sama lain.

EDX (*Energy Dispersive X*-ray) digunakan untuk mengetahui komposisi dari unsur-unsur yang ada di dalam sebuah material. 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 kemudian akan dianalisis menggunakan EDX. Energi dari sinar-X ini menunjukkan perbedaan energi antar kedua kulit suatu unsur sehingga analisis ini dapat menentukan komposisi unsur dari sampel (Behera, 2009).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB III
METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan
3.1.1 Alat dan Instrumentasi

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain peralatan gelas, corong, spatula, pipet tetes, kaca arloji, *hotplate*, *magnetic stirrer*, botol polipropilen, oven, indikator pH universal, kertas saring, neraca analitik, *X-Ray Diffraction* BRUKER D8 *Advance* 206276 di Universitas Negeri Surabaya (UNESA), FTIR Shimadzu *Instrument Spektrum One* 8400S, dan SEM (ZEISS EVO MA 10) yang dilengkapi detektor EDX (BRUKER 129 EV).

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain kaolin dari Bangka Belitung (SiO_2 45,86% dan Al_2O_3 22%), natrium hidroksida (NaOH, pelet), NaCl (garam dapur), air terdemineralisasi, dan natrium aluminat anhidrat ($NaAl_2O_3$).

3.2 Prosedur Penelitian
3.2.1 Sintesis Sodalit

Pada penelitian ini, sintesis sodalit dilakukan dengan menggunakan komposisi rasio molar yang mengacu pada IZA (*International Zeolite Association*), yaitu $3Na_2O$: $2SiO_2$: Al_2O_3 : $128H_2O$. Sumber alkali yang digunakan yaitu NaOH dan NaCl, dimana komposisi $3Na_2O$ divariasi menjadi 4 varian, yaitu $3Na_2O$, $2Na_2O$:2NaCl, Na_2O:4NaCl, dan 6NaCl. Metode sintesis yang digunakan pada penelitian ini yaitu metode secara langsung (tanpa kalsinasi) dengan material utama yaitu kaolin dari Bangka Belitung.

Preparasi sodalit dilakukan dengan cara melarutkan sejumlah NaOH pelet dan NaCl (sesuai variasi komposisi rasio molar) dengan 26,369 gram air terdemineralisasi di dalam botol polipropilen. Kemudian ditambahkan 3 gram kaolin ke dalam botol polipropilen dan diaduk selama 15 menit. Sebanyak 0,9574 gram natrium aluminat ditambahkan ke dalam campuran dan diaduk selama 6 jam pada suhu ruang. Selanjutnya botol polipropilen yang berisi campuran tersebut dimasukkan ke dalam oven untuk dilakukan proses hidrotermal pada suhu 100 °C selama 24 jam. Kemudian botol polipropilen didinginkan dengan cara mencuci bagian luar botol dengan air yang mengalir. Hasil sintesis disaring untuk memisahkan padatan dari filtratnya. Selanjutnya padatan dicuci dengan air terdemineralisasi sampai pH filtrat di bawah 9. Padatan ditunggu sampai mengendap sempurna, kemudian padatan disaring, dan selanjutnya dikeringkan pada suhu 100 °C selama 24 jam. Padatan yang telah kering ditimbang dan dikarakterisasi dengan menggunakan XRD (Difraktometer Sinar X), FTIR (spektroskopi inframerah), dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray*).

3.3 Karakterisasi Sodalit

3.3.1 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Padatan sodalit yang dihasilkan dikarakterisasi dengan menggunakan instrumen spektroskopi inframerah (FTIR) Shimadzu *Instrument Spektrum One* 8400S. Teknik yang digunakan yaitu teknik pelet KBr pada bilangan gelombang 400-1400 cm^{-1}. Sampel disiapkan dengan mencampurkan sampel dan KBr dengan komposisi sampel 1% terhadap total campuran.

3.3.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Padatan sodalit yang dihasilkan dikarakterisasi dengan difraktometer sinar-X BRUKER D8 *Advance* 206276 di Universitas Negeri Surabaya (UNESA) dengan dengan radiasi CuKα pada panjang gelombang λ = 1,54056 Å dan rentang sudut 2θ = 5-100°. Hasil karakterisasi difraksi sinar-X digunakan untuk menentukan intensitas puncak dari masing-masing produk kristal yang terbentuk.

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

Padatan sodalit yang dihasilkan dikarakterisasi dengan SEM (ZEISS EVO MA 10) dan EDX (BRUKER 129 EV). Sebelum dilakukan analisis, sampel terlebih dahulu diletakkan pada alas *carbon tape* untuk dilakukan proses *coating* menggunakan Pd/Au selama kurang lebih 15 menit pada tekanan 6 x 10^{-2} mBar.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini telah dilakukan sintesis sodalit secara langsung (tanpa kalsinasi) menggunakan sumber silika-alumina dari kaolin Bangka Belitung. Sintesis dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Sintesis sodalit dilakukan dengan menggunakan komposisi rasio molar yang mengacu pada *International Zeolite Assosiation* (IZA), yaitu $3Na_2O$: $2SiO_2$: Al_2O_3 : $128H_2O$, dimana sumber alkali yang digunakan berasal dari NaOH dan NaCl. Pada sintesis ini dilakukan pula penambahan natrium aluminat sebagai tambahan untuk sumber alumina. Padatan sodalit yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD), spektroskopi inframerah (FTIR), serta dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

4.1 Sintesis Sodalit

Pada penelitian ini, sodalit disintesis secara langsung dari kaolin (tanpa kalsinasi) menggunakan waktu *stirring* selama 6 jam, waktu kristalisasi 24 jam, dan tanpa perlakuan *aging.* Perbandingan komposisi mol yang digunakan dalam penelitian ini adalah $3Na_2O$: $2SiO_2$: Al_2O_3 : $128H_2O$, dimana komposisi rasio molar tersebut mengacu pada komposisi rasio molar *International Zeolite Assosiation* (IZA). Pada sintesis ini, kaolin digunakan sebagai bahan utama yang merupakan sumber silika dan alumina. Selain kaolin, prekursor lain yang digunakan adalah NaOH dan NaCl yang berfungsi sebagai sumber alkali. Karena pada sintesis ini digunakan 2 sumber alkali yaitu NaOH dan NaCl, maka perbandingan komposisi mol $3Na_2O$ dibagi menjadi 4 varian, yaitu $3Na_2O$, $2Na_2O$:2NaCl, Na_2O:4NaCl, dan 6NaCl. Dalam sintesis ini digunakan pula natrium aluminat sebagai tambahan sumber alumina, serta air terdemineralisasi sebagai sumber H_2O.

Sintesis sodalit dimulai dengan menimbang air terdemineralisasi sesuai dengan perbandingan komposisi mol yang digunakan, kemudian dimasukkan ke dalam botol polipropilen. Botol polipropilen digunakan karena botol ini dapat tahan terhadap panas hingga suhu 120 ^{o}C. Kemudian NaOH dan NaCl ditimbang juga sesuai dengan komposisi mol, lalu dicampurkan ke dalam botol polipropilen yang telah terisi aquademineralisasi (diusahakan dilakukan secara cepat mengingat sifat NaOH yang higroskopis). Setelah selesai dimasukkan, campuran diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan kecepatan pengadukan 60-70 rpm selama 5-10 menit pada suhu ruang hingga NaOH dan NaCl larut. Larutan yang terbentuk bening tidak berwarna. Selanjutnya kaolin ditambahkan sambil terus diaduk hingga terbentuk larutan yang berwarna putih. Dalam proses ini, larutan NaOH dan NaCl yang bercampur dengan kaolin berfungsi sebagai induktor untuk membentuk garam silikat dan garam aluminat. Kemudian dilakukan penambahan natrium aluminat sesuai dengan komposisi mol dan dilakukan pengadukan selama 6 jam pada suhu ruang. Campuran yang terbentuk tetap berwarna putih. Pengadukan ini bertujuan untuk melarutkan silikat dan aluminat. Pada saat interaksi antara garam silikat dan aluminat larut dalam air, akan terjadi reaksi hidrolisis yang mengakibatkan pH campuran menjadi meningkat. Interaksi antara garam silikat dan aluminat inilah yang merupakan tahap awal pembentukan gel (gelasi). Reaksinya seperti yang ditunjukkan pada persamaan 4.1 berikut ini.

$$NaOH(aq) + NaAl(OH)_4(aq) + Na_2O.SiO_2(aq) \xrightarrow{\text{suhu ruang}} [Na_x(AlO_2)_y(SiO_2)_z.NaOH.H_2O]\ (gel) \qquad (4.1)$$

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

Setelah pengadukan selama 6 jam selesai, botol polipropilen langsung dimasukkan ke dalam oven tanpa perlu

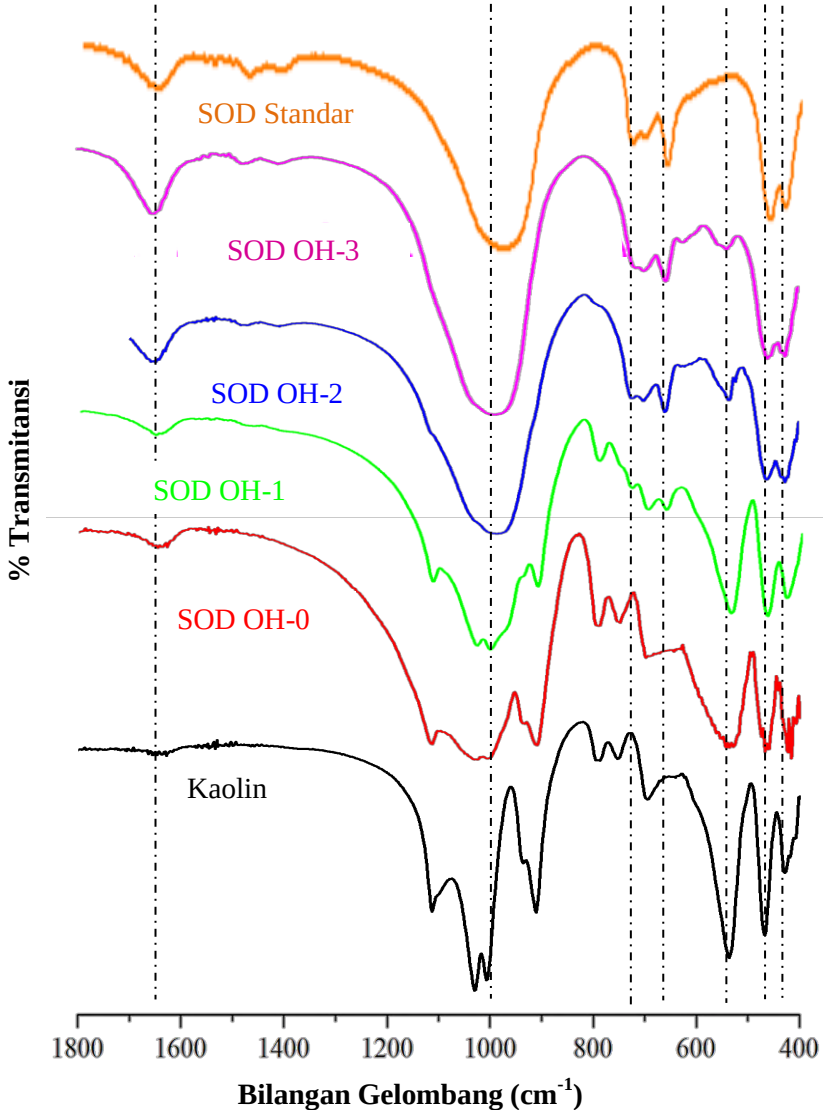
dibuka tutupnya untuk dilakukan proses hidrotermal. Proses hidrotermal dilakukan selama 24 jam pada suhu 100°C. Setelah proses hidrotermal selesai, botol polipropilen dikeluarkan dari oven dan didinginkan beberapa saat. Pada botol polipropilen terbentuk dua fasa, yaitu fasa bagian atas berupa cairan berwarna bening dan fasa bagian bawah berupa padatan berwarna putih kecoklatan. Padatan dan cairan dipisahkan dengan cara disaring. Selanjutnya padatan dicuci dengan air terdemineralisasi hingga pH larutan di bawah 9, dimana pH larutan awal yaitu 13. Setelah itu padatan yang mengendap disaring kembali, kemudian dikeringkan selama 24 jam pada suhu 100°C. Selanjutnya kristal sodalit yang terbentuk siap untuk dikarakterisasi.

4.2 Karakterisasi Sodalit

Pengaruh rasio OH^-/Si terhadap padatan hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan spektroskopi inframerah (IR) untuk mengetahui ikatan antar atom dan vibrasi molekul dari sampel padatan, difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa padatan yang terbentuk, serta *scanning electron microscopy-energy dispersive X-ray* (SEM-EDX) untuk mengetahui morfologi serta ukuran partikel dari padatan, dan *energy dispersive X-ray* (EDX) untuk analisis komposisi unsur dari padatan hasil sintesis.

4.2.1 Spektroskopi Inframerah (FTIR)

Padatan sodalit hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan spektroskopi FTIR untuk menentukan ikatan antar atom dan vibrasi molekul dari sampel padatan. Pada Gambar 4.1 ditunjukkan spektra absorpsi FTIR dari padatan sodalit hasil sintesis variasi OH^-/Si pada bilangan gelombang 400-1400 cm^{-1}.



Gambar 4.1 Spektra IR kaolin, sampel SOD OH-0, SOD OH-1, SOD OH-2, dan SOD OH-3, serta SOD standar

Berdasarkan Gambar 4.1, spektra IR kaolin menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 430, 468, 538, 696, 754, 794, 912, 1031, dan 1114 cm^{-1}. Puncak kaolin pada bilangan gelombang 1031 dan 1114 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur Si-O, 912 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-OH, 754 dan 794 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur simetri Si-O-Si, 696 cm^{-1} merupakan vibrasi perubahan bentuk Al-O-H, 538 cm^{-1} merupakan vibrasi perubahan bentuk Al-O, 430 dan 468 cm^{-1} merupakan vibrasi perubahan bentuk Si-O. Alkan dkk (2005), Markovic dkk. (2003), dan Saikia dkk. (2003) melaporkan bahwa pada serapan 1115 dan 1008 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-O, pada 912 cm^{-1} merupakan vibrasi Si-OH, pada 795 dan 755 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur simetri Si-O-Si, 697 cm^{-1} merupakan vibrasi Al-O-H, 536 cm^{-1} merupakan vibrasi perubahan ikatan Al-O, sedangkan pada 469 dan 430 cm^{-1} merupakan vibrasi perubahan ikatan Si-O.

Untuk mengetahui apakah padatan hasil sintesis telah terbentuk sodalit atau belum, maka digunakan sampel SOD standar yang digunakan sebagai sampel pembanding terhadap padatan hasil sintesis. Wahyuni (2015) telah mensintesis sodalit standar dari bahan komersil, yaitu ludox dan natrium aluminat sebagai sumber silika dan alumina. Berdasarkan hasil karakterisasi, spektra IR sodalit standar menunjukkan puncak pada bilangan gelombang 432, 462, 661, 729, dan 981 cm^{-1}**.** Bilangan gelombang 981 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur asimetri T-O-T (T = Si atau Al), 729 dan 661 cm^{-1} merupakan vibrasi ulur simetri T-O-T (T = Si atau Al), 462 dan 432 cm^{-1} merupakan vibrasi tekuk O-T-O (T = Si atau Al), dan pada bilangan gelombang sekitar 430 cm^{-1} cincin 4 tunggal dari sodalit (S4R) teramati. Ghazemi dkk. (2011) pernah melaporkan bahwa nano sodalit telah berhasil disintesis. Berdasarkan hasil spektra FTIR, terlihat bahwa bilangan gelombang 990 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetri T-O-T (T = Si atau Al), bilangan gelombang 734, 707, dan 663 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur simetri T-O-T (T = Si atau Al), dan

bilangan gelombang 438 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk O-T-O (T = Si atau Al). Sedangkan Naskar dkk. (2011) melaporkan bahwa pada spektra FTIR sekitar 430 cm^{-1} menunjukkan adanya cincin 4 tunggal dari sodalit (S4R).

Tabel 4.1Perbandingan spektra IR sampel sodalit standar dengan sampel sodalit hasil sintesis variasi rasio OH^-/Si

Keterangan	**Bilangan Gelombang (cm^{-1})**				
	Standar	**OH-0**	**OH-1**	**OH-2**	**OH-3**
Vibrasi tekuk T-O (T = Si atau Al) (420-500 cm^{-1})	432 462	462	430 466	420 462	426 461
Vibrasi perubahan bentuk Al-O dan AlO-H (500-650 cm^{-1})	-	530	538	536 607 621	540 624
Vibrasi simetris O-T-O T = Si atau Al) (650-750 cm^{-1})	661 729	700 750	663 698 729	659 700 723	657 700
Vibrasi asimetris T-O-T dan T-O (T = Si atau Al) (950-1250 cm^{-1})	981	1006 1114	1004 1030 1116	977	991
Vibrasi tekuk molekul H_2O (sekitar 1650 cm^{-1})	1654	1637	1635	1649	1654

Sampel SOD OH-0 merupakan sampel sodalit dengan variasi 6NaCl. Berdasarkan Tabel 4.1, spektra IR yang dihasilkan pada sampel ini ada yang sudah sesuai dengan *range* serapan bilangan gelombang spektra IR standar sodalit dan ada yang tidak. Namun jika diamati pada Gambar 4.1,

spektra IR dari sampel ini sangat berbeda dengan spektra IR sampel SOD standar dan menunjukkan keserupaan dengan spektra IR kaolin. Jadi dapat dikatakan bahwa pada sampel ini tidak terbentuk sodalit.

Sampel SOD OH-1 merupakan sampel sodalit dengan variasi 4NaCl:Na_2O. Berdasarkan Tabel 4.1, spektra IR yang dihasilkan pada sampel ini ada yang sudah sesuai dengan *range* serapan bilangan gelombang spektra IR sodalit standar dan ada yang tidak. Jika diamati pada Gambar 4.1, hasil spektra IR dari sampel ini tidak serupa dengan spektra IR SOD standar dan menunjukkan keserupaan terhadap spektra IR kaolin, yaitu adanya serapan pada bilangan gelombang 538, 912, 1004, 1030, dan 1116 cm^{-1}, namun teridentifikasi pada bilangan gelombang 663 dan 729 cm^{-1} yang menunjukkan serapan khas bilangan gelombang sodalit standar. Jadi dapat dikatakan bahwa pada sampel ini mulai perlahan terbentuk sodalit namun masih terdapat kaolin yang belum bereaksi.

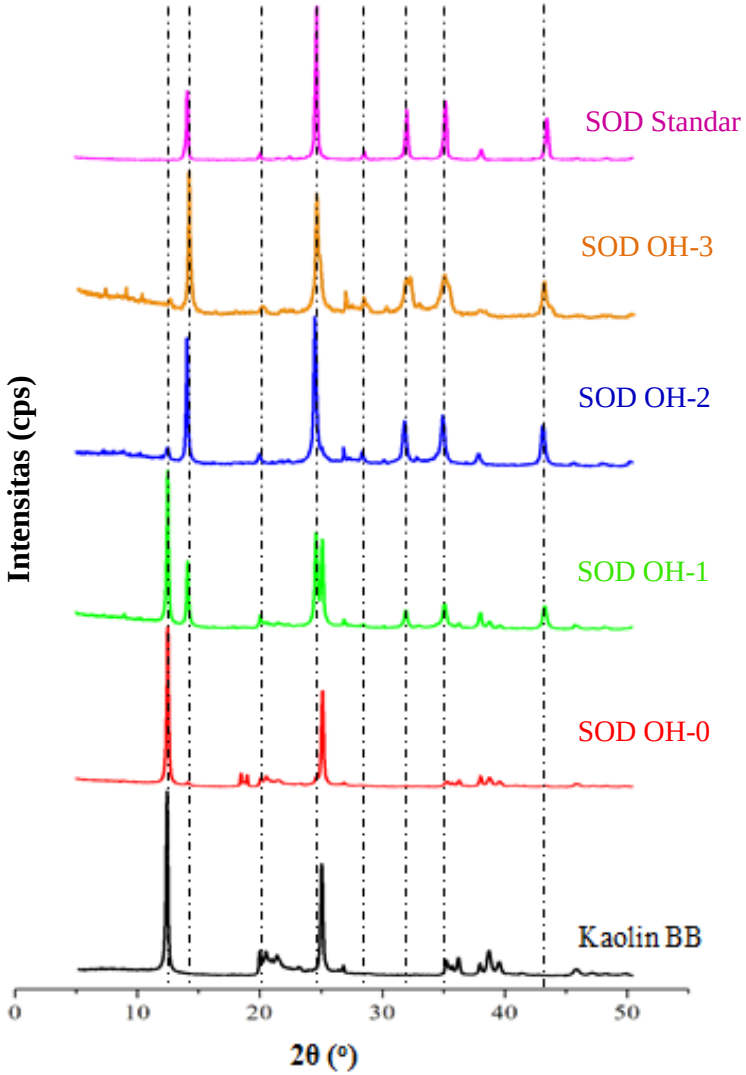
Sampel SOD OH-2 merupakan sampel sodalit dengan variasi 2NaCl:2Na_2O dan sampel SOD OH-3 merupakan sampel sodalit dengan variasi 3Na_2O. Berdasarkan Tabel 4.1, spektra IR yang dihasilkan pada kedua sampel tersebut sudah sesuai dengan *range* serapan bilangan gelombang spektra IR sodalit standar. Bila diamati pada Gambar 4.1, spektra IR kedua sampel ini juga serupa dengan spektra IR SOD standar, dimana muncul puncak-puncak khas sodalit pada bilangan gelombang sekitar 432, 462, 661, 729, dan 981 cm^{-1}. Pada spektra IR kedua sampel tersebut, diamati bahwa spektra IR yang menunjukkan puncak serapan khas kaolin pada bilangan gelombang sekitar 757, 789, 917,1031, dan 1108 cm^{-1} telah hilang, namun di sekitar bilangan gelombang 538 cm^{-1} masih menunjukkan puncak serapan kaolin. Jadi dapat dikatakan bahwa pada kedua sampel ini sudah terbentuk sodalit walaupun masih terdapat sedikit kaolin yang belum bereaksi.

4.2.2 Difraksi Sinar-X (XRD)

Kristal sodalit hasil sintesis yang dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) dapat digunakan untuk mengetahui fasa padatan yang terbentuk, menghitung kristalinitas, serta menghitung ukuran partikelnya, namun dalam penelitian ini hasil karakterisasi XRD hanya akan digunakan untuk melihat pengaruh OH^-/Si terhadap intensitas puncak yang dihasilkan pada masing-masing sampel. Pengaruh OH^-/Si terhadap pola difraksi sinar-X diamati pada rentang sudut 2θ = 5-100°.

Sampel kaolin Bangka Belitung dikarakterisasi menggunakan difraksi sinar-X (XRD) untuk mengetahui fasa apa saja yang terkandung di dalamnya. Pada kaolin Bangka Belitung teridentifikasi puncak difraksi pada 2θ (°) = 12,55; 19,87; 21,08; 24,85; 34,81; 35,83; 38,52; 39,20; dan 45,61. Hasil ini serupa dengan yang telah dilaporkan oleh Zao dkk. (2004), dimana puncak difraksi kaolin yang mengandung fase utama kaolinit teridentifikasi pada 2θ (°) = 12,34 dan 24,74. Sedangkan fase kuarsa (SiO_2) teridentifikasi pada 2θ (°) = 20,99 dan 24,77 (Amman, 2003).

Sodalit standar pernah dikarakterisasi oleh Wahyuni (2015) untuk memperoleh informasi puncak-puncak khas yang dimiliki sodalit, sehingga dapat dijadikan pembanding dengan produk sodalit pada penelitian ini. Pada difraktogram sodalit standar terlihat puncak-puncak tajam yang menunjukkan sampel dengan kristalinitas yang tinggi. Adapun puncak-puncak tersebut teridentifikasi pada 2θ (°) = 14,06; 19,94; 24,48; 31,77; 34,87; dan 43,08. Puncak-puncak tersebut sesuai dengan *Collection of Simulation XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2007), dimana pola puncak sodalit teridentifikasi pada 2θ (°) = 14,16; 24,65; 31,99; 35,13; dan 43,35.



Gambar 4.2 Pola difraktogram sinar-X Kaolin BB, sampel SOD OH-0, SOD OH-1, SOD OH-2, dan SOD OH-3, serta SOD standar

Sampel SOD OH-0 merupakan sampel sodalit dengan variasi 6NaCl. Pada sampel ini teridentifikasi puncak difraksi pada 2θ (°) = 12,55; 18,65; 20,28; 24,98; 34,63; 35,83; 38,08; 39,43; dan 45,71. Hasil ini memperlihatkan hasil yang serupa dengan puncak difraksi kaolin. Bila dibandingkan dengan spektra IR, pada sampel ini sangat menunjukkan keserupaan dengan spektra IR kaolin. Hal ini menunjukkan bahwa pada sampel ini kaolin tidak larut selama proses sintesis sehingga sodalit tidak terbentuk.

Sampel SOD OH-1 merupakan sampel sodalit dengan variasi 4NaCl:Na_2O. Pada sampel ini teridentifikasi puncak difraksi pada 2θ (°) = 12,55; 14,18; 19,87; 24,75; 26,77; 31,65; 34,89; 37,72; dan 43,02. Hasil ini memperlihatkan beberapa puncak difraksi yang serupa dengan kaolin dan juga sodalit standar. Bila dibandingkan dengan hasil spektra IR, pada sampel ini masih menunjukkan keserupaan dengan spektra IR kaolin namun sudah ada beberapa serapan panjang gelombang yang sama dengan spektra sodalit standar. Hal ini menunjukkan bahwa pada sampel ini sudah mulai terbentuk sodalit namun masih terdapat kaolin yang belum larut.

Sampel SOD OH-2 merupakan sampel sodalit dengan variasi 2NaCl:2Na_2O dan sampel sodalit OH-3 merupakan sampel sodalit dengan variasi 3Na_2O. Pada sampel sodalit OH-2 teridentifikasi puncak difraksi pada 2θ (°) = 14,18; 19,87; 24,33; 26,77; 28,38; 31,65; 34,99; 37,72; dan 43,01. Pada sampel sodalit OH-3 teridentifikasi puncak difraksi pada 2θ (°) = 14,19; 19,87; 24,33; 26,77; 28,22; 31,91; 34,84; 37,80; dan 42,97. Kedua sampel tersebut memperlihatkan hasil yang serupa dengan puncak difraksi sodalit standar, yaitu pada 2θ (°) = 14,16; 24,65; 31,99; 35,13; dan 43,35, namun masih terdapat satu puncak di sekitar 2θ = 12,55°, dimana puncak tersebut teridentifikasi sebagai puncak khas dari kaolin. Hal ini menunjukkan bahwa walaupun dalam sampel SOD OH-2 dan OH-3 sudah terbentuk sodalit, namun masih terdapat sedikit kaolin yang belum larut. Pada Gambar

4.2 menunjukkan pola difraktogram masing-masing produk sintesis dalam penelitian ini dan puncak-puncak spesifik yang dihasilkan oleh sampel sodalit variasi OH^-/Si dapat dilihat pada Tabel 4.2.

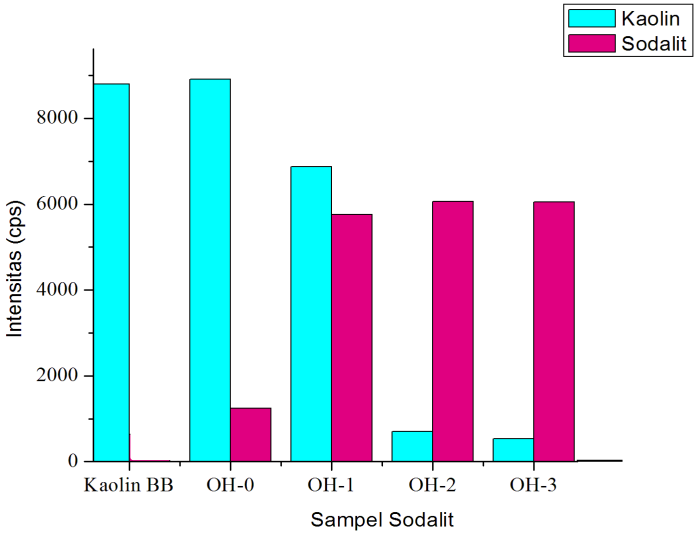
Tabel 4.2 Perbandingan hasil puncak spesifik pada difraktogram sinar-X sampel SOD standar dengan sampel sodalit produk sintesis variasi OH^-/Si

Nama Sampel	**2θ (°)**							
SOD Standar	**14,06**	**19,83**	**24,48**	**28,39**	**31,77**	**34,87**	**37,71**	**43,10**
OH-3	14,19	19,87	24,33	28,22	31,91	34,84	37,80	42,97
OH-2	14,18	19,87	24,33	28,38	31,65	34,99	37,72	43,01
OH-1	14,18	19,87	24,75	-	31,65	34,89	37,72	43,02
OH-0	-	-	24,98	-	-	34,63	-	-
Kaolin	-	19,87	24,85	-	-	34,81	-	-

Tabel 4.3 Perbandingan Hasil Nilai Intensitas pada Difraktogram Sampel Sodalit dengan Variasi Rasio Mol OH^-/Si 0, 1, 2, 3, dan SOD Standar

Variasi Rasio Mol OH^-/Si	**Intensitas (I)**	
	2θ = 14-15°	**2θ = 24-25°**
Kaolin BB	225	444
OH-0	521	592
OH-1	3168	1738
OH-2	2177	3885
OH-3	3260	2786

Berdasarkan *Collection of Simulation XRD Powder Patterns for Zeolites* (Treacy dan Higgins, 2007), puncak sodalit tertinggi teridentifikasi pada 2θ (°) = 14,16 dan 24,65. Oleh karena itu, pengukuran intensitas dilakukan pada sekitar 2θ = 14-15° dan 24-25° yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.



Gambar 4.3 Diagram Pertumbuhan Sodalit

Berdasarkan Gambar 4.3, dapat dilihat bahwa sodalit mulai terbentuk pada sampel sodalit variasi OH-1. Pada sampel ini, sodalit yang terbentuk masih sedikit karena masih banyak kaolin yang belum larut. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.2, dimana masih terdapat puncak khas kaolin pada $2\theta = 12{,}55°$. Berbeda dengan sampel sodalit OH-2 dan OH-3, dimana pada diagram tersebut menunjukkan bahwa sodalit sudah terbentuk pada kedua sampel ini. Pada diagram tersebut menunjukkan bahwa kaolin sudah banyak yang larut pada sampel sodalit OH-2 dan OH-3 sehingga terbentuk kristal sodalit. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.2, dimana puncak khas kaolin sudah banyak yang hilang dan terbentuk puncak-puncak khas sodalit pada kedua sampel ini. Jadi dapat disimpulkan bahwa semakin banyak NaOH yang digunakan, maka akan semakin terbentuk kristal sodalit.

Metode sintesis sodalit secara langsung melibatkan transformasi kaolinit pada larutan alkali melalui dua proses, yaitu tahap pelarutan kaolinit untuk melepaskan Si dan Al yang diikuti dengan tahap pengendapan yang menghasilkan sodalit (Yao dkk., 2008). Rasio molar komposisi NaOH dan Si/Al sangat berpengaruh terhadap produk sodalit yang dihasilkan. Menurut Barnes dkk. (1999), rasio komposisi larutan NaOH serta rasio Si/Al yang sedikit akan menghasilkan produk campuran yaitu sodalit, kankrinit, dan zeolit A. Xu dkk. (2007) menjelaskan bahwa alkalinitas adalah perbandingan OH^-/Si. Semakin besar rasio OH^-/Si yang digunakan, semakin cepat proses pelarutan sumber silikat dan aluminat. Jika silika dan alumina dapat larut sempurna dalam campuran, maka sodalit akan terbentuk.

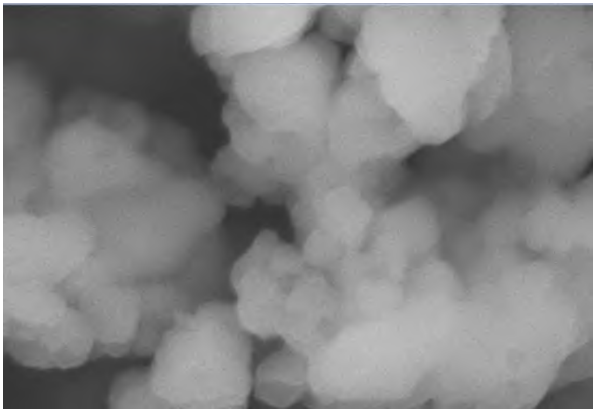
Dalam proses sintesis, ion hidroksida (OH^-) sangat berperan dalam proses kristalisasi zeolit. Adapun peran ion hidroksida dalam sintesis zeolit antara lain sebagai pengontrol tingkat polimerisasi silika dalam larutan, pemodifikasi waktu nukleasi dengan mempengaruhi proses transpor silika dari fasa padat menjadi larutan, berpengaruh terhadap kecepatan proses kristalisasi, dan dapat berperan sebagai pengontrol kemurnian fase (Szoztack, 1989).

4.2.3 SEM-EDX

Kristal sodalit hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan SEM untuk menentukan morfologi permukaan dan ukuran partikelnya. SEM dilengkapi dengan EDX yang dapat digunakan untuk menentukan komposisi unsur dan memetakan distribusi unsur. Sampel yang dikarakterisasi dengan menggunakan SEM mengacu pada hasil karakterisasi XRD yang memiliki fasa sodalit, yaitu pada sampel sodalit OH-1, OH-2, dan OH-3.

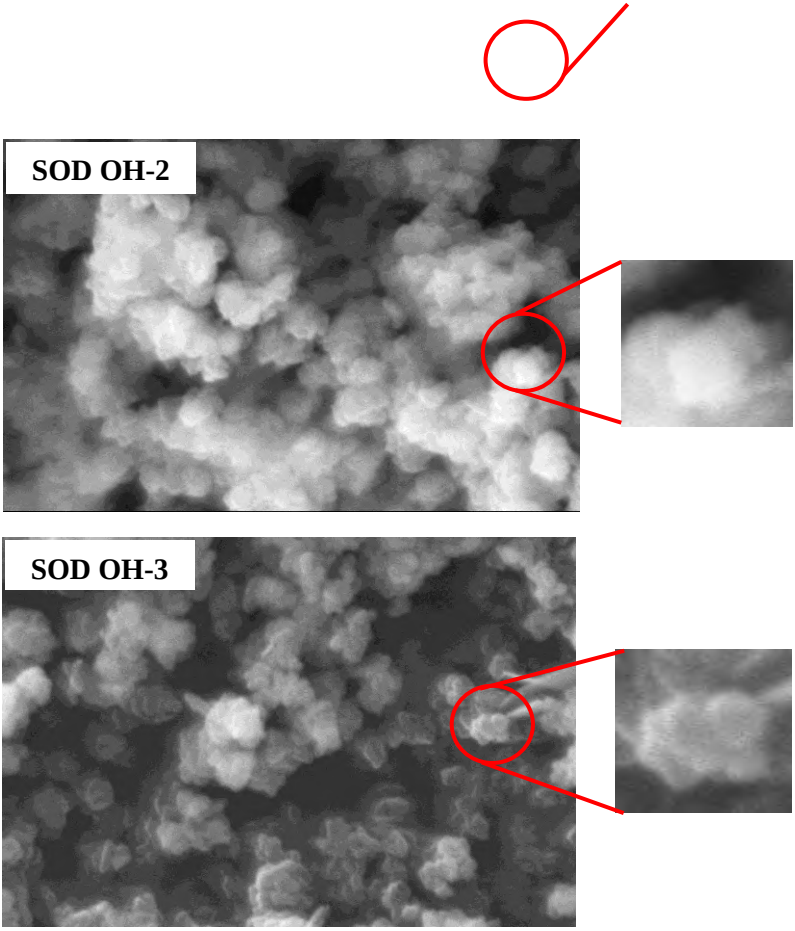
Wahyuni (2015) pernah melaporkan bahwa berdasarkan uji SEM, sampel kaolin Bangka Belitung memiliki morfologi permukaan berupa lembaran-lembaran yang saling melekat

(menyerupai lempengan). Hasil ini serupa dengan hasil SEM yang pernah dilaporkan oleh Lapides dan Heller-Kallai (2007), serta Gaugazeh dan Buhl (2014). Untuk sampel SOD standar, Zaman (2015) melaporkan bahwa berdasarkan uji SEM, morfologi permukaan sampel SOD standar menyerupai bulatan-bulatan kecil yang menggumpal dan saling melekat.



Gambar 4.4 Mikrograf SEM SOD Standar (Zaman, 2015)

Pada penelitian ini, uji SEM dilakukan pada 3 sampel, yaitu sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3, dimana sampel SOD OH-2 dan OH-3 adalah sampel yang berhasil terbentuk sodalit dan sampel SOD OH-1 adalah sampel yang mulai terbentuk sodalit. Hal ini dilakukan untuk membandingkan morfologi sampel yang sudah benar-benar terbentuk sodalit dan yang mulai terbentuk sodalit.



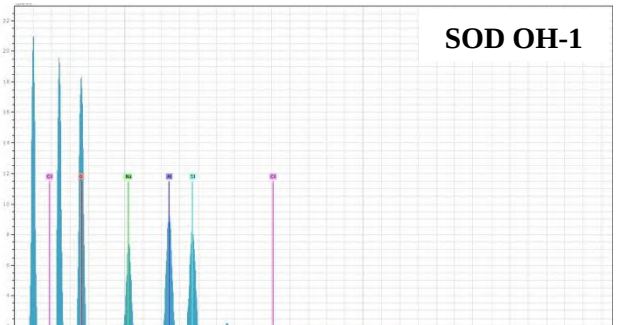
Gambar 4.5 Mikrograf SEM sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3

yaitu menyerupai bulatan-bulatan kecil yang saling melekat.

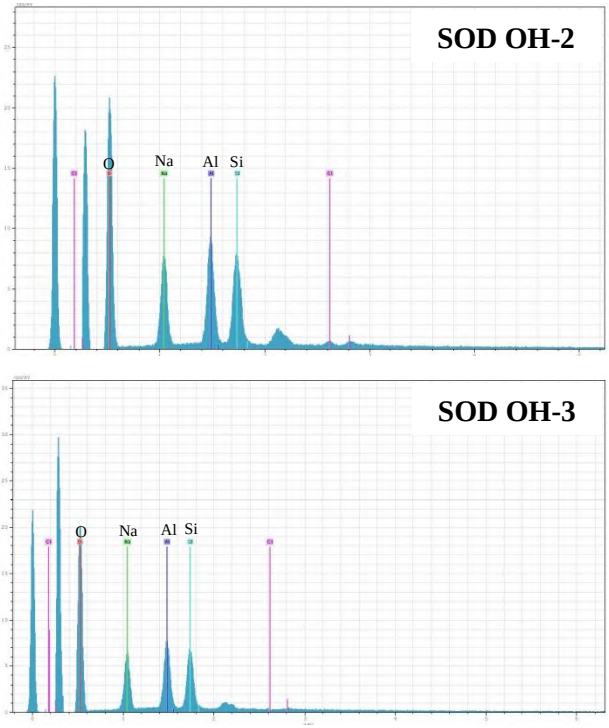
Morfologi dari sampel ini menunjukkan keserupaan dengan bentuk morfologi permukaan SOD standar. Hal ini dapat diartikan bahwa pada sampel ini sudah mulai terbentuk sodalit. Bila dicocokkan kembali dengan hasil analisa XRD dan FTIR, sodalit yang terbentuk pada sampel ini belum sempurna karena masih terdapat banyak kaolin yang belum larut. Ukuran partikel sampel ini tidak bisa ditentukan secara pasti karena sampel ini mengalami aglomerasi.

Berdasarkan analisa SEM, pada sampel SOD OH-2 dan SOD OH-3 didapati bahwa morfologi permukaan dari kedua sampel tersebut yaitu menyerupai bulatan-bulatan kecil yang saling melekat satu sama lain. Morfologi permukaan kedua sampel ini serupa dan seragam dengan morfologi permukaan sampel SOD standar. Hasil ini serupa dengan yang pernah dilaporkan oleh Wahyuni (2015), dimana kristal sodalit yang terbentuk pada waktu kristalinitas 24 jam memiliki morfologi menyerupai bulatan-bulatan kubus kecil yang saling melekat. Bila dicocokkan kembali dengan hasil analisa XRD dan FTIR, kedua sampel ini juga menunjukkan keserupaan dengan analisa XRD dan FTIR sampel SOD standar. Maka dapat dikatakan bahwa pada kedua sampel ini telah terbentuk sodalit. Sama halnya dengan sampel SOD OH-1, ukuran partikel pada kedua sampel juga tidak bisa ditentukan secara pasti karena sampel ini juga mengalami aglomerasi.

Selain analisa SEM, pada penelitian ini dilakukan pula analisa EDX yang digunakan untuk menentukan komposisi unsur yang terkandung dalam sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3. Hasil spektra EDX pada sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3 ditunjukkan pada Gambar 4.6.



O Na Al Si



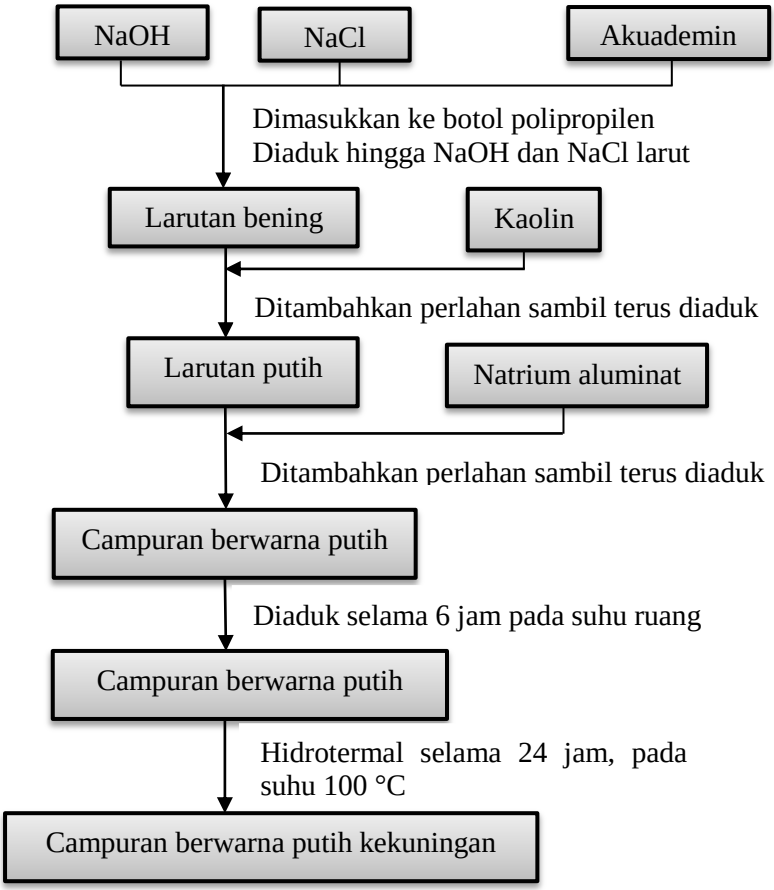
Gambar 4.6 Spektra EDX sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3

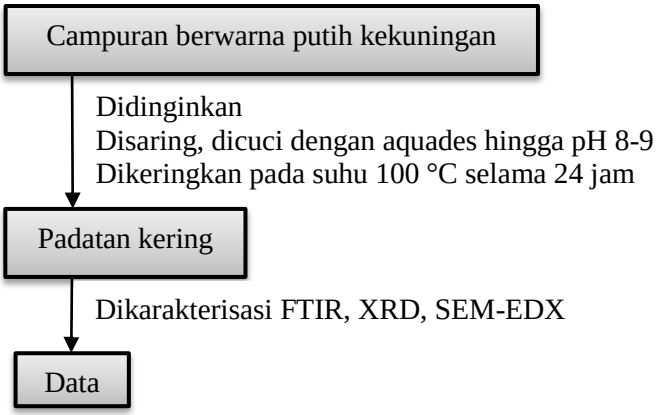
Berdasarkan Gambar 4.6, spektra EDX menunjukkan bahwa sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3 terdiri dari beberapa unsur penyusun, yaitu Si, Al, dan Na, dimana unsur-unsur tersebut diperoleh dari sumber prekursor yang digunakan dalam proses sintesis. Hal ini sesuai dengan hasil analisa EDX yang pernah dilaporkan oleh Wahyuni (2015) bahwa pada sampel SOD standar terdiri dari unsur-unsur penyusun, yaitu Si, Al, dan Na.

LAMPIRAN

LAMPIRAN A : DIAGRAM ALIR PENELITIAN

1. Sintesis Sodalit




Campuran berwarna putih kekuningan
Didinginkan
Disaring, dicuci dengan aquades hingga pH 8-9
Dikeringkan pada suhu 100 °C selama 24 jam
Padatan kering
Dikarakterisasi FTIR, XRD, SEM-EDX
Data

LAMPIRAN B : PERHITUNGAN

1. Perhitungan Komposisi Molar Sintesis Sodalit

- Bahan yang digunakan dalam sintesis sodalit ini antara lain:
  - Kaolin Bangka Belitung
  - NaOH pelet, Mr = 40 gram/mol
  - NaCl (garam dapur), Mr = 58,5 gram/mol
  - Natrium aluminat ($NaAl_2O_3$)
  - Air terdemineralisasi (H_2O), Mr = 18 gram/mol
- Komposisi pada masing-masing bahan tersebut:
  - Kaolin Bangka Belitung
    Terdiri dari :
    Al_2O_3 = 22 %
    SiO_2 = 45,86 %
- Perbandingan komposisi molar sodalit

$$\mathbf{3Na_2O : 2SiO_2 : Al_2O_3 : 128H_2O}$$

($3Na_2O$ divariasi menjadi $3Na_2O$, $2Na_2O$:2NaCl, Na_2O:4NaCl, dan 6NaCl)

Perhitungan massa yang dibutuhkan :

a) Kaolin Bangka Belitung memiliki rasio silikat dan aluminat yaitu 3,54 : 1 atau dalam komposisi persentasenya adalah sebagai berikut:
   - SiO_2 (45,86 %)
   - Al_2O_3 (22 %)

   Jika yang digunakan adalah 3 gram kaolin maka :

$$\text{Mol } SiO_2 = 45{,}86\ \% \times \frac{3 \text{ gram}}{60{,}08 \text{ gram/mol}} = 0{,}02289 \text{ mol}$$

$$\text{Mol } Al_2O_3 = 22\ \% \times \frac{3 \text{ gram}}{101{,}96 \text{ gram/mol}} = 0{,}006473 \text{ mol}$$

b) Natrium aluminat memilki kandungan :
- Na_2O (44 %)
- Al_2O_3 (56 %)

Berdasarkan data-data di atas dapat ditentukan massa yang dibutuhkan dalam setiap variasi yaitu sebagai berikut :

1. Rasio OH^-/Si 3

➢ **Natrium aluminat**

Rasio mol SiO_2 : Al_2O_3 perhitungan = 0,02289 : 0,006473

Rasio SiO_2 : Al_2O_3 yang ditentukan = 2 : 1

$$\text{Mol } Al_2O_3 \text{ sebenarnya} = \frac{0{,}02289 \text{ mol} \times 1}{2} = 0{,}01145 \text{ mol}$$

Mol Al_2O_3 yang ditambahkan dari sodium aluminat :

= 0,01145 mol – 0,006473 mol

=0,004977 mol

Massa Al_2O_3 = 0,004977 mol × 101,96 gram.mol^{-1}

= 0,5074 gram

Massa natrium aluminat (w) yang harus ditambahkan :

56 % w = 0,5074 gram

w = 0,5074 gram x 100/56

w = 0,9062 gram

➢ **Natrium hidroksida (NaOH)**

Massa Na_2O dari natrium aluminat :

= 44% × 0,9062 gram

= 0,3987 gram

Mol Na_2O dari natrium aluminat :

= 0,3987 gram : 62 gram.mol^{-1}

= 0,0064 mol

Rasio komposisi = 2 : 0,02289 mol
= 87,3744 mol

Mol Na_2O = 3 : 87,3744 mol
= 0,03434 mol
Mol Na_2O yang dibutuhkan :
= 0,03434 mol – 0,0064 mol
= 0,02794 mol
Massa NaOH yang harus ditimbang :
= 0,02794 mol × 40 gram.mol^{-1} x 2
= 2,2352 gram

- **Air terdemineralisasi (H_2O)**

Mol $H_2O_{(l)}$ = 128 : 87,3744 mol^{-1}
= 1,46495 mol
Massa $H_2O_{(l)}$ yang harus ditimbang :
= 1,46495 mol × 18 gram.mol^{-1}
= 26,3693 gram

2. Berdasarkan hasil perhitungan rasio molar OH^-/Si di atas, dengan cara yang sama maka didapatkan hasil perhitungan rasio molar OH^-/Si 0, 1, dan 2 seperti yang dipetakan pada tabel berikut ini.

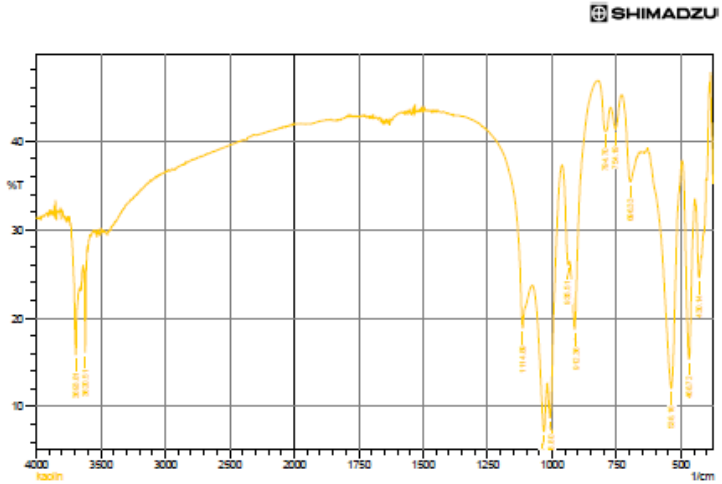
Tabel B2. Hasil perhitungan berat prekursor yang harus ditimbang untuk sintesis sodalit rasio molar OH^-/Si

Rasio OH^-/Si	**Berat yang harus ditimbang (gram)**				
	Kaolin	**NaOH**	**NaCl**	**$H_2O_{(l)}$**	**Na-Al_2O_3**
0	3	-	3,6428	26,3693	0,9574
1	3	0,4044	2,3037	26,3693	0,9574
2	3	1,3192	0,9647	26,3693	0,9574
3	3	2,2352	-	26,3693	0,9574

LAMPIRAN C : DATA KARAKTERISASI

1. Data FT-IR

a) Kaolin Bangka Belitung

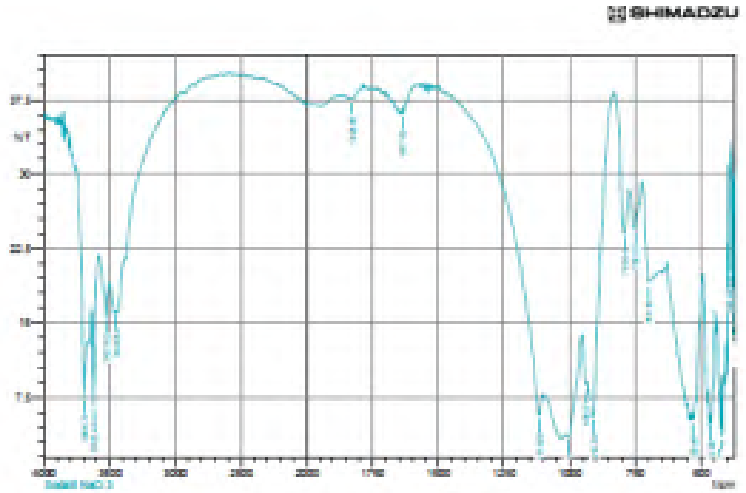


	Peak	Intencity	Corr. Intencity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	430.14	24.555	7.161	446.57	412.78	18.229	1.751
2	468.72	15.377	19.977	496.72	447.5	29.004	7.294
3	538.16	12.005	26.127	628.81	497.65	76.382	21.893
4	696.33	35.403	5.638	729.12	673.18	22.941	1.575
5	754.19	41.36	3.033	773.48	729.12	16.21	0.6
6	794.7	41.15	0.412	821.7	792.77	10.221	-0.121
7	912.36	18.686	11.442	931.65	825.56	48.489	3.285
8	935.51	26.109	1.002	960.58	933.58	13.915	0.316
9	1008.8	8.741	8.117	1018.45	962.51	38.472	3.257
10	1031.95	7.159	7.715	1076.32	1020.38	47.3	4.818
11	1114.89	18.844	8.457	1257.63	1078.24	87.939	3.138
12	3620.51	16.097	10.457	3628.22	3607.01	13.979	1.871
13	3693.81	15.851	9.579	3734.31	3674.52	38.31	3.849

Comment;
kaolin

Date/Time; 4/11/2016 3:03:23 PM
No. of Scans; 20
Resolution: 4 [1/cm]
Apodization; Happ-Genzel

b) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 0

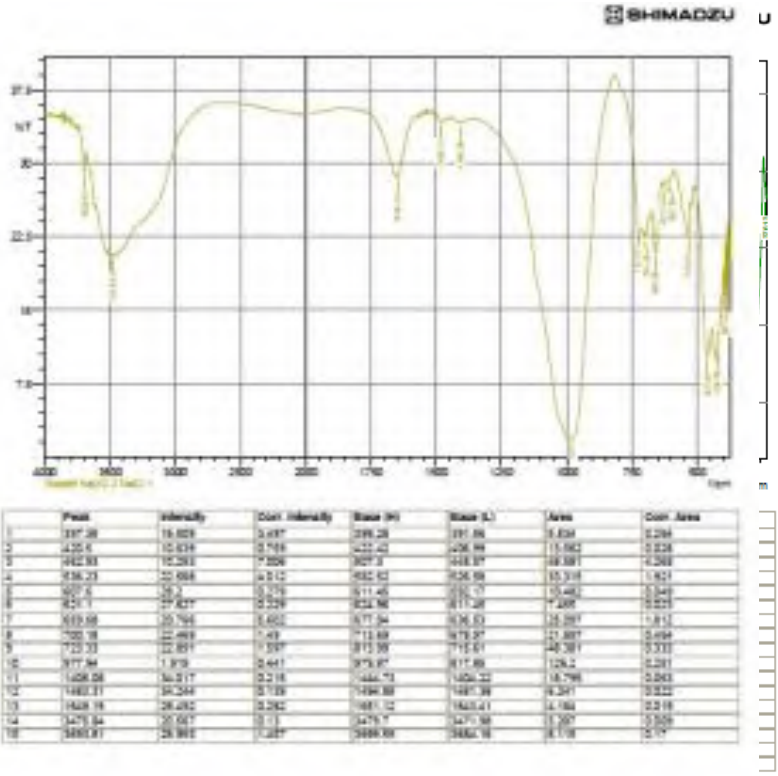


	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	779.36	14.799	16.499	793.65	774.2	5.275	1.404
2	765.49	20.117	7.118	776.42	766.79	5.483	0.291
3	418.07	3.461	4.291	420.3	414.71	1.478	1.28
4	442.93	4.899	2.127	444.86	437.1	16.399	1.248
5	530.44	5.355	1.355	534.3	522.73	14.107	0.687
6	700.18	19.924	1.147	723.33	698.33	17.162	0.264
7	753.13	24.481	4.135	771.05	737.19	26.434	1.609
8	792.94	24.922	7.963	817.49	773.48	28.971	2.138
9	913.36	7.889	8.539	935.72	917.72	10.016	0.645
10	955.01	8.798	1.155	964.1	937.15	10.214	0.774
11	1006.88	3.427	1.803	1014.69	998.72	49.139	3.538
12	1114.89	3.86	3.818	1423.91	1108.33	196.971	2.313
13	1637.42	38.317	5.184	1639.85	1631.83	1.362	0.009
14	1726.65	17.602	3.164	1732.51	1718.07	17.299	0.103
15	3448.84	16.118	3.771	3482.77	3444.98	3.878	0.514
16	3637.42	10.614	2.727	3694.24	3608.7	24.183	1.13
17	3622.44	9.6	11.256	3637.97	3605.08	29.808	5.333
18	3694.73	7.686	7.614	3747.46	3682.33	48.668	1.823

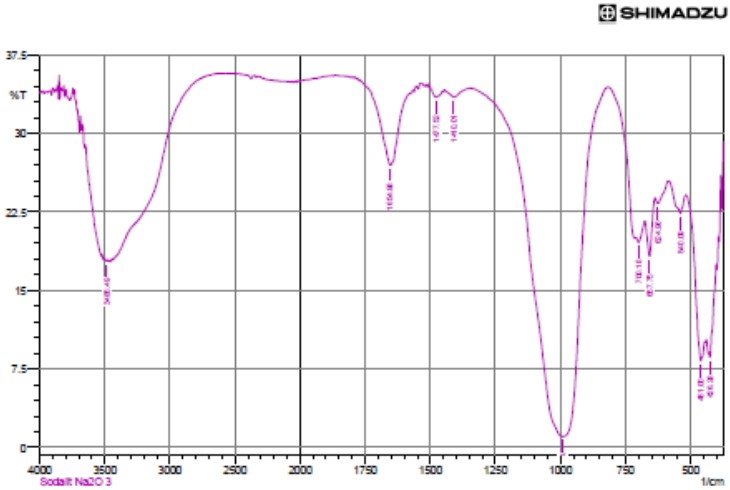
Comment:
Sodalit NaCl 3

Date/Time: 5/11/2016 1:36:06 PM
No. of Scans:
Resolution:
Apodization:

c) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 1



e) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 3



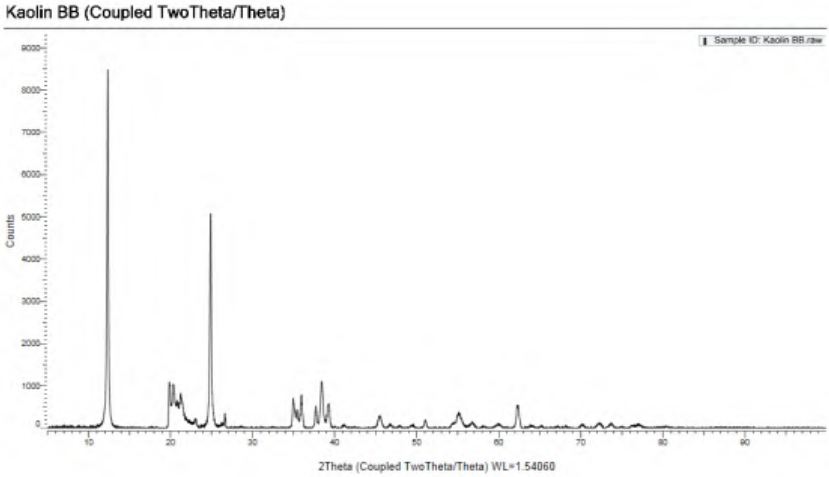
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	426.28	8.564	1.681	430.14	403.14	24.952	0.87
2	461	8.277	4.468	516.94	447.5	58.071	3.105
3	540.09	22.391	2.166	580.59	518.87	38.812	1.363
4	624.96	23.344	0.77	634.6	588.31	28.594	0.411
5	657.75	18.248	4.361	675.11	636.53	26.438	1.632
6	700.18	19.608	0.908	709.83	677.04	22.695	0.382
7	991.44	1.056	33.356	1346.36	817.85	441.298	196.342
8	1410.01	33.454	0.786	1444.73	1346.36	46.192	0.434
9	1477.52	33.473	0.255	1496.81	1471.74	11.832	0.056
10	1654.98	27.001	7.53	1768.78	1568.18	100.424	7.937
11	3485.49	17.828	0.131	3498.99	3477.77	15.857	0.047

Comment;
Sodalit Na2O 3

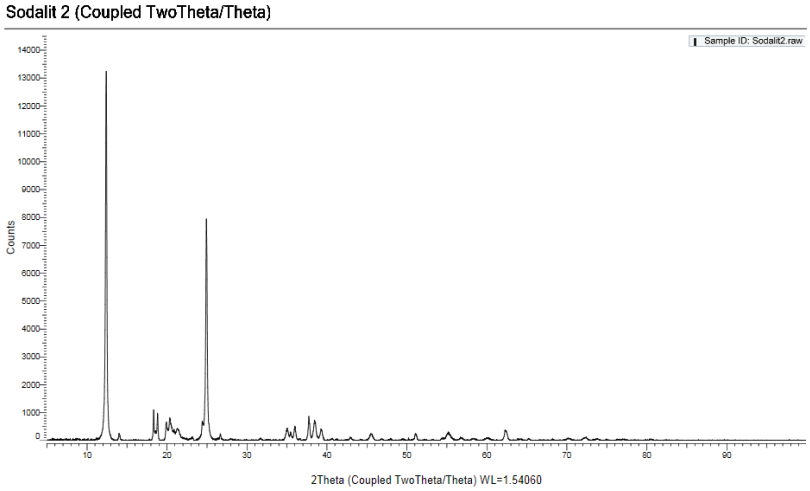
Date/Time; 5/11/2016 1:45:24 PM
No. of Scans;
Resolution:
Apodization;

2. Data XRD

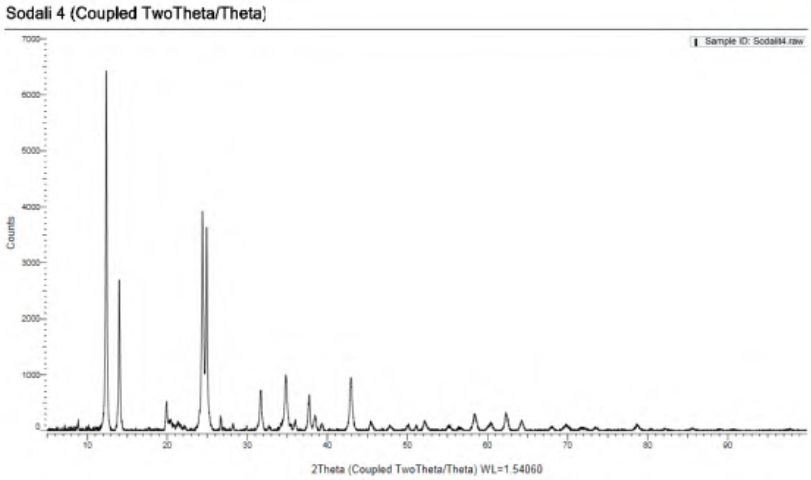
a) Kaolin Bangka Belitung



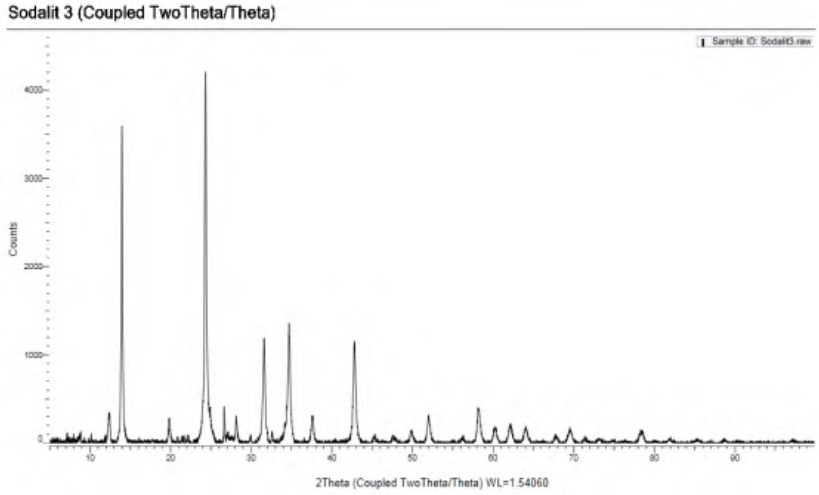
b) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 0



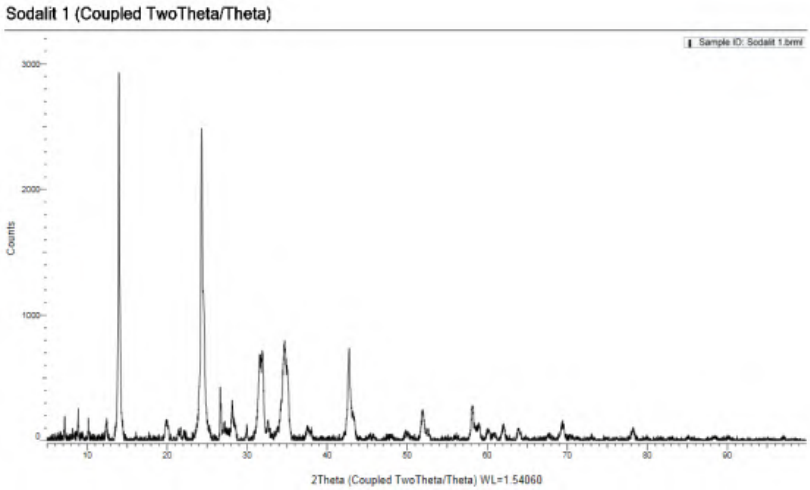
c) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 1



d) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 2



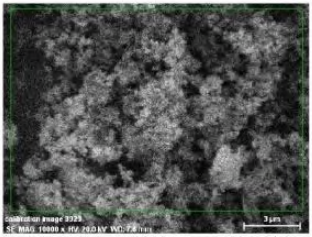
e) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 3



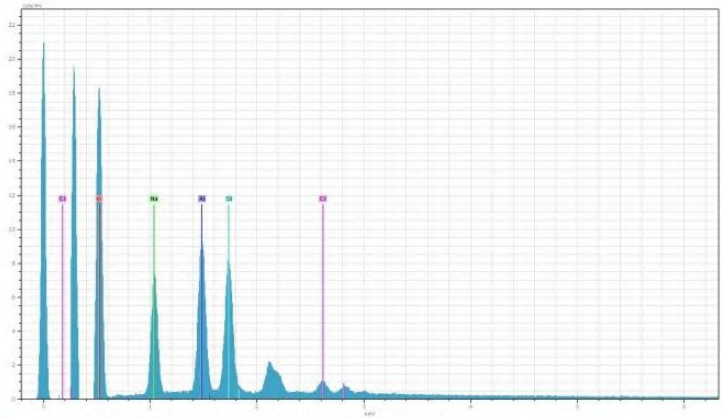
3. Data SEM-EDX

a) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 1

SOD 1Na2O-2NaCl



calibration image 3923Date:5/30/2016 2:53:01 PMImage size:512 x 384Mag:10000xHV:20.0kV



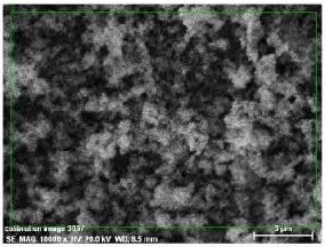
3 Date:5/30/2016 2:53:33 PM HV:20.0kV Puls th.:6.88kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	60.33	73.06	81.39	6.9
Na	11	K-series	8.49	10.28	7.97	0.6
Al	13	K-series	7.25	8.78	5.80	0.4
Si	14	K-series	5.46	6.61	4.20	0.3
Cl	17	K-series	1.04	1.26	0.64	0.1
		Total:	82.57	100.00	100.00	

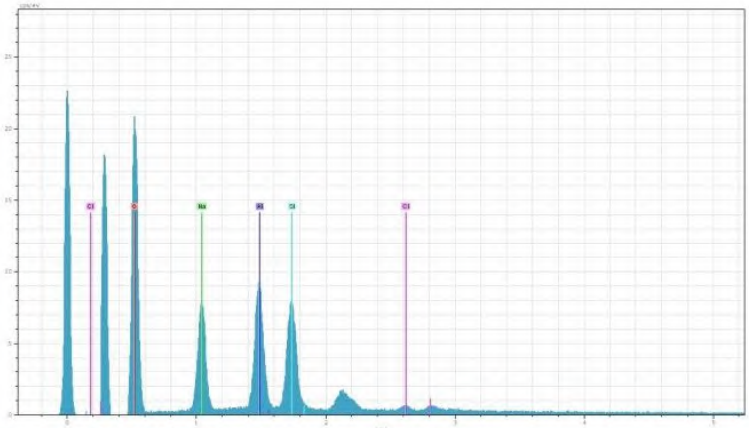
5/30/2016 7. Page

b) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 2

SOD 2NaOH-1NaCl



calibration image 3897Date:5/25/2016
2:32:33 PMImage size:512 x
384Mag:10000xHV:20.0kV



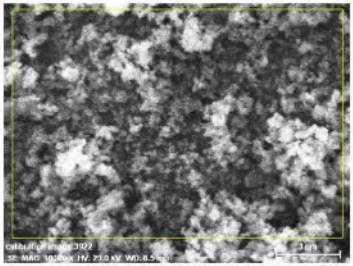
3 Date:5/25/2016 2:33:16 PM HV:20.0kV Puls th.:6.81kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	63.80	71.83	80.27	7.6
Na	11	K-series	10.44	11.75	9.14	0.7
Al	13	K-series	7.93	8.93	5.92	0.4
Si	14	K-series	5.99	6.75	4.30	0.3
Cl	17	K-series	0.66	0.74	0.37	0.1
		Total:	88.82	100.00	100.00	

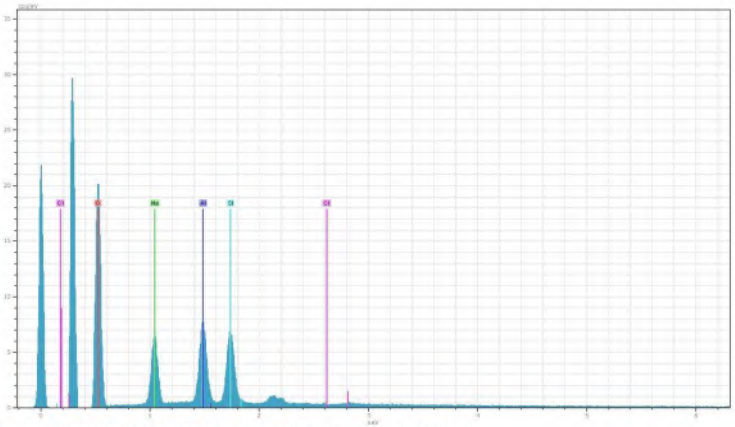
5/30/2016 1. Page

c) Sampel Sodalit Variasi OH^-/Si 3

SOD 3Na2O-2SiO2



calibration image 3922Date:5/30/2016 2:11:48 PMImage size:512 x 384Mag:10000xHV:20.0kV



3 Date:5/30/2016 2:12:26 PM HV:20.0kV Puls th.:6.80kcps

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error [%]
O	8	K-series	78.31	78.31	85.14	1.9
Na	11	K-series	9.35	9.35	7.07	0.6
Al	13	K-series	7.01	7.01	4.52	0.4
Si	14	K-series	5.11	5.11	3.17	0.2
Cl	17	K-series	0.22	0.22	0.11	0.0
		Total:	100.00	100.00	100.00	

5/30/2016 4. Page

”Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V
KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Sintesis sodalit dari kaolin menggunakan metode secara langsung dipengaruhi oleh rasio OH^-/Si. Hasil karakterisasi XRD dan FTIR menunjukkan bahwa tahap awal pembentukan fase sodalit terjadi pada sampel sodalit dengan rasio OH^-/Si 1. Semakin tinggi rasio OH^-/Si, semakin banyak sodalit yang terbentuk. Berdasarkan hasil analisa SEM, sampel sodalit dengan rasio OH-2 dan OH-3 memiliki morfologi yang seragam terhadap sampel SOD standar dengan bentuk menyerupai bulatan-bulatan kecil yang menggumpal dan saling melekat satu sama lain. Hasil analisa EDX menunjukkan bahwa pada sampel SOD OH-1, OH-2, dan OH-3 terkandung komposisi unsur Si, Al, dan Na.

5.2 Saran

Perlu dilakukan studi lebih lanjut tentang faktor-faktor lain selain waktu kristalinitas, rasio Si/Al, dan OH^-/Si, seperti kation organik yang mungkin dapat mengoptimalkan proses pembentukan sodalit.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

Alkan, M., Hopa., C., Yilmaz., Z., Guler., H. 2005. "The Effect of Alkali Concentration and Solid/Liquid Ratio on the Hydrothermal Synthesis of Zeolite NaA from Natural Kaolinite". *Microporous and Mesoporous Materials*, 86, 176-184.

Amman, L. 2003. "Cation Exchange and Adsorption on Clays and Clays Minerals". Disertation, Kiels University.

Atta, A. Y., Jibril, B. Y., Aderemi, B. O., Adefila, S. S. 2012. "Preparation of Analcime from Kaolin and Rice Hush Ash". *Applied Clay Science*, 61, 8-13.

Barnes, M.C., Addai-Mensah, J., Gerson, A.R., (1999). "The Mechanism of The Sodalite to Cancrinite Phase Transformation in Synthetic Spent Bayer Liquor". *Microporous Mesoporous Materials*, 31, 287-302.

Behera, J. K. 2009. "Synthesis and Characterization of ZnO Nano-Particles". Thesis, Department of Physics, National Institute of Technology.

Buhl, J.C., Schuster, K., Robbeb, L., (2011). "Nanocrystalline Sodalite Grown from Superalkaline NaCl Bearing Gels at Low Temperature (333 K) and The Influence of TEA on Crystallization Process". *Microporous and Mesoporous Materials*, 142, 666-671.

Byrappa, K. dan Yoshimura, M. 2001. "Handbook of Hydrothermal Technology". USA: Niyes Publications.

Čejka, J. 2007. “Introduction to Zeolite Science and Practice (3rd Revised Edition)”. *Studies in Surface Science and Catalyst*, 168, 13-16.

Cheng, H., Liu, Q., Yang, J., Ma, S., Frost, R. L. 2012. “The Thermal Behavior of Kaolinite Intercalation Complexes-A Review”. *Thermochim Acta*, 545, 1-13.

Corma, A., Diaz-Cabanas, M. J., Jiang J., Afeworki, M., Dorset, D. L., Soled, S. L., and Strohmaier, K. G. 2013. “Extra-large Pore Zeolite (ITQ-40) with The Lowest Framework Density Containing Double Four-rings and Double Three-Rings”. Proc. Natl. Academy Science U.S.A., 107, 13997-14002.

Derkowski, A., Franus, W., Beran, E., Czimerove, A. 2006. “Properties and Potential Applications of Zeolitic Materials Produced from Fly Ash using Simple Method of Synthesis”. *Powder Technology*, 166, 47-54.

Fan, W., Morozumi, K., Kimura, R., Yokoi, T., Okubo, T. 2008. “Synthesis of Nanometer-Sized Sodalite without Adding Organic Additives”. Langmuir, 24, 6952-6958.

Flanigen, E.M., Robert, W.B., Stephen, T.W. 2010. “Zeolite in Industrial Separation and Catalyst”. In: Kulprathipanja, S. (Ed.)., Introduction. Wiley-VCH Verlag Gmbh & Co.KGaA.

Grim, R.E. 1968. “Clay Mineralogy, 2nd ed”. Mc Graw-Hill, 596. New York.

Hamdan, H. 1992. “Introduction to Zeolites: Synthesis, Characterization, and Modifications”. University Technologi of Malaysia, Kuala Lumpur.

Hiyoshi, N. 2012. “Nanocrystalline Sodalite: Preparation and Application to Epoxidation of 2-Cyclohexen-1-One with Hydrogen Peroxide”. *Applied Catalysis A: General*, 419-420, 164-169.

Holmes, S. M., Khoo, S. H., Kovo, A. S. 2011. “The Direct Conversion of Impure Natural Kaolin Into Pure Zeolite Catalyst”. *Green Chemistry*, 13, 1152-1154.

Huang, Y., Yao, J., Zhang, X., Kong, C., Chen, H., Liu, D., Tsapatsis, M., Hill, M.R., Hill., A.J., wang, H. 2011. “Role of Ethanol in Sodalite Crystallization in an Ethanol-Na_2O-Al_2O_3-SiO_2-H_2O System”. *Crystal Engineering Community*, 13, 4714-4722.

Jiang, J., Gu, X., Feng, L., Duanmu, C., Jin, Y., Hu, T., Wu, J. 2012. “Controllable Synthesis of Sodalite Submicron Crystals and Microspheres from Polygorskite Clay Using a Two-Step Approach”. *Powder Technology*, 217, 298-303.

Julbe, A., Fairusseng, D., Jalibert, J.C., Mirodatos, C., Guizard, C. 2000. “Characteristics and Performance In The Oxidative Dehydrogenation of Propane of MFI and V-MFI Zeolite Membrane”. *Catalyst Today*, 56, 199-209.

Kovo, A.S. 2012. “Effect of Temperature on the Synthesis of Zeolite X from Ahoko Nigerian Kaolin using Novel Metakaolin Technique”. *Chemistry Engineering Community*, 199, 786-797.

Lapides, I., dan Heller-Kallai, L., (2007). "Reactions of Metakaolin with NaOH and Colloidal Silica-Comparison of Different Samples (Part 2)", *Applied Clay Science*, 35, 94-98.

Lin, De-C., Xu, Xiao-W., Zuo, F., Long, Ying-C. 2004. "Crystallization of JBW, CAN, SOD, and ABW Type Zeolite from Transformation of Meta-Kaolin". *Microporous and Mesoporous Materials*, 70, 63-70.

Liu, Q., Dan Navrotsky, A. 2007. "Synthesis of Nitrate Sodalite: An In Situ Scanning Calorimetric Study". *Geo Chim. Cosmochim, Acta*, 71, 2072-2078.

Mezni, M., Hamzaoui, A., Hamdi, N., Srasa, E. 2011. "Synthesis of Zeolite from the Low-Grade Tunisian Natural Illite by Two Different Methods". *Applied Clay Science*, 52, 209-218.

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

Musyoka, N. M., Missengue, R., Kusisakana, M., Petrik, L. F. 2014. "Conversion of South African Clays into High Quality Zeolites". *Applied Clay Science*, 97-98, 182-186.

Naskar, K., M., Kundu., D., Chatterjee, M. 2011. "Coral-Like Hydroxyl Sodalite Particles from Rice Hush Ash as Silica Source". *Materials Letters*, 65, 3408-3410.

Octano, F., Álvarez, R., de Navarro, C.U., Lieb, A., Linares, C. 2008. "Influence of the Alkalinity and NO^{3-}/Cl^{-}

Anionic Composition on the Synthesis of the Cancrinite–Sodalite System". *Microporous and Mesoporous Materials*, 116, 318–322.

Ojha, K., Pradhan, N.C., Amarnath, S. 2004. "Zeolite from Fly Ash: Synthesis and Characterization". *Journal of Bull Mater*, 27, 555-564.

Prasad, M.S., Reid, K.J., Murray, H.H. 1991. "Kaolin: Processing, Properties and Applications". *Applied Clay Science*, 6, 87- 119.

Prasetyoko, D., Fansuri, H., Yatim, L. N., dan Fadlan, A. 2016. "Karakterisasi Padatan". Yogyakarta: Deepublish.

Prasetyoko, D., Ramli, Z., Endud, S., Hamdan, H., Sulikowski, B. 2006. "Synthesis of Zeolite Beta Directly from Rice Hush: Effect of Reaction Composition on Crystallinity of Zeolie Beta". Indo. J. Chem, 6, 11-15.

Purnomo, C. W., Salim, C., Hinode, H. 2012. "Synthesis of Pure Na-X and Na-A from Bagasse Fly Ash". *Microporous and Mesoporous Materials*, 162, 6-13.

Rabenau, A. 1985. "The Role of Hydrothermal Synthesis in Preparative Chemistry". Angew, Chem. Int. Ed. Engl, 24, 1026-1040.

Rayalu, S. S., Udhoji, J. S., Meshram, S. U., Naidu, R. R., Devotta, S. 2005, "Estimation of Crystallinity in Fly Ash-Based Zeolite-A using XRD and IR Spectroscopy". *Current Science*. 89, 12.

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*, 42, 446-454.

Silverstein, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. J. 2005. *“*Spectrometric Identification of Organic Compounds 7th edition*”*. New Jersey: John Wiley & Son, Inc.

Skoog, D. A., West, D. M., Holler, F. J., & Crouch, S. R. 2004. *"*Fundamentals of Analyticals Chemistry 8th edition*”*. California: Brooks/Cole-Thomson Learning, Inc.

Sibilia P. 1996. “Guide to Material Characterization and Chemical Analysis, Second Edition”. John Willey-*VCH*, New York.

Smallman, R.E dan Bishop, R.J. 2000. “Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering Sixth Edition”. Oxford: Reed Educational and Professional Publishing Ltd.

Smart, L., Moore, E. 1993. “Solid State Chemistry*”*. First edition, Chapman and Hall University and Proffesional Division, London.

Sun, G., Liu, Y., Yang, J., Wang, J. 2011. “Seeded Synthesis of Small Polycrystalline Na-Y Zeolite Membrane using Zeolite Structure-Directing Agent and Its Pervaporation Performance”. *Journal Porous Materials*, 18, 466-473.

Szostak, R. 1989. “Molecular Sieves = Principles of Synthesis and Identification”. New York.

Theivasanthi, T., dan Alagar, M. 2008. “X-Ray Diffraction Studies of Copper Nanopowder”. Research of Department of Physics, PACR Polytechnic College, Rajapalayam, India.

Voutou, B., Stefanaki, E.C. 2008. “Electron Microscopy : The Basics”. Aristotle University of Thessaloniki, Greece.

Wahyuni, T. 2015. “Sintesis Sodalit Menggunakan Kaolin Secara Langsung”. Tesis, Kimia, FMIPA ITS

Wang, N., Liu, Y., Huang, A., Caro. 2014. “Supported SOD Membrane with Steam Selectivity by a Two-Step Repeated Hydrothermal Synthesis”. *Microporous and Mesoporous Materials*, 192, 8-13.

Weller, M.T. 1996. “Inorganic Material Chemistry”. Oxford University Press, US New York.

Xu, Ruren., Pang W., Yu J., Qisheng Huo., Chen J. 2007. ”*Chemistry of Zeolites and Related Porous Materials: Synthesis and Structure*”. John Wiley and Sons, Asia Singapore.

Yao, J.F., Zhang, J.L., H.T. Wang. 2008. “Synthesis of Nanocrystalline Sodalite with Organic Additives”. *Materials Letters*, 62, 4028–4030.

Zaman, M. B. 2015. “Sintesis Sodalit dari Kaolin Bangka Belitung = Pengaruh Variasi Rasio SiO_2/Al_2O_3”. Tugas Akhir. Kimia, FMIPA ITS.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS

Penulis bernama lengkap Lutfi Rachmawati, dilahirkan di Surabaya pada tanggal 20 Mei 1994. Penulis merupakan anak ke-2 dari tiga bersaudara. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN Suko II, Sukodono, Sidoarjo (2001-2006), SMPN 1 Sidoarjo (2006-2009), dan SMAN 1 Sidoarjo (2009-2012). Penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA ITS Surabaya melalui jalur SNMPTN Tulis pada tahun 2012 dengan NRP 1412100043. Selama kuliah, penulis aktif dalam organisasi kemahasiswaan, yaitu sebagai Staff Departemen Hubungan Luar HIMKA-ITS (2013-2014) dan mengikuti beberapa pelatihan, serta menjadi panitia di berbagai kegiatan baik dalam lingkup HIMKA maupun BEM ITS. Selain itu, penulis juga pernah melaksanakan kerja praktek pada bagian teknik dan laboratorium di PT PETROKIMIA Gresik, Jawa Timur. Penulis mengambil bidang minat Kimia Material dan Energi dalam menyelesaikan Tugas Akhir jenjang S1 di bawah bimbingan Prof. Didik Prasetyoko, M. Sc. Semoga hasil penelitian ini dapat menginspirasi dan memberikan manfaat bagi para pembaca untuk kemajuan ilmu pengetahuan, khususnya dalam bidang ilmu kimia. Apabila terdapat hal-hal yang ingin didiskusikan, penulis menerima pertanyaan, kritik, saran, dan diskusi melalui:

Phone number : +6281250505512
Email : lutfirachma15@yahoo.com

“Halaman ini sengaja dikosongkan”